

○厚生労働省告示第 425 号

薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 1 項の規定に基づき、日本薬局方（平成 18 年厚生労働省告示第 285 号）の一部を次のように改正し、平成 21 年 10 月 1 日から適用する。ただし、この告示による改正前の日本薬局方（以下「旧薬局方」という。）に収められていた医薬品（この告示による改正後の日本薬局方（以下「新薬局方」という。）に収められているものに限る。）であって同年 10 月 1 日において現に同法第十四条第一項の規定による承認を受けているもの（平成 21 年 9 月 30 日において、薬事法第 14 条第 1 項の規定に基づき製造販売の承認を要しないものとして厚生労働大臣の指定する医薬品等（平成 6 年厚生省告示第 104 号）により製造販売の承認を要しない医薬品として指定されている医薬品（以下「承認を要しない医薬品」という。）を含む。）については、平成 23 年 3 月 31 日までは、旧薬局方で定める名称及び基準（当該医薬品に関する部分に限る。）は新薬局方で定める名称及び基準とみなすことができるものとし、新薬局方に収められている医薬品（旧薬局方に収められていたものを除く。）であって平成 21 年 10 月 1 日において現に同法第 14 条第 1 項の規定による承認を受けている医薬品（承認を要しない医薬品を含む。）については、平成 23 年 3 月 31 日までは、新薬局方に収められていない医薬品とみなすことができるものとする。

平成 21 年 9 月 30 日

厚生労働大臣 長 妻 昭

（「次のよう」は省略し、改正全文を厚生労働省医薬食品局審査管理課及び地方厚生局並びに都道府県庁に備え置いて縦覧に供する。）

（なお、「次のよう」とは、「第十五改正 日本薬局方第二追補」から始まり、「参照赤外吸収スペクトル」（217 頁）までをいう。）

目 次

まえがき

第十五改正日本薬局方第二追補

| | |
|--|-----|
| 生薬総則 | 3 |
| 一般試験法 | 5 |
| 1.07 重金属試験法 | 5 |
| 1.08 窒素定量法（セミマイクロケルダール法） | 5 |
| 1.09 定性反応 | 6 |
| 2.01 液体クロマトグラフィー | 6 |
| 2.04 たん白質のアミノ酸分析法 | 7 |
| 3.01 かさ密度及びタップ密度測定法 | 8 |
| 3.02 比表面積測定法 | 10 |
| 3.03 粉体の粒子密度測定法 | 12 |
| 3.04 粒度測定法 | 13 |
| 7.02 プラスチック製医薬品容器試験法 | 17 |
| 9.01 標準品 | 18 |
| 9.41 試薬・試液 | 18 |
| 9.42 クロマトグラフィー用担体／充てん剤 | 31 |
| 医薬品各条 | 33 |
| 生薬等 | 161 |
| 参照紫外可視吸収スペクトル | 181 |
| 参照赤外吸収スペクトル | 197 |
| 参考情報 | |
| 14. 第十五改正日本薬局方における国際調和 | 221 |
| 20. バイオテクノロジー応用医薬品／生物起源由来医薬品の製造に用いる細胞基材に対する マイコプラズマ否定試験 | 222 |
| 32. 近赤外吸収スペクトル測定法 | 224 |
| 33. 蛍光染色による細菌数の迅速測定法 | 228 |
| 34. システム適合性 | 230 |
| 35. 粉体の細かさの表示法 | 231 |
| 索引 | |
| 日本名索引 | 235 |

第十五改正日本薬局方第二追補

医薬品各条目次

| | | | |
|---------------------------|----|------------------------------|----|
| ア | | エカベトナトリウム顆粒…………… | 63 |
| アザチオプリン錠…………… | 33 | エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液…………… | 64 |
| アシクロビル…………… | 33 | エストリオール水性懸濁注射液…………… | 64 |
| アセメタシンカプセル…………… | 34 | エチニルエストラジオール…………… | 64 |
| アセメタシン錠…………… | 35 | エテンザミド…………… | 64 |
| アゼラスチン塩酸塩顆粒…………… | 36 | エフェドリン塩酸塩錠…………… | 64 |
| アブリンジン塩酸塩…………… | 37 | エモルファゼン錠…………… | 65 |
| アブリンジン塩酸塩カプセル…………… | 38 | エリスロマイシン腸溶錠…………… | 65 |
| アミオダロン塩酸塩…………… | 39 | エルゴメトリンマレイン酸塩注射液…………… | 66 |
| アミオダロン塩酸塩錠…………… | 40 | カ | |
| アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液…………… | 41 | カドララジン…………… | 66 |
| アミノフィリン注射液…………… | 41 | カドララジン錠…………… | 67 |
| アムロジピンベシル酸塩錠…………… | 42 | カルシトニン(サケ)…………… | 68 |
| アモキシシリン水和物…………… | 42 | カルメロース…………… | 71 |
| アモキシシリンカプセル…………… | 43 | カルメロースカルシウム…………… | 71 |
| L-アラニン…………… | 44 | カルメロースナトリウム…………… | 71 |
| アルガトロバン水和物…………… | 45 | ク | |
| アロプリノール錠…………… | 47 | グリクラジド…………… | 71 |
| イ | | グリセオフルビン錠…………… | 72 |
| イオタラム酸ナトリウム注射液…………… | 47 | クリンダマイシン塩酸塩…………… | 72 |
| イオタラム酸メグルミン注射液…………… | 48 | クリンダマイシン塩酸塩カプセル…………… | 72 |
| イセパマイシン硫酸塩注射液…………… | 48 | 木クレオソート…………… | 73 |
| イソニアジド錠…………… | 48 | クレボプリドリリング酸塩…………… | 75 |
| イソニアジド注射液…………… | 48 | クロスカルメロースナトリウム…………… | 75 |
| イブリフラボン…………… | 49 | クロミフェンクエン酸塩錠…………… | 75 |
| イブリフラボン錠…………… | 50 | ケ | |
| イミダプリル塩酸塩…………… | 50 | ケトコナゾール…………… | 76 |
| イミダプリル塩酸塩錠…………… | 51 | ケトコナゾール液…………… | 77 |
| イルソグラジンマレイン酸塩…………… | 53 | ケトコナゾールクリーム…………… | 77 |
| イルソグラジンマレイン酸塩細粒…………… | 53 | ケトコナゾールローション…………… | 78 |
| イルソグラジンマレイン酸塩錠…………… | 54 | ゲファルナート…………… | 78 |
| インジゴカルミン注射液…………… | 56 | ゲンタマイシン硫酸塩点眼液…………… | 79 |
| インダパミド…………… | 56 | コ | |
| インダパミド錠…………… | 57 | コデインリン酸塩錠…………… | 80 |
| インドメタシン坐剤…………… | 58 | コムギデンブン…………… | 81 |
| ウ | | コメデンブン…………… | 81 |
| ウベニメクスカプセル…………… | 58 | シ | |
| ウルソデオキシコール酸…………… | 59 | ジエチルカルバマジクエン酸塩錠…………… | 82 |
| ウルソデオキシコール酸顆粒…………… | 60 | ジゴキシン…………… | 83 |
| ウルソデオキシコール酸錠…………… | 61 | ジゴキシン錠…………… | 83 |
| エ | | | |
| エカベトナトリウム水和物…………… | 62 | | |

(4) 目 次

ジゴキシン注射液…………… 83
ジスチグミン臭化物錠…………… 84
シノキサシン…………… 84
シノキサシンカプセル…………… 85
ジフルコルトロン吉草酸エステル…………… 86
ジベカシン硫酸塩点眼液…………… 87
ジメンヒドリナート錠…………… 87
硝酸イソソルビド錠…………… 88
ジョサマイシン錠…………… 88
シンバスタチン…………… 88

ス

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒…………… 90
注射用ストレプトマイシン硫酸塩…………… 90
スリンダク…………… 90

セ

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン…………… 91
セファクロル複合顆粒…………… 92
シロップ用セファトリジンプロピレングリコール…………… 92
セファレキシシンカプセル…………… 93
シロップ用セファレキシシン…………… 94
セフィキシムカプセル…………… 95
セフテラム ピボキシル錠…………… 96
シロップ用セフロキサジン…………… 98
セボフルラン…………… 98
セラセフェート…………… 100
結晶セルロース…………… 100
粉末セルロース…………… 100

ソ

ゾルピデム酒石酸塩…………… 100

タ

タクロリムス水和物…………… 101
タゾバクタム…………… 102
ダナゾール…………… 103

チ

チアプリド塩酸塩…………… 104
チアプリド塩酸塩錠…………… 104

テ

テイコプラニン…………… 105
テストステロンエナント酸エステル注射液…………… 105
テストステロンプロピオン酸エステル注射液…………… 105
テブレノン…………… 106

ト

トウモロコシデンブレン…………… 107
ドキサゾシンメシル酸塩…………… 107
トスフロキサシントシル酸塩水和物…………… 108
トスフロキサシントシル酸塩錠…………… 110
トルブタミド錠…………… 110
ドロキシドパ…………… 111
ドロキシドパカプセル…………… 112
ドロキシドパ細粒…………… 112
トロキシピド…………… 113
トロキシピド細粒…………… 114
トロキシピド錠…………… 115

ニ

ニコモール錠…………… 116
無水乳糖…………… 116
乳糖水和物…………… 116

ノ

ノルエチステロン…………… 116

ハ

ハソブレシン注射液…………… 116
バルプロ酸ナトリウム…………… 116
バルプロ酸ナトリウム錠…………… 117
バルプロ酸ナトリウムシロップ…………… 118
バレイシヨデンブレン…………… 119

ヒ

精製ヒアルロン酸ナトリウム…………… 119
ピオグリタゾン塩酸塩…………… 120
注射用ヒドララジン塩酸塩…………… 121
ヒドロキシプロピルセルロース…………… 121
低置換度ヒドロキシプロピルセルロース…………… 121
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム…………… 122
ビブメシリナム塩酸塩錠…………… 122
ヒプロメロース…………… 123
ヒプロメロースフタル酸エステル…………… 123
ピペミド酸水和物…………… 123
ピモジド…………… 124

フ

ファモチジン散…………… 124
ファロベネムナトリウム錠…………… 125
シロップ用ファロベネムナトリウム…………… 125
フェニトイン散…………… 125
フェニトイン錠…………… 126

| | | |
|--------------------|-----|-------------------|
| フェノバルビタール | 126 | |
| フェノバルビタール散 10% | 127 | リ |
| フェノールスルホンフタレイン注射液 | 127 | |
| プラゾシン塩酸塩 | 127 | L-リジン酢酸塩 152 |
| フルタミド | 129 | リドカイン注射液 153 |
| フルトプラゼパム | 130 | 硫酸亜鉛水和物 153 |
| フルトプラゼパム錠 | 130 | リンコマイシン塩酸塩注射液 154 |
| フルドロコルチゾン酢酸エステル | 131 | |
| プレドニゾンリン酸エステルナトリウム | 132 | レ |
| プロカインアミド塩酸塩 | 133 | |
| プロカインアミド塩酸塩錠 | 134 | レバミピド 154 |
| プロカインアミド塩酸塩注射液 | 135 | レバミピド錠 155 |
| プロクロルペラジンマレイン酸塩錠 | 135 | レボフロキサシン水和物 157 |
| プロゲステロン | 136 | |
| プロゲステロン注射液 | 137 | ロ |
| フロセミド注射液 | 137 | |
| プロタミン硫酸塩注射液 | 138 | ロキタマイシン錠 157 |
| プロパフェノン塩酸塩 | 138 | ロサルタンカリウム 158 |
| プロパフェノン塩酸塩錠 | 139 | |
| プロピルチオウラシル錠 | 140 | ワ |
| プロブコール | 141 | |
| フロプロピオン | 142 | ワルファリンカリウム錠 159 |
| プロベネシド錠 | 143 | |
| へ | | |
| ベタキソロール塩酸塩 | 143 | |
| ベタメタゾン錠 | 144 | |
| ヘパリンカルシウム | 144 | |
| ヘパリンナトリウム | 146 | |
| ホ | | |
| 注射用ホスホマイシンナトリウム | 146 | |
| ミ | | |
| ミノサイクリン塩酸塩錠 | 146 | |
| 注射用ミノサイクリン塩酸塩 | 147 | |
| メ | | |
| メチルセルロース | 148 | |
| メピバカイン塩酸塩注射液 | 148 | |
| 注射用メロペネム | 148 | |
| モ | | |
| モサプリドクエン酸塩水和物 | 149 | |
| モサプリドクエン酸塩錠 | 150 | |
| モルヒネ塩酸塩錠 | 151 | |
| モルヒネ塩酸塩注射液 | 152 | |

第十五改正日本薬局方第二追補
医薬品各条 生薬等目次

| | |
|-------------------|-------------------|
| ウ | ソ |
| ウコン…………… 161 | ソヨウ…………… 171 |
| ウコン末…………… 161 | |
| オ | タ |
| オウギ…………… 162 | 大黃甘草湯エキス…………… 172 |
| オウセイ…………… 162 | |
| カ | ト |
| カッコウ…………… 162 | トウニン…………… 172 |
| 葛根湯エキス…………… 163 | トウニン末…………… 173 |
| カノコソウ…………… 163 | |
| カノコソウ末…………… 163 | ニ |
| | ニクズク…………… 173 |
| キ | ハ |
| キョウニン…………… 163 | 八味地黄丸エキス…………… 173 |
| キョウニン…………… 163 | |
| 牛車腎気丸エキス…………… 164 | ホ |
| コ | ボウフウ…………… 176 |
| コロンボ…………… 167 | ボクソク…………… 177 |
| コロンボ末…………… 167 | 補中益気湯エキス…………… 177 |
| サ | ユ |
| サイコ…………… 167 | ユウタン…………… 177 |
| サンシュユ…………… 167 | |
| サンショウ…………… 168 | リ |
| サンショウ末…………… 168 | リュウガンニク…………… 177 |
| | リュウコツ…………… 178 |
| シ | ロ |
| シゴカ…………… 168 | ロートコン…………… 178 |
| シコン…………… 168 | ローヤルゼリー…………… 178 |
| ショウズク…………… 168 | |
| 真武湯エキス…………… 168 | |
| セ | |
| セネガ…………… 171 | |
| セネガ末…………… 171 | |
| センコツ…………… 171 | |

ま え が き

第十五改正日本薬局方は平成18年3月31日厚生労働省告示第285号をもって公布された。

その後、平成18年7月に日本薬局方部会を開催し、審議の結果、日本薬局方の役割と性格、作成方針、作成方針に沿った第十六改正に向けての具体的な方策、施行時期に関する事項を内容とする作成基本方針を決定した。

日本薬局方の作成方針として、保健医療上重要な医薬品の全面的取載、最新の学問・技術の積極的導入による質的向上、国際化の推進、必要に応じた速やかな部分改正及び行政によるその円滑な運用、日本薬局方改正過程における透明性の確保及び日本薬局方の普及の「5本の柱」が打ち立てられた。この基本的考えに立って、関係部局等の理解と協力を得つつ、各般の施策を講じ、広く保健医療の場において、日本薬局方が有効に活用されうるものとなるよう努めることとされた。

日本薬局方は、その時点での学問・技術の進歩と医療需要に応じて、わが国の医薬品の品質を確保するために必要な公的基準を示すものであり、医薬品全般の品質を総合的に保証するための規格及び試験法の標準を示すとともに医療上重要とされた医薬品の品質等に係る判断基準を明確にする役割を有するとされた。

また、日本薬局方は、その作成に当たって、多くの医薬品関係者の知識と経験が結集されており、関係者に広く活用されるべき公共の規格書としての性格を有するとともに、国民に医薬品の品質に関する情報を公開し、説明責任を果たす役割をもち、さらに、医薬品の品質に関する薬事行政の円滑かつ効率的推進及び国際的整合性の維持・確保に資するものであるとされた。

取載品目の選定については、医療上の必要性、繁用度又は使用経験等を指標に、保健医療上重要な医薬品は市販後可及的速やかな取載を目指すこととされた。

なお、第十六改正の時期は平成23年4月を目標とすることとされた。

日本薬局方原案審議委員会の組織は、総合委員会、総合小委員会、化学薬品委員会、抗生物質委員会、生物薬品委員会、生薬等委員会、医薬品添加物委員会、理化学試験法委員会、製剤委員会、物性試験法委員会、生物試験法委員会、医薬品名称委員会、国際調和検討委員会、製剤用水委員会及び日局標準品委員会等で構成されている。その他、医薬品各条審議推進のため、理化学試験法委員会、製剤委員会及び生物試験法委員会の下に、それぞれワーキンググループが設置されている。

日本薬局方部会長については、平成15年7月から平成21年9月まで早川堯夫が、その任に当たった。

作成基本方針において、5年ごとの改正の他、最新の科学技術の進展並びに国際的調和に対応するため、部分改正等を適宜行うこととされた。

この改訂方針に基づき、各委員会は取載品目の選定及び通則、生薬総則、製剤総則、一般試験法、医薬品各条等について改訂の審議を開始した。

審議事項のうち、生薬総則、一般試験法及び医薬品各条については、平成19年4月から平成21年3月までの期間に、原案審議委員会審議終了分を第十五改正日本薬局方の一部改訂としてとりまとめることとし、この一部改訂の原案は平成21年4月に日本薬局方部会で審議のうえ、同年6月に薬事・食品衛生審議会に上程され、報告された後、厚生労働大臣に答申された。

この期間に日本薬局方原案審議委員会の改訂原案作成のために開催した委員会の回数は、総合委員会3回、化学薬品委員会23回、抗生物質委員会8回、生物薬品委員会8回、生薬委員会21回、医薬品添加物委員会10回、理化学試験法委員会11回（ワーキンググループを含む）、製剤委員会19回（ワーキンググループを含む）、物性試験法委員会9回、生物試験法委員会9回、医薬品名称委員会6回、国際調和検討委員会3回、製剤用水委員会8回である。

なお、この改訂の原案作成に当たっては、大阪医薬品協会技術研究委員会、東京医薬品工業協会局方委員会、東京生薬協会、日本医薬品添加剤協会、日本家庭薬協議会、日本漢方生薬製剤協会、日本香料工業会、日本生薬連合会、日本PDA製薬学会、日本試薬協会、日本植物油協会、日本膜分離技術振興協会等の協力を得た。

この改訂の結果、第十五改正日本薬局方の取載は1673品目となった。このうち改訂により新たに取載したものが106品、削除した品目は1品である。

本改訂の記載法の原則と改訂の要旨は次のとおりである。

1. 日本薬局方の記載は口語体で横書きとし、常用漢字及び現代かなづかい、文部科学省学術用語集化学編、同数学編及び同物理学編などに従うことを原則としたが、著しく誤解を招きやすいものについては常用漢字以外の漢字も用いた。

2. 薬品名、試薬名は原則として常用漢字及びかたかな書きとした。

3. 取載の順序は、告示、目次、まえがきに続いて、生薬総則、一般試験法、医薬品各条の順とし、更に医薬品各条の参照紫外可視吸収スペクトル、参照赤外吸収スペクトルを付し、終わりに参考情報、附録として第十五改正日本薬局方、第十五改正日本薬局方第一追補並びに第十五改正日本薬局方第二追補を合わせた索引を付した。

4. 製剤総則、医薬品各条、参照紫外可視吸収スペクトル及び参照赤外吸収スペクトルの配列順序は、原則として五十音順に従

った。

5. 医薬品各条中の記載順序は、次によったが、必要のない項目は除いてある。

- | | | |
|-----------------------------|--------------------|----------------------|
| (1) 日本名 | (8) 基原 | (17) 強熱残分、灰分又は酸不溶性灰分 |
| (2) 英名 | (9) 成分の含量規定 | (18) 製剤試験及びその他の特殊試験 |
| (3) ラテン名（生薬関係品目についてのみ記載する。） | (10) 表示規定 | (19) 異性体比 |
| (4) 日本名別名 | (11) 製法 | (20) 定量法又は成分の含量 |
| (5) 構造式 | (12) 性状（生薬の性状） | (21) 貯法 |
| (6) 分子式及び分子量（組成式及び式量） | (13) 確認試験 | (22) 有効期限 |
| (7) 化学名 | (14) 示性値 | (23) その他 |
| | (15) 純度試験 | |
| | (16) 乾燥減量、強熱減量又は水分 | |

6. 医薬品の性状及び品質に関係のある示性値の記載の順序は、次によったが、必要のない項目は除いてある。

- | | | |
|------------|---------|------------|
| (1) アルコール数 | (7) 粘度 | (13) けん化価 |
| (2) 吸光度 | (8) pH | (14) エステル価 |
| (3) 凝固点 | (9) 比重 | (15) 水酸基価 |
| (4) 屈折率 | (10) 沸点 | (16) ヨウ素価 |
| (5) 浸透圧 | (11) 融点 | |
| (6) 旋光度 | (12) 酸価 | |

7. 確認試験の記載の順序は、原則として次によった。

- | | | |
|----------|---------------------|----------|
| (1) 呈色反応 | (4) 誘導体 | (7) 陽イオン |
| (2) 沈殿反応 | (5) 可視、紫外、赤外吸収スペクトル | (8) 陰イオン |
| (3) 分解反応 | (6) 特殊反応 | |

8. 純度試験の記載の順序は、原則として次によったが、必要のない項目は除いてある。

- | | | |
|-----------|----------------|---------------|
| (1) 色 | (14) ヨウ化物 | (27) 亜鉛 |
| (2) におい | (15) 可溶性ハロゲン化物 | (28) カドミウム |
| (3) 溶状 | (16) チオシアン化物 | (29) 水銀 |
| (4) 液性 | (17) セレン | (30) 銅 |
| (5) 酸 | (18) 陽イオンの塩 | (31) 鉛 |
| (6) アルカリ | (19) アンモニウム | (32) 銀 |
| (7) 塩化物 | (20) 重金属 | (33) アルカリ土類金属 |
| (8) 硫酸塩 | (21) 鉄 | (34) ヒ素 |
| (9) 亜硫酸塩 | (22) マンガン | (35) 異物 |
| (10) 硝酸塩 | (23) クロム | (36) 類縁物質 |
| (11) 亜硝酸塩 | (24) ビスマス | (37) 残留溶媒 |
| (12) 炭酸塩 | (25) スズ | (38) その他の混在物 |
| (13) 臭化物 | (26) アルミニウム | (39) 硫酸呈色物 |

9. 生薬総則中、1の項において新たに収載した品目は次のとおりである。

- | | | |
|----------|-------------|-------------|
| (1) カッコウ | (3) ボクソク | (5) ローヤルゼリー |
| (2) ニクズク | (4) リュウガンニク | |

10. 生薬総則中、1の項において削除した品目は次のとおりである。

- (1) コメデンブ

11. 一般試験法中、新たにたん白質のアミノ酸分析法を追加した。

12. 一般試験法中、改正した試験法は次のとおりである。

- | | | |
|------------------------------|-------------------------|---------------------------|
| (1) 1.07 重金属試験法 | (5) 2.04 たん白質のアミノ酸分析法 | (9) 3.04 粒度測定法 |
| (2) 1.08 窒素定量法（セミマイクロケルダール法） | (6) 3.01 かさ密度及びタップ密度測定法 | (10) 7.02 プラスチック製医薬品容器試験法 |
| (3) 1.09 定性反応 | (7) 3.02 比表面積測定法 | |
| (4) 2.01 液体クロマトグラフィー | (8) 3.03 粉体の粒子密度測定法 | |

13. 一般試験法中、新たに追加した標準品は次のとおりである。

- | | | |
|--------------------|------------------------|---------------------|
| (1) アシクロビル標準品 | (6) ゲフェルナート標準品 | (10) タクロリムス標準品 |
| (2) イプリフラボン標準品 | (7) ジフルコルトロン吉草酸エステル標準品 | (11) タゾバクタム標準品 |
| (3) インダパミド標準品 | (8) シンバスタチン標準品 | (12) ダナゾール標準品 |
| (4) カルシトニン（サケ）標準品 | (9) セボフルラン標準品 | (13) テプレノン標準品 |
| (5) D-グルクロノラクトン標準品 | | (14) ドキサゾシンメシル酸塩標準品 |

- (15) トスフロキサシントシル酸塩標準品
 (16) トロキシピド標準品
 (17) ピオグリタゾン塩酸塩標準品
- (18) プラゾシン塩酸塩標準品
 (19) フルタミド標準品
 (20) フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品
- (21) プロブコール標準品
 (22) ロサルタンカリウム標準品
14. 一般試験法中、改正した標準品は次のとおりである。
- (1) アザチオプリン標準品
 (2) アムロジピンベシル酸塩標準品
 (3) アモキシシリン標準品
 (4) エテンザミド標準品
 (5) グリセオフルビン標準品
 (6) クロミフェンクエン酸塩標準品
 (7) ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品
- (8) セファトリジンプロピレングリコール標準品
 (9) セファレキシン標準品
 (10) セフィキシム標準品
 (11) セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品
 (12) セフロキサジン標準品
 (13) ピブメシリナム塩酸塩標準品
- (14) ファロペネムナトリウム標準品
 (15) プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品
 (16) プロベネシド標準品
 (17) ミノサイクリン塩酸塩標準品
 (18) ワルファリンカリウム標準品
15. 医薬品の英名及びラテン名は、原則として国際一般的名称に準拠した。また、化学名は国際純正応用化学連合 (IUPAC) の規定に準拠した。
16. 有機化合物の分子式の元素の記載順序は、C、Hの順とし、次いでそれ以外の元素記号をアルファベット順に配列した。
17. 医薬品の構造式は、できるだけ立体配位を勘案して記載した。
18. 医薬品各条の試験方法は、原薬とその製剤の間以外の準用は避けた。
19. 医薬品各条中、新たに収載した品目は次のとおりである。
- (1) アシクロビル
 (2) アセメタシンカプセル
 (3) アセメタシン錠
 (4) アゼラスチン塩酸塩顆粒
 (5) アプリンジン塩酸塩
 (6) アプリンジン塩酸塩カプセル
 (7) アミオダロン塩酸塩
 (8) アミオダロン塩酸塩錠
 (9) アムロジピンベシル酸塩錠
 (10) アモキシシリンカプセル
 (11) L-アラニン
 (12) アルガトロバン水和物
 (13) アロプリノール錠
 (14) イセパマイシン硫酸塩注射液
 (15) イブリフラボン
 (16) イブリフラボン錠
 (17) イミダプリル塩酸塩
 (18) イミダプリル塩酸塩錠
 (19) イルソグラジンマレイン酸塩
 (20) イルソグラジンマレイン酸塩細粒
 (21) イルソグラジンマレイン酸塩錠
 (22) インダバミド
 (23) インダバミド錠
 (24) ウベニメクスカプセル
 (25) ウルソデオキシコール酸顆粒
 (26) ウルソデオキシコール酸錠
 (27) エカベトナトリウム水和物
 (28) エカベトナトリウム顆粒
 (29) エモルファゾン錠
 (30) カドララジン
 (31) カドララジン錠
 (32) カルシトニン (サケ)
 (33) グリクラジド
 (34) クレボプリドリンゴ酸塩
 (35) ケトコナゾール
- (36) ケトコナゾール液
 (37) ケトコナゾールクリーム
 (38) ケトコナゾールローション
 (39) ゲファルナート
 (40) ゲンタマイシン硫酸塩点眼液
 (41) シノキサシン
 (42) シノキサシンカプセル
 (43) ジフルコルトロン吉草酸エステル
 (44) ジベカシン硫酸塩点眼液
 (45) シンバスタチン
 (46) 注射用ストレプトマイシン硫酸塩
 (47) スリンダク
 (48) シロップ用セファトリジンプロピレングリコール
 (49) セファレキシンカプセル
 (50) シロップ用セファレキシン
 (51) セフィキシムカプセル
 (52) セフテラム ピボキシル錠
 (53) シロップ用セフロキサジン
 (54) セボフルラン
 (55) ゴルピデム酒石酸塩
 (56) タクロリムス水和物
 (57) タゾバクタム
 (58) ダナゾール
 (59) チアプリド塩酸塩
 (60) チアプリド塩酸塩錠
 (61) テブレノン
 (62) ドキサゾシンメシル酸塩
 (65) トスフロキサシントシル酸塩水和物
 (64) トスフロキサシントシル酸塩錠
 (65) ドロキシドパ
 (66) ドロキシドパカプセル
 (67) ドロキシドパ細粒
 (68) トロキシピド
- (69) トロキシピド細粒
 (70) トロキシピド錠
 (71) バルプロ酸ナトリウム錠
 (72) バルプロ酸ナトリウムシロップ
 (73) 精製ヒアルロン酸ナトリウム
 (74) ピオグリタゾン塩酸塩
 (75) ピブメシリナム塩酸塩錠
 (76) ピモジド
 (77) プラゾシン塩酸塩
 (78) フルタミド
 (79) フルトブラゼパム
 (80) フルトブラゼパム錠
 (81) フルドロコルチゾン酢酸エステル
 (82) プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム
 (83) フロセミド注射液
 (84) プロパフェノン塩酸塩
 (85) プロパフェノン塩酸塩錠
 (86) プロブコール
 (87) ベタキソロール塩酸塩
 (88) ヘパリンカルシウム
 (89) ミノサイクリン塩酸塩錠
 (90) 注射用メロベネム
 (91) モサプリドクエン酸塩錠
 (92) モサプリドクエン酸塩水和物
 (93) L-リジン酢酸塩
 (94) リンコマイシン塩酸塩注射液
 (95) レバミピド
 (96) レバミピド錠
 (97) レボフロキサシン水和物
 (98) ロサルタンカリウム
 (99) カッコウ
 (100) 牛車腎気丸エキス
 (101) 真武湯エキス
 (102) ニクズク

(103) 八味地黄丸エキス

(105) リュウガンニク

(106) ローヤルゼリー

(104) ボクソク

20. 医薬品各条中、改正した品目は次のとおりである。

(1) アザチオプリン錠

(42) セラセフェート

(80) フロプロピオン

(2) アミドトリゾ酸ナトリウムメグル
ミン注射液

(43) 結晶セルロース

(81) プロベネシド錠

(3) アミノフィリン注射液

(44) 粉末セルロース

(82) ベタメタゾン錠

(4) アモキシシリン水和物

(45) テイコプラニン

(83) ヘパリンナトリウム

(5) イオタラム酸ナトリウム注射液

(46) テストステロンエナンチオン酸エステル
注射液

(84) 注射用ホスホマイシンナトリウム

(6) イオタラム酸メグルミン注射液

(47) テストステロンプロピオン酸エス
テル注射液

(85) 注射用ミノサイクリン塩酸塩

(7) イソニアジド錠

(48) トウモロコシデンブ

(86) メチルセルロース

(8) イソニアジド注射液

(49) トルブタミド錠

(87) メピバカイン塩酸塩注射液

(9) インジゴカルミン注射液

(50) ニコモール錠

(88) モルヒネ塩酸塩錠

(10) インドメタシン坐剤

(51) 無水乳糖

(89) モルヒネ塩酸塩注射液

(11) ウルソデオキシコール酸

(52) 乳糖水和物

(90) リドカイン注射液

(12) エストラジオール安息香酸エス
テル水性懸濁注射液

(53) ノルエチステロン

(91) 硫酸亜鉛水和物

(13) エストリオール水性懸濁注射液

(54) バソプレシン注射液

(92) ロキタマイシン錠

(14) エチニルエストラジオール

(55) バルプロ酸ナトリウム

(93) ワルファリンカリウム錠

(15) エテンザミド

(56) パレイショデンブ

(94) ウコン

(16) エフェドリン塩酸塩錠

(57) 注射用ヒドララジン塩酸塩

(95) ウコン末

(17) エリスロマイシン腸溶錠

(58) ヒドロキシプロピルセルロース

(96) オウギ

(18) エルゴメトリンマレイン酸塩注
射液

(59) 低置換度ヒドロキシプロピルセル
ロース

(97) オウセイ

(19) カルメロース

(60) ヒドロコルチゾンリン酸エステル
ナトリウム

(98) 葛根湯エキス

(20) カルメロースカルシウム

(61) ヒプロメロース

(99) カノコソウ

(21) カルメロースナトリウム

(62) ヒプロメロースフタル酸エステル

(100) カノコソウ末

(22) グリセオフルビン錠

(63) ピペミド酸水和物

(101) キョウニン

(23) クリンダマイシン塩酸塩

(64) ファモチジン散

(102) コロンボ

(24) クリンダマイシン塩酸塩カプセル

(65) ファロペネムナトリウム錠

(103) コロンボ末

(25) 木クレオソート

(66) シロップ用ファロペネムナトリウ
ム

(104) サイコ

(26) クロスカルメロースナトリウム

(67) フェニトイン散

(105) サンシュユ

(27) クロミフェンクエン酸塩錠

(68) フェニトイン錠

(106) サンショウ

(28) コデインリン酸塩錠

(69) フェノバルビタール

(107) サンショウ末

(29) コムギデンブ

(70) フェノバルビタール散10%

(108) シゴカ

(30) コメデンブ

(71) フェノールスルホンフタレイン注
射液

(109) シコン

(31) ジエチルカルバマジンクエン酸塩
錠

(72) プロカインアミド塩酸塩

(110) ショウズク

(32) ジゴキシ

(73) プロカインアミド塩酸塩錠

(111) セネガ

(33) ジゴキシ錠

(74) プロカインアミド塩酸塩注射液

(112) セネガ末

(34) ジゴキシ注射液

(75) プロクロルペラジンマレイン酸塩
錠

(113) センコツ

(35) ジスチグミン臭化物錠

(76) プロゲステロン

(114) ソヨウ

(36) ジメンヒドリナート錠

(77) プロゲステロン注射液

(115) 大黃甘草湯エキス

(37) 硝酸イソソルビド錠

(78) プロタミン硫酸塩注射液

(116) トウニン

(38) ジョサマイシン錠

(79) プロピルチオウラシル錠

(117) トウニン末

(39) 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

(118) ボウフウ

(40) ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

(119) 補中益気湯エキス

(41) セファクロル複合顆粒

(120) ユウタン

21. 医薬品各条中、削除した品目は、次のとおりである。

(1) アミドトリゾ酸メグルミン注射液

第十五改正日本薬局方第一追補の作成に従事した者は、次のとおりである。

| | | | |
|--------|--------|--------|-------|
| 青木光夫 | 青柳伸男 | 赤堀文昭 | 浅野年紀 |
| 浅間宏志 | 芦澤一恵子 | 阿曾幸伸 | 天笠崎正夫 |
| 新井洋由子 | 有本健一 | 井越井茂 | 井藤至雅 |
| 石井明子 | 伊豆津孝一 | 板竹厚裕 | 上原内正明 |
| 伊藤裕二子 | 犬伏和一一 | 植石了三幸 | 大庭澄明 |
| 内田恵理子 | 梅本雅一巳 | 大槻田稔仁 | 大奥田晴宏 |
| 大住優哉 | 岡田和宏 | 岡山博良 | 加藤喜ナ |
| 岡崎周吉子 | 小和田武徹 | 川上宇良夫 | 川原崎芳彦 |
| 落合典明之 | 川西祐一代 | 川原嶋敬孝 | 北田田浩幸 |
| 香取嘉文子 | 菊地文晴夫 | 木嶋定田幸昌 | 川原崎光一 |
| 川島文純正 | 楠山島隆健 | 國合長谷誠 | 栗田保宏 |
| 木津茂雄 | 栗五藤健児 | 小藤本知昭 | 小久保かつ |
| 小嶋俊文二 | 近坂上吉一 | 坂本竹元吉子 | 小松木健次 |
| 近井英智子 | 坂々木博光 | 佐竹村恭久 | 佐々藤恭子 |
| 酒々木康男 | 清須藤慶一 | 志田居邦弘 | 佐田口道子 |
| 嶋田幹子 | 園部良和 | 高竹田忠重 | 関高地敏夫 |
| 鈴田節久雄 | 高橋中俊弘 | 田邊豊重 | 高田代元一 |
| 関寺喜晋一 | 高田植英哉 | 勅使河原正文 | ○棚寺富中 |
| 只木本敬次郎 | 柘寺富弘恵之 | 徳永塚正辰 | 富中野達也 |
| 谷寺下基裕 | 中那須正夫 | 中七浦光充 | 中野見理正 |
| 富永重村豊 | 西花田賢太郎 | ○橋川堯夫 | 波多野正行 |
| 西原瑠美則 | 花場山総昌 | ◎早樋福牧 | 林山野裕 |
| 林向谷憲正 | 前田浦田直 | 三宮森山 | 檜測松三村 |
| 日向本崎正 | 三宮森山 | 山本成 | 松三村 |
| 細丸宮室安 | 山本持悦 | 山崎本藤 | 矢山吉和 |
| 山余田邊英 | 山米持悦 | 四方田千佳子 | 和田雅昭 |

◎日本薬局方部会長 ○日本薬局方部会長代理

第十五改正
日本薬局方
第二追補

生薬総則 改正事項

生薬総則の部 1の条を次のように改める。

- 1 医薬品各条の生薬は、動植物の薬用とする部分、細胞内容物、分泌物、抽出物又は鉱物などであり、生薬総則及び生薬試験法を適用する生薬は次のとおりである。

アカメガシワ、アセンヤク、アセンヤク末、アマチャ、アマチャ末、アラビアゴム、アラビアゴム末、アロエ、アロエ末、アンソッコウ、イレイセン、インチンコウ、インヨウカク、ウイキョウ、ウイキョウ末、ウコン、ウコン末、ウヤク、ウワウルシ、エイジツ、エイジツ末、エンゴサク、エンゴサク末、オウギ、オウゴン、オウゴン末、オウセイ、オウバク、オウバク末、オウレン、オウレン末、オンジ、オンジ末、カゴソウ、カシュウ、ガジュツ、カッコウ、カッコウ末、カノコソウ、カノコソウ末、カロコン、カンキョウ、カンゾウ、カンゾウ末、カンテン、カンテン末、キキョウ、キキョウ末、キクカ、キササゲ、キジツ、キョウカツ、キョウニン、クコシ、クジン、クジン末、ケイガイ、ケイヒ、ケイヒ末、ケツメイシ、ケンゴシ、ゲンチアナ、ゲンチアナ末、ゲンノショウコ、ゲンノショウコ末、コウカ、コウジン、コウブシ、コウブシ末、コウボク、コウボク末、ゴオウ、ゴシツ、ゴシユ、ゴボウシ、ゴミシ、コロombo、コロombo末、コンズランゴ、サイコ、サイシン、サフラン、サンキライ、サンキライ末、サンザシ、サンシシ、サンシシ末、サンシユユ、サンシヨウ、サンシヨウ末、サンソウニン、サンヤク、サンヤク末、ジオウ、シゴカ、ジコッピ、シコン、シツリシ、シャクヤク、シャクヤク末、ジャシヨウシ、シャゼンシ、シャゼンソウ、ジュウヤク、シユクシヤ、シユクシヤ末、シヨウキョウ、シヨウキョウ末、シヨウズク、シヨウマ、シンイ、セッコウ、セネガ、セネガ末、センキユウ、センキユウ末、ゼンコ、ゼンコツ、センソ、センナ、センナ末、センブリ、センブリ末、ソウジュツ、ソウジュツ末、ソウハクヒ、ソボク、ソヨウ、ダイオウ、ダイオウ末、タイソウ、タクシヤ、タクシヤ末、チクセツニンジン、チクセツニンジン末、チモ、チヨウジ、チヨウジ末、チヨウトウコウ、チヨレイ、チヨレイ末、チンピ、テンマ、テンモンドウ、トウガシ、トウガラシ、トウガラシ末、トウキ、トウキ末、トウニン、トウニン末、トウヒ、ドクカツ、トコン、トコン末、トチュウ、トラガント、トラガント末、ニガキ、ニガキ末、ニクズク、ニンジン、ニンジン末、ニンドウ、バイモ、バクモンドウ、ハチミツ、ハッカ、ハマボウフウ、ハンゲ、ビヤクゴウ、ビヤクシ、ビヤクジュツ、ビヤクジュツ末、ビワヨウ、ピンロウジ、ブクリョウ、ブクリョウ末、ブシ、ブシ末、ベラドンナコン、ヘンズ、ボウイ、ボウコン、ボウフウ、ボクソク、ボタンピ、ボタンピ末、ホミカ、ボレイ、ボレイ末、マオウ、マクリ、マシニン、モクツウ、モッコウ、ヤクチ、ヤクモソウ、ユウタン、ヨクイニン、ヨクイニン末、リュウガンニク、リュウコツ、リュウコツ末、リュウタン、リュウタン末、リョウキョウ、レンギョウ、レンニク、ロジン、ロートコン、ローヤルゼリー。

一般試験法 改正事項

一般試験法の部 前文を次のように改める。

一般試験法は、共通な試験法、医薬品の品質評価に有用な試験法及びこれに関連する事項をまとめたものである。別に規定するもののほか、アルコール数測定、アンモニウム試験、液体クロマトグラフィーによる試験、塩化物試験、炎色反応試験、エンドトキシン試験、核磁気共鳴スペクトル測定、かさ密度測定、ガスクロマトグラフィーによる試験、乾燥減量試験、眼軟膏の金属性異物試験、凝固点測定、強熱減量試験、強熱残分試験、屈折率測定、蛍光光度法による試験、原子吸光光度法による試験、抗生物質の微生物学的力価試験、鉍油試験、酸素フラスコ燃焼法による試験、残留溶媒試験、紫外可視吸光度測定、重金属試験、消化力試験、生薬の微生物限度試験、蒸留試験、浸透圧測定、水分測定、製剤均一性試験（含量均一性試験、質量偏差試験）、製剤の粒度の試験、制酸力試験、赤外吸収スペクトル測定、旋光度測定、タップ密度測定、たん白質のアミノ酸分析、窒素定量、注射剤の採取容量試験、注射剤の不溶性異物検査、注射剤の不溶性微粒子試験、注射剤用ガラス容器試験、定性反応、滴定終点検出、鉄試験、点眼剤の不溶性異物検査、点眼剤の不溶性微粒子試験、導電率測定、熱分析、粘度測定、薄層クロマトグラフィーによる試験、発熱性物質試験、pH 測定、比重測定、微生物限度試験、ヒ素試験、ビタミン A 定量、比表面積測定、沸点測定、プラスチック製医薬品容器試験、粉体の粒子密度測定、粉末 X 線回折測定、崩壊試験、密度測定、無菌試験、メタノール試験、有機体炭素試験、融点測定、輸液用ゴム栓試験、溶出試験、硫酸塩試験、硫酸呈色物試験及び粒度測定は、それぞれの試験法により行う。ただし、油脂の融点、脂肪酸凝固点、比重、酸価、けん化価、エステル価、水酸基価、不けん化物及びヨウ素価は、油脂試験法中のそれぞれの項に、生薬の試料の採取、分析用試料の調製、鏡検、純度試験、乾燥減量、灰分、酸不溶性灰分、エキス含量及び精油含量の試験は、生薬試験法中のそれぞれの項に従う。

それぞれの試験法等に付した番号は、一般試験法を分類し付与した固有のものである。医薬品各条等において、〈 〉を付すものは該当する一般試験法の番号を示す。

一般試験法の部 1.07 重金属試験法の条検液及び比較液の調製法の項（3）第3法目を次のように改める。

1.07 重金属試験法

（3）第3法

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるつぼに量り、初めは注意して弱く加熱した後、500～600℃で強熱し、灰化する。冷後、王水 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を

加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液は王水 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて 50 mL とする。

一般試験法の部 1.08 窒素定量法（セミマイクロケルダール法）の条を次のように改める。

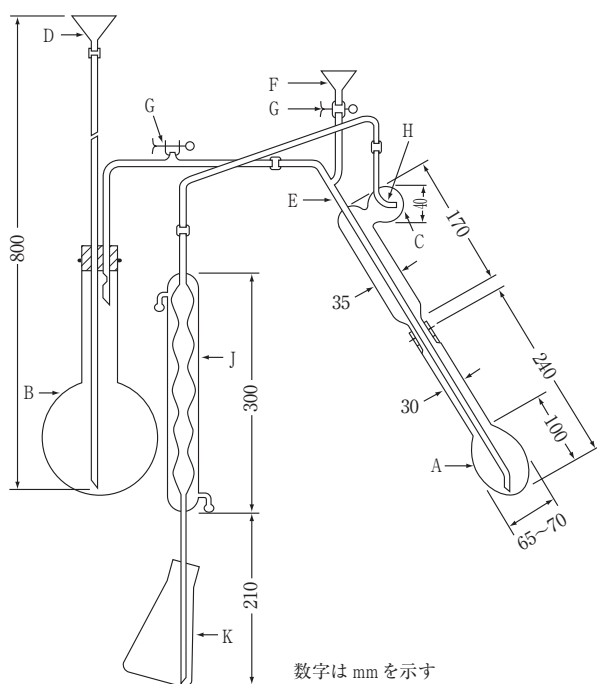
1.08 窒素定量法（セミマイクロケルダール法）

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で加熱分解し、窒素をアンモニア性窒素とした後、アルカリにより遊離させ、水蒸気蒸留法により捕集したアンモニアを滴定法により定量する方法である。

1. 装置

図 1.08-1 に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接続部はすり合わせにしてもよい。装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で 10～30 分間煮沸し、次に水中で 30～60 分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。

ただし、有機物の分解、生成したアンモニアの蒸留及びその定量における滴定終点検出法（電位差滴定法、比色滴定法等）など、自動化された装置を用いることもできる。



数字は mm を示す

- A : ケルダールフラスコ
 B : 水蒸気発生器で、硫酸 2 ~ 3 滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。
 C : しぶき止め
 D : 給水用漏斗
 E : 蒸気管
 F : アルカリ溶液注入用漏斗
 G : ピンチコック付きゴム管
 H : 小孔 (径は管の内径にほぼ等しい。)
 J : 冷却器 (下端は斜めに切つてある。)
 K : 受器

図 1.08-1

2. 装置適合性

自動化された装置を用いる場合には、次の方法により装置の適合性を定期的に確認する必要がある。

アミド硫酸 (標準試薬) をデシケーター (減圧, シリカゲル) 中で約 48 時間乾燥し、その約 1.7 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、分解用フラスコに入れ、以下それぞれの装置の指示に従って操作し、アミド硫酸中の窒素含量 (%) を求めるとき、14.2 ~ 14.6 % の範囲にある。

3. 試薬・試液

分解促進剤 別に規定するもののほか、硫酸カリウム 10 g 及び硫酸銅 (II) 五水和物 1 g を混合し、粉末としたもの 1 g を用いる。なお、分解促進剤については、規定されたものと同等の結果を与えることを試薬を用いて検証した上で、その種類及び量を変更することができる。

4. 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

窒素 (N : 14.01) 2 ~ 3 mg に対応する量の試料を精密に量るか、又はピペットで正確に量り、ケルダールフラスコ A に入れ、これに分解促進剤を加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にフラスコ内壁に沿って硫酸 7 mL を加える。

次に、フラスコを振り動かしながら、過酸化水素 (30) 1

mL を少量ずつ内壁に沿って注意して加える。フラスコを徐々に加熱し、更にフラスコの首で硫酸が液化する程度に加熱する。液が青色澄明を経て鮮やかな緑色澄明となり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなったとき、加熱をやめる。必要ならば冷却した後、過酸化水素 (30) 少量を追加し、再び加熱する。冷却後、水 20 mL を注意しながら加えて冷却する。

次に、フラスコを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置 (図 1.08-1) に連結する。受器 K にはホウ酸溶液 (1 → 25) 15 mL 及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器 J の下端をこの液に浸す。漏斗 F から水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) 30 mL を加え、注意して水 10 mL で洗い込み、ピンチコック付きゴム管 G のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液 80 ~ 100 mL を得るまで蒸留する。冷却器 J の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.005 mol/L 硫酸で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.1401 mg N

ただし、自動化された装置を用いる場合、その操作法はそれぞれの装置の指示に従って行う。

一般試験法の部 1.09 定性反応の条リン酸塩 (正リン酸塩) の項 (2) の目を次のように改める。

1.09 定性反応

リン酸塩 (正リン酸塩)

(2) リン酸塩の希硝酸酸性溶液に七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じ、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

一般試験法の部 2.01 液体クロマトグラフィーの条装置の項を次のように改める。

2.01 液体クロマトグラフィー

装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入装置、カラム、検出器及び記録装置からなり、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム恒温槽、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽などを用いる。ポンプは、カラム及び連結チューブなどの中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるものである。試料導入装置は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充てん剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充てんしたものである。なお、充てん剤の代わりに固定相を管壁に保持させたものを用いることができる。検出器は、試料の移動相とは異なる性質を検出するもので、紫外又は可視吸光度計、蛍光光度計、示差屈折計、電気化学検出器、化学発光検出器、

電気伝導度検出器（導電率検出器）及び質量分析計などがあり、通例、数 μg 以下の試料に対して濃度に比例した信号を出すものである。記録装置は、検出器により得られる信号の強さを記録するものである。必要に応じて記録装置としてデータ処理装置を用いてクロマトグラム、保持時間、又は成分定量値などを記録あるいは出力させることができる。移動相組成制御装置は、段階的制御（ステップワイズ方式）と濃度勾配制御（グラジエント方式）があり、移動相組成を制御できるものである。

同条システム適合性の項を次のように改める。

システム適合性

システム適合性は、クロマトグラフィーを用いた試験法には不可欠の項目であり、医薬品の試験に使用するシステムが、当該の試験を行うのに適切な性能で稼働していることを一連の品質試験ごとに確かめることを目的としている。システム適合性の試験方法と適合要件は、医薬品の品質規格に設定した試験法の中に規定されている必要がある。規定された適合要件を満たさない場合には、そのシステムを用いて行った品質試験の結果を採用してはならない。

システム適合性は、基本的に「システムの性能」及び「システムの再現性」で評価されるが、純度試験においてはこれらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある。

(1) 検出の確認

純度試験において、対象とする不純物等のピークがその規格限度値レベルの濃度で確実に検出されることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量的試験では、通常、「検出の確認」の項を設け、規格限度値レベルの溶液を注入したときのレスポンスの幅を規定して、限度値付近でレスポンスが直線性をもつことを示す。なお、限度試験のように、規格限度値と同じ濃度の標準溶液を用いて、それとの比較で試験を行う場合や、限度値レベルでの検出が「システムの再現性」などで確認できる場合には「検出の確認」の項は設けなくてもよい。

(2) システムの性能

被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量法では、原則として、被検成分と分離確認用物質（基本的には、隣接するピークが望ましい）との分離度、及び必要な場合には、溶出順で規定する。純度試験では、原則として、被検成分と分離確認用物質（基本的には、隣接するピークが望ましい）との分離度及び溶出順で規定する。また、必要な場合には、シンメトリー係数を併せて規定する。ただし、適当な分離確認用物質がない場合には、被検成分の理論段数やシンメトリー係数で規定しても差し支えない。

(3) システムの再現性

標準溶液あるいはシステム適合性試験用溶液を繰り返し注入したときの被検成分のレスポンスのばらつきの程度（精度）が試験の目的にかなうレベルにあることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

システムの再現性の許容限度値は、通常、繰り返し注入における被検成分のレスポンスの相対標準偏差（RSD）として規定する。試料溶液の注入を始める前に標準溶液の注入を繰り返す形だけでなく、標準溶液の注入を試料溶液の注入の前後に分けて行う形や試料溶液の注入の間に組み込んだ形でシステムの再現性を確認してもよい。

繰り返し注入の回数は6回を原則とするが、グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合など、1回の分析に時間がかかる場合には、6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように、達成すべきばらつきの許容限度値を厳しく規定することにより、繰り返し注入の回数を減らしてもよい。

システムの再現性の許容限度値は、当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要なとされる精度を考慮して、適切なレベルに設定する。

一般試験法の部 2.03 薄層クロマトグラフィーの条の次に次の一条を加える。

2.04 たん白質のアミノ酸分析法

たん白質のアミノ酸分析法は、たん白質、ペプチド、その他の医薬品のアミノ酸組成やアミノ酸含量を測定する方法である。本法は、たん白質及びペプチドの定量、同定、構造解析、ペプチドマップ法におけるペプチド断片の評価、並びにたん白質及びペプチド中の異常アミノ酸の検出などに利用できる。たん白質及びペプチドは、アミノ酸分析を行う前に各構成アミノ酸に加水分解する必要があるが、加水分解の後に行うアミノ酸分析操作は遊離アミノ酸の分析方法と同じである。試料中の各構成アミノ酸は一般に誘導体化して分析する。

1. たん白質及びペプチドの加水分解

たん白質及びペプチド試料を加水分解する最も一般的な方法は、試料をそのままフェノール添加 6 mol/L 塩酸で 110°C、24 時間処理する方法（方法 1）である。この加水分解法では化学変化するアミノ酸があり、定量的に回収されないため、分析結果の解析に留意が必要である。すなわち、トリプトファンは破壊され、セリンとトレオニンの一部破壊され、メチオニンは酸化され、システインは一般にシスチンとして回収される（ただし、シスチンの一部は破壊されたり、システインに還元されるため、通常その回収率は低い）。また、イソロイシンやバリンを含むペプチド結合は一部しか切断されず、アスパラギンとグルタミンは脱アミド化されてそれぞれアスパラギン酸とグルタミン酸となる。

これらの問題に対処するために、方法 2～11 の加水分解法を適宜用いることもある。方法 4～11 では、システイン、メチオニン、アスパラギン、グルタミンは他のアミノ酸に変換される。したがって、方法 1 以外の方法を採用するに当たっては、その方法の利点と問題点をよく比較検討しておく必要がある。

(i) 方法 1：フェノール添加塩酸加水分解（液相、気相）

トリプトファンの酸化防止

(ii) 方法 2：メルカプトエタンスルホン酸加水分解（気

相)

(iii) 方法 3: チオグリコール酸添加塩酸加水分解 (気相)

システイン/シスチン及びメチオニンの酸化

(iv) 方法 4: 過ギ酸酸化後, 方法 1 又は方法 2 による加水分解

システイン/シスチンの酸化

(v) 方法 5: アジ化ナトリウム添加塩酸加水分解 (液相)

(vi) 方法 6: ジメチルスルホキシド添加塩酸加水分解 (気相)

システイン/シスチンの還元及びアルキル化

(vii) 方法 7: 気相ピリジリエチル化後に塩酸加水分解

(viii) 方法 8: 液相ピリジリエチル化後に塩酸加水分解

(ix) 方法 9: 液相カルボキシメチル化後に塩酸加水分解
システイン/シスチンの混合ジスルフィド化

(x) 方法 10: ジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸との反応後に塩酸加水分解

アスパラギン及びグルタミンの誘導体化

(xi) 方法 11: ビス (1,1-トリフルオロアセトキシ) ヨードベンゼンとの反応後に塩酸加水分解

一部が破壊されるアミノ酸やペプチド結合の開裂が遅いアミノ酸については, 経時的な濃度変化を測定することでより正確な分析値が得られる。経時的濃度変化測定に代わる方法として, 標準アミノ酸を試料と同一条件で加水分解する方法があり, 破壊されるアミノ酸の量を測定することができる。

マイクロ波による酸加水分解は, 迅速ではあるが特別な機器と注意が必要である。プロテアーゼ数種を用いた完全たん白質消化は, 処理が複雑で, 厳密な調節が必要であり, 一般にはたん白質よりもペプチドに適用される。

2. アミノ酸分析方法

アミノ酸の分析方法には, イオン交換クロマトグラフィーで遊離アミノ酸を分離した後に以下に示す方法 1 ~ 2 で誘導体化して検出するポストカラム法, 及び遊離アミノ酸を方法 2 ~ 7 で誘導体化した後に逆相液体クロマトグラフィーで分離するプレカラム法などがある。

(i) 方法 1: ニンヒドリン

(ii) 方法 2: *o*-フタルアルデヒド (OPA)

(iii) 方法 3: フェニルイソチオシアネート (PITC)

(iv) 方法 4: 6-アミノキノリル-*N*-ヒドロキシスクシンイミジルカルバメート (AQC)

(v) 方法 5: (ジメチルアミノ) アゾベンゼンスルホニルクロリド (DABS-Cl)

(vi) 方法 6: 9-フルオレニルメチルクロロギ酸 (FMOC-Cl)

(vii) 方法 7: 7-フルオロ-4-ニトロベンゾ-2-オキサ-1,3-ジアゾール (NBD-F)

これらの方法の中で, ポストカラムニンヒドリン誘導体化法は最も一般的な方法である。どの方法を選ぶかは試験に要求される感度等に依存する。これらの方法に用いる全自動化された装置及び試薬類は市販されている。他にも試液の調製法, 反応の操作法, クロマトグラフィーのシステムなどが異なる多くの変法がある。また, 個々のパラメータは実際に使用する装置や操作に依存する。

一般試験法の部 3.01 かさ密度及びタップ密度測定法の条を次のように改める。

3.01 かさ密度及びタップ密度測定法

本試験法は, 三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお, 三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

◆かさ密度及びタップ密度測定法は, それぞれ粉末状医薬品の疎充てん時及びタップ充てん時におけるみかけの密度を測定する方法である。疎充てんとは, 容器中に粉体を圧密せずにゆるやかに充てんすることであり, タップ充てんとは, 粉体を充てんした容器を一定高さより一定速度で繰り返し落下させ, 容器中の粉体のかさ体積がほぼ一定となるまで密に充てんすることである。◆

かさ密度

粉体のかさ密度は, タップしない (ゆるみ) 状態での粉体試料の質量と粒子間空隙容積の因子を含んだ粉体の体積との比である。したがって, かさ密度は粉体の粒子密度と粉体層内の粒子の空間的配列に依存する。かさ密度は, 国際単位系では kg/m^3 ($1 \text{ g/mL} = 1000 \text{ kg/m}^3$) であるが, メスシリンダーを用いて測定するので g/mL で表される。なお, これは g/cm^3 で表してもよい。

粉体のかさ特性は, 試料の調製法, 処理法や保存法, すなわち, 粉体がどのように取り扱われたかに依存する。粒子は, 一連のかさ密度を持つように充てんすることができ, また, 粉体層をごくわずか乱すだけでもかさ密度は変化する。このように, 粉体のかさ密度を再現性よく測定するのは極めて難しいので, 結果を記録する際には, どのようにして測定したかを明記しておくことが重要である。

粉体のかさ密度は, ふるいを通してメスシリンダーに入れた既知質量の粉体試料の体積を測定する (第 1 法) か, 又はボリュメーターを通して容器内に入れた既知体積の粉体試料の質量を測定する (第 2 法) か, 若しくは測定用容器 (第 3 法) を用いることによって求める。これらの中で第 1 法及び第 3 法を用いるのが望ましい。

第 1 法 (メスシリンダーを用いる方法)

操作法

保存中に形成するかも知れない凝集体を解砕するために, 必要ならば, 試験を行うのに十分な量の粉体を 1.0 mm 以上の目開きを持つふるいを通す。この操作は試料の性質を変化させないように静かに行わねばならない。0.1 % の精度で秤量した約 100 g の試料 (m) を圧密せずに乾いた 250 mL メスシリンダー (最小目盛単位: 2 mL) に静かに入れる。必要ならば, 粉体層の上面を圧密せずに注意深くならし, ゆるみかさ体積 (V_0) を最小目盛単位まで読み取る。 m/V_0 によってかさ密度 (g/mL) を計算する。この特性値を測定するためには, 一般に繰り返し測定することが望ましい。

粉体の密度が小さすぎるか又は大きすぎる, すなわち, 試料のゆるみかさ体積が 250 mL 以上であるか又は 150 mL 以下の場合には, 試料量として 100 g を用いることはできない。したがって, このような場合には, 試料のゆるみかさ体積が 150 mL から 250 mL (メスシリンダーの全容積中に占めるか

かさ体積が 60 % 以上) となるような、別の試料量を選択しなければならない。この場合、試料の質量の結果の項目中に記載しておく。

50 mL から 100 mL のかさ体積を持つ試料については、最小目盛単位が 1 mL の 100 mL メスシリンダーを用いることができる。この場合、メスシリンダーの容積を結果の項目中に記載しておく。

第2法 (ポリュメーターを用いる方法)

装置

装置¹⁾ (図 3.01-1) は目開き 1.0 mm のふるいを取り付けた上部漏斗から構成される。この漏斗は、粉体が通過する時に、その上を滑落したり跳ね上がったりする 4 枚のガラス製邪魔板が取り付けられたパッフル・ボックスの上部に固定されている。パッフル・ボックスの底部には、ボックスの直下に置かれた、粉体を集めてカップに注入できるような漏斗がある。このカップは円筒形 (容積 25.00 ± 0.05 mL, 内径 30.00 ± 2.00 mm) 又は正方形 (容積 16.39 ± 2.00 mL, 一辺の長さ 25.4 ± 0.076 mm) である。

操作法

正方形カップの場合には最少量 25 cm^3 、円筒形カップの場合には最少量 35 cm^3 の粉体を用い、装置を通して試料の受器となるカップ内に過剰の粉体を溢れるまで流下させる。カップの上面に垂直に立てて接触させたヘラの刃を滑らかに動かし、圧密やカップからの粉体の溢流を防ぐためにヘラを垂直にしたままで、カップの上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす。カップの側面からも試料をすべて除去し、粉体の質量 (m) を 0.1 % まで測定する。式 m/V_0 (V_0 はカップの容積) によってかさ密度 (g/mL) を計算する。3 つの異なった試料を用いて 3 回の測定値の平均値を記録する。

第3法 (容器を用いる方法)

装置

装置は図 3.01-2 に示すようなステンレス製の 100 mL 円筒形容器から構成される。

操作法

保存中に形成された凝集体を解砕し、得られた試料を測定用容器に溢れるまで自由に流入させるために、必要ならば、試験を行うのに十分な量の試料を 1.0 mm のふるいを通して調製する。第 2 法と同様に容器の上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす。あらかじめ測定しておいた空の測定用容器の質量を差し引くことによって、粉体の質量 (m_0) を 0.1 % まで測定する。式 $m_0/100$ によってかさ密度 (g/mL) を計算し、3 つの異なった試料を用いて 3 回の測定値の平均値を記録する。

タップ密度

タップ密度は、粉体試料を入れた容器を機械的にタップした後には得られる、増大したかさ密度である。

タップ密度は粉体試料を入れた測定用メスシリンダー又は容器を機械的にタップすることにより得られる。粉体の初期体積又は質量を測定した後、測定用メスシリンダー又は容器を機械的にタップし、体積又は質量変化がほとんど認められなくなるまで体積又は質量を読み取る。機械的タッピングは、メスシリンダー又は容器を持ち上げ、自重下で以下に述べる 3 つの方法のいずれかによって所定の距離を流下させることにより行われる。タッピング中に生じる塊の分離をできるだけ最小限にするために、タッピング中にメスシリンダー又は容器を回転させ

ることができるような装置がよい。

第1法

装置

装置 (図 3.01-3) は、次の部品から構成される。

– 質量 220 ± 44 g の 250 mL メスシリンダー (最小目盛単位: 2 mL)

– 3 ± 0.2 mm の高さから公称 250 ± 15 回/分、又は 14 ± 2 mm の高さから公称 300 ± 15 回/分のタップ速度を与えることができる落下装置。メスシリンダー用の 450 ± 10 g の質量を持つ支持台。

操作法

かさ体積 (V_0) の測定について先に述べたようにして行う。メスシリンダーを支持台に装着する。同じ粉体試料について 10 回、500 回及び 1250 回タップし、対応するかさ体積 V_{10} 、 V_{500} 及び V_{1250} を最小目盛単位まで読み取る。 V_{500} と V_{1250} の差が 2 mL 未満であれば、 V_{1250} をタップ体積とする。 V_{500} と V_{1250} の差が 2 mL を超える場合には、連続した測定値間の差が 2 mL 未満となるまで 1250 回ずつタップを繰り返す。なお、バリデートされていれば、粉体によってはタップ回数はより少なくてもよい。式 m/V_f (V_f は最終タップ体積) を用いてタップ密度 (g/mL) を計算する。この特性値を測定するためには、一般に測定は繰り返し行うことが望ましい。結果と共に、落下高さも記載しておく。

100 g の試料を用いることができない場合には、試料量を減じ、 240 ± 12 g の質量を持つ支持台の上に固定された 130 ± 16 g の適切な 100 mL メスシリンダー (最少目盛単位 1 mL) を用いる。試験条件の変更については、結果の項目中に記載しておく。

第2法

操作法

250 回/分の公称速度で 3 ± 0.2 mm の固定した落下高さから得られるタップ密度測定器を用いるほかは、第 1 法で指示されたように行う。

第3法

操作法

図 3.01-2 に示した補助円筒を装着した測定用容器を用いて、かさ密度の測定法に従って行う。適切なタップ密度試験器を用いて補助円筒付きの測定用容器を 50 ~ 60 回/分でタップする。200 回タップして補助円筒を取り外し、かさ密度測定における第 3 法で示した測定用容器の上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす。タップ操作を更に 400 回繰り返す。200 回及び 400 回タップ後に得られた 2 つの質量の差が 2 % を超えた場合には、2 つの連続した測定値間の差が 2 % 未満となるまで更に 200 回ずつタップして、試験を行う。式 $m_i/100$ (m_i は測定用容器中の粉体質量) を用いてタップ密度 (g/mL) を計算し、3 つの異なった試料を用いて 3 回の測定値の平均値を記録する。

粉体の圧縮性の尺度

粉体のかさ特性に影響する粒子間相互作用は、粉体の流動を妨げる相互作用でもあるので、かさ密度とタップ密度を比較することは、ある特定の粉体におけるこれらの相互作用の相対的重要性を示す一つの尺度となり得る。このような比較は、例えば、圧縮性指数又は Hausner 比のように、粉体の流れやすさの指標としてしばしば用いられる。

圧縮性指数と Hausner 比は、先に述べたように粉体の圧縮傾向の尺度となる。これらはそれ自体、粉体層の沈下能の尺度であり、これによって粒子間相互作用の相対的重要性を評価することができる。自由流動性のある粉体については、このような相互作用はあまり重要ではなく、かさ密度とタップ密度の値は比較的近接している。流動性の乏しい粉体では粒子間相互作用はしばしば大きくなり、かさ密度とタップ密度の間にはより大きな差違が認められる。これらの差違は圧縮性指数と Hausner 比に反映する。

圧縮性指数：次式によって計算する。

$$100 (V_0 - V_f) / V_0$$

V_0 ：みかけゆるみ体積

V_f ：最終タップ体積

Hausner 比：次式によって計算する。

$$V_0 / V_f$$

試料によっては、圧縮性指数は V_0 の代わりに V_{10} を用いて測定することができる。

¹⁾ 装置 (Scott Volumeter) は、ASTM 32990 に準拠している。

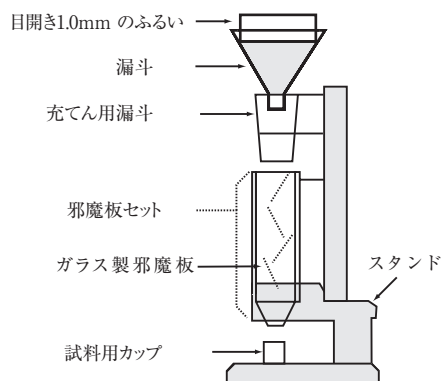


図 3.01-1 ポリュメーター

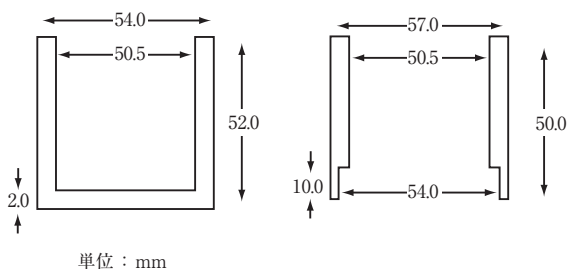


図 3.01-2 測定用容器 (左) と補助円筒 (右)

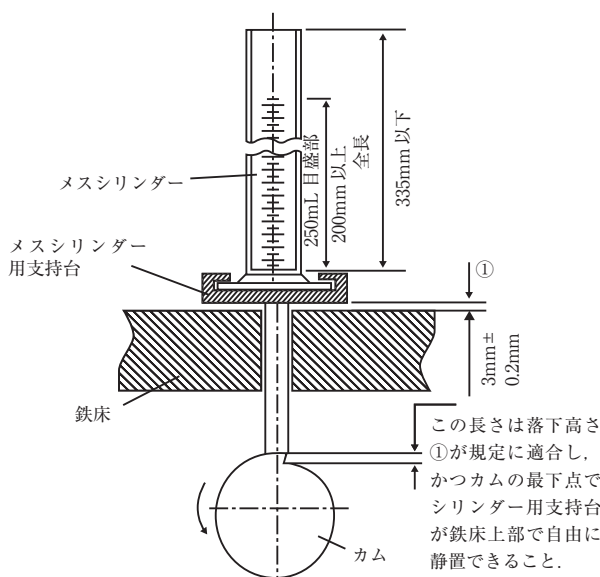


図 3.01-3 タッピング装置

一般試験法の部 3.02 比表面積測定法の条を次のように改める。

3.02 比表面積測定法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

◆比表面積測定法は、気体吸着法により粉末医薬品の比表面積 (単位質量当たりの粉体の全表面積) を算出する方法である。◆試料の比表面積は、固体表面での気体の物理吸着により測定され、表面上の単分子層に相当する吸着気体の量を求めることにより算出される。物理吸着は、吸着気体分子と粉末試料表面の間の比較的弱い力 (van der Waals 力) に起因している。通例、測定は液体窒素の沸点で行われ、吸着した気体量は、動的流動法又は容量法により測定される。

1.1 多点法

粉末試料に気体を物理吸着させたとき、吸着した気体量 V_t と吸着平衡にある吸着気体の圧力 P との間には、相対圧 (P/P_0) の値が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で、次式の関係 (Brunauer, Emmett, Teller (BET) の吸着等温式) がある。

$$\frac{1}{V_a \left[\frac{P_0}{P} - 1 \right]} = \frac{(C-1)}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m C} \quad (1)$$

P : -195.8°C (液体窒素の沸点) で試料表面と平衡状態にある吸着気体の分圧 (Pa)

P_0 : 吸着気体の蒸気圧 (Pa)

V_a : 標準状態 (0°C , 1.013×10^5 Pa) における吸着気体の体積 (mL)

V_m : 試料表面でみかけの単分子層を形成する標準状態における吸着気体の体積 (mL)

C : 試料表面における吸着気体の吸着エンタルピーに関係する定数

多点法では、 V_a は 3 つ以上の P/P_0 において測定される。このとき、 $1/[V_a \{(P_0/P) - 1\}]$ を、式 (1) に従って P/P_0 に対してプロットすると、通例、相対圧が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で直線となる。直線回帰の相関係数 r が 0.9975 以上、すなわち、 r^2 が 0.995 以上であることが必要である。直線プロットから、 $(C-1)/(V_m C)$ である傾きと、 $1/(V_m C)$ である切片を直線回帰分析から求める。これらの値から、 $V_m = 1/(\text{傾き} + \text{切片})$ 、 $C = (\text{傾き}/\text{切片}) + 1$ が計算される。得られた V_m の値から、比表面積 S (m^2/g) が次式によって計算される。

$$S = (V_m N_a) / (m \times 22400) \quad (2)$$

N : アボガドロ数 $6.022 \times 10^{23}/\text{mol}$

a : 吸着気体分子 1 個の有効断面積 (m^2) (N_2 : 0.162×10^{-18} , Kr : 0.195×10^{-18})

m : 粉末試料の質量 (g)

22400 : 標準状態における吸着気体 1 mol の体積 (mL)

少なくとも 3 つの測定点を必要とする。0.3 付近の P/P_0 値で非直線性が認められる場合は、追加の測定を行う。 P/P_0 値が 0.05 以下では非直線性が認められることがあるので、この範囲での測定は推奨されない。直線性の検証、データ処理、試料の比表面積の算出は上記のように行う。

1.2 一点法

動的流動法 (第 1 法) 又は容量法 (第 2 法) による比表面積の測定については、通例、少なくとも 3 つの異なる P/P_0 における V_a の測定が必要である。しかし、ある条件下では 0.300 付近の P/P_0 (窒素では 0.300, クリプトンでは 0.001038 モル分率に相当する。) で測定された V_a の値から次式を用いて V_m を求め、比表面積を計算することができる。

$$V_m = V_a \{1 - (P/P_0)\} \quad (3)$$

一点法は、物質に関係する定数 C が 1 よりはるかに大きい物質の粉末試料について用いることができる。一点法が有効な条件については、一連の粉体試料について一点法で測定された比表面積の値を多点法で測定された値と比較することによって確認することができる。一点法により求めた比表面積と多点法により求めた値が近似していれば、 $1/C$ がほぼ 0 であることを示している。 C の値が極めて大きい試験物質の一連の類似の試料に対して、一点法は間接的に用いることができる。このような場合、一点法による誤差を減少させることは、定数

C をいずれかの試料の多点法の BET プロットから、 $C = 1 + (\text{傾き}/\text{切片})$ として求めることにより可能となる。このとき、次式によって P/P_0 において測定された V_a の値から V_m が計算される。

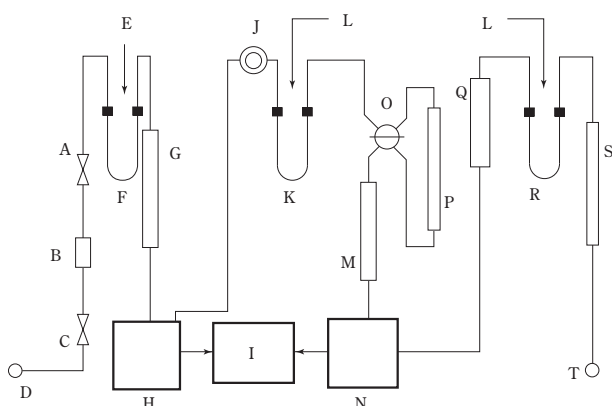
$$V_m = V_a \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right) \left[\frac{1}{C} + \frac{C-1}{C} \times \left(\frac{P}{P_0} \right) \right] \quad (4)$$

2. 試料の調製

比表面積を測定する前に、保存又は取扱い中に粉体試料の表面に物理的に吸着した気体を除去しておく必要がある。脱気操作が不十分な場合には、試料表面の一部に吸着している気体の影響により比表面積が低下又は変動することがある。物質の表面は反応性を持つので、粉末医薬品の比表面積測定について必要な精度と正確さを得るためには、脱気条件の設定は重要である。脱気条件の設定に当たっては、BET プロットに再現性があること、試料の質量が一定であること、及び試料の物理的又は化学的変化がないことを保証しなければならない。温度、圧力及び時間によって決められる脱気条件は、粉末試料の元の表面ができるだけ再現されるように選択しなければならない。脱気は、真空とするか、非反応性の乾燥した気体の流れの中に試料をさらすか、又は脱着-吸着繰り返し法を用いる。いずれの場合においても、不純物が試料から脱離する速度を増加させるために、加熱することがある。粉末試料を加熱する場合には、表面の性質や試料状態への影響を避けるような注意が必要であり、比表面積測定の再現性を保証するために、できるだけ低い温度と短い脱気時間を用いる。加熱に敏感な試料の場合には、脱着-吸着繰り返し法のような他の脱気法を用いることができる。物理吸着の標準的な方法は、液体窒素の沸点における窒素の吸着である。比表面積の小さい試料 ($<0.2 \text{ m}^2/\text{g}$) では低い蒸気圧を持つクリプトンの吸着を利用する。用いるすべての気体は水分を含んではならない。吸着気体が窒素の場合には試料の全表面積が少なくとも 1 m^2 、またクリプトンの場合には少なくとも 0.5 m^2 となるように、粉末試料の質量を正確に量る。適切なバリデーションにより、少ない試料量も使用できる。一定の圧力下で吸着する気体量は、温度が低下するにつれて増加する傾向にあるので、吸着測定は、通常、低温で行われる。測定は、液体窒素の沸点である -195.8°C で行われる。気体吸着は、次に記載する方法のいずれかにより測定する。

3.1 第 1 法：動的流動法

動的流動法 (図 3.02-1) では、吸着気体として乾燥した窒素又はクリプトンを使用する。ヘリウムは吸着されないので希釈用気体として用いる。 P/P_0 が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で吸着気体とヘリウムの混合比を変えた、少なくとも 3 種類の混合気体を調製する。所定の温度及び圧力条件下で気体濃度検出器は通過する気体の体積にほぼ比例する信号を出力し、通例、検出器として電子式積分計を内蔵した熱伝導度検出器が用いられる。 P/P_0 が 0.05 ~ 0.30 の範囲内で、少なくとも 3 つのデータを測定しなければならない。



- | | |
|-------------|------------|
| A: 流量制御バルブ | K: 試験用セル |
| B: 微分流量制御計 | L: すり合せ連結管 |
| C: 開閉バルブ | M: 短流路安定管 |
| D: 気体流入口 | N: 検出器 |
| E: O リングシール | O: 流路選択バルブ |
| F: 冷却トラップ | P: 長流路安定管 |
| G: 熱平衡管 | Q: 流量計 |
| H: 検出器 | R: 脱気用部位 |
| I: デジタル画面 | S: 拡散調節装置 |
| J: 校正用隔膜 | T: 排気口 |

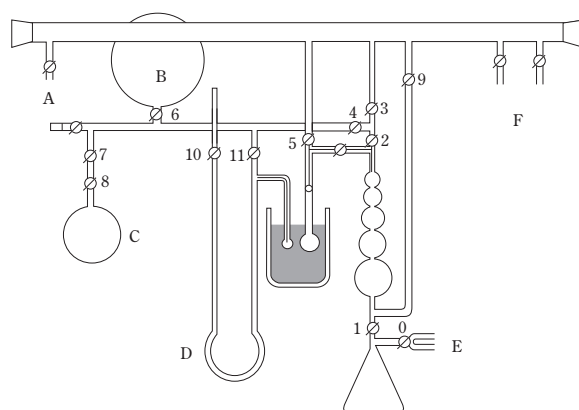
図 3.02-1 動的流動法装置の概略図

窒素及びヘリウムの混合気体は検出器を通過した後、試験用セルへ導かれ、再び検出器を通過させる。試験用セルを液体窒素中に浸すと、試料は移動相から窒素を吸着し、熱伝導率検出器を通じて記録計上にパルスとして記録される。次いで、試験用セルを冷却剤から除去する。これによって吸着ピークの反対側にこれと等しい面積を持つ脱着ピークが発生する。この脱着ピークは吸着ピークより明確であるので、測定のために用いられる。校正には、脱着ピークと同様の大きさのピークを与える量の気体を注入し、単位ピーク面積と気体体積との比例関係を求める。一点法では窒素/ヘリウムの混合物を用い、多点法ではいくつかの同様な混合物を用いるか、又は 2 種類の気体の混合により行う。計算は、基本的には容量法と同じである。

3.2 第2法：容量法

容量法（図 3.02-2）で汎用される吸着気体は窒素であり、これをあらかじめ脱気した粉末試料上の空間に一定の平衡圧 P になるように導入する。ヘリウムは、死容積を測定する目的で用いられる。

本法では混合ガスではなく、純粋な吸着ガスのみを用いるので、熱拡散の干渉効果は避けられる。



- | | |
|----------|-----------------|
| A: 真空計 | D: 圧力計 |
| B: 窒素溜 | E: 真空/大気 |
| C: ヘリウム溜 | F: 冷却トラップ/真空ポンプ |

図 3.02-2 容量法装置の概略図

試料表面の汚染を防ぐため、試料管内に乾燥した少量の窒素を入れ、試料管を外し、ストッパーを挿入する。その質量を量り、試料の質量を求める。試料管を測定装置に取り付け、試料管内を注意深く所定の圧力（2 ~ 10 Pa）まで減圧する。いくつかの装置では所定の圧力変化速度（例えば、13 Pa/30 s 以下）で減圧し、次のステップを開始するまで所定時間これを維持するようになっている。必要な場合は試料管内の死容積の測定を非吸着性気体であるヘリウムを用いて行う。死容積の測定は差分測定、すなわち、差圧トランスデューサーに接続した対照管と試料管を用いる方法によっても行うことができる。-195.8 °C の液体窒素を入れたデュアール瓶を試料管上の所定の位置まで上げ、必要な P/P_0 となるように十分な量の窒素を導入し、吸着した気体の体積 V_0 を測定する。多点法では連続的に高い P/P_0 で V_0 の測定を繰り返し行う。吸着気体として窒素を用いるときは、0.10, 0.20, 0.30 の P/P_0 が適切である。

4. 標準物質

試験すべき試料と近似した比表面積値を持つ比表面積測定用 α -アルミナ等を用いて、装置の稼働を定期的に確かめる。

一般試験法の部 3.03 粉体の粒子密度測定法の条を次のように改める。

3.03 粉体の粒子密度測定法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

粉体の粒子密度測定法は、◆粉末状医薬品又は医薬品原料の粒子密度を測定する方法であり、◆通例、気体置換型ピクノメーターを用いて測定する。この方法は、粉体により置換される気体の体積が、質量既知のその粉体の体積に等しいとみなすことにより求められる。ピクノメーター法による密度測定においては、気体の浸入が可能な開孔部のある空隙は、粉体の体積とし

ないが、閉じた空隙又は気体が浸入できないような空隙は、粉体の体積として評価される。試験用気体としては、通例、開孔部のある微小な空隙への拡散性が高いヘリウムが用いられる。ヘリウム以外の気体が用いられる場合、粉体中への気体の浸入性は、開孔径と気体の分子断面積に依存することから、ヘリウムを用いて得られた密度とは異なる粒子密度が得られることになる。

ピクノメーター法により測定される密度は、個々の粉体粒子の密度の体積加重平均密度である。通例、粒子密度と呼ばれ、固体の真密度 (true density) 又は粉体のかさ密度 (bulk density) と区別される。

固体の密度は、国際単位では単位体積当たりの質量 ($1 \text{ g/cm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$) で表されるが、通例、 g/cm^3 で表す。

1. 装置

ピクノメーター法による粒子密度測定装置の模式図を図 3.03-1 に示す。装置は、試料が入れられる試験用セル、対照セル及び圧力計 M から構成される。容積 V_c の試験用セルは、バルブ A を通して容積 V_r の対照セルに接続する。

通例、測定用気体としてヘリウムが用いられるが、圧力計を介して所定の圧力 (P) まで試験用セルを加圧できるシステムを備えておく必要がある。

装置の校正 試験用セル及び対照セルの容積 V_c 、 V_r は、小数第 3 位 (0.001 cm^3) まで正確に求められている必要があり、体積測定に求められる正確さを保証するために、通例、体積既知の粒子密度測定用校正球を用いて、装置の校正を次のように行う。

最初に空の試験用セルについて、次に粒子密度測定用校正球が置かれた試験用セルについて、操作法に基づく最終圧力 P_f の測定を行い、試験用セルの容積 V_c 及び対照セルの容積 V_r を操作法の項に示した式より求める。なお、最初の操作においては、試料体積 $V_s = 0$ とみなして計算することができる。

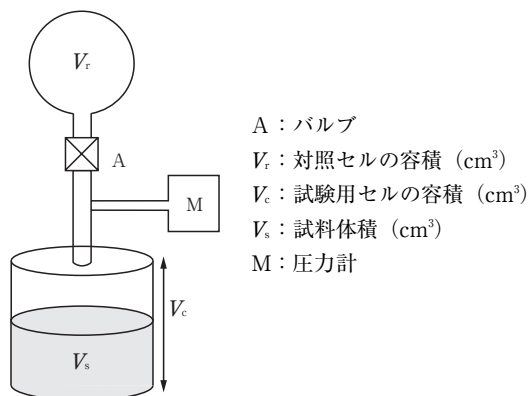


図 3.03-1 気体置換型ピクノメーター (粒子密度測定装置) の模式図

2. 操作法

気体置換型ピクノメーター法による粒子密度の測定は、 $15 \sim 30^\circ\text{C}$ の温度範囲において行うこととし、測定中、 2°C 以上の温度変化があってはならない。

測定に先立って、粉体試料中にある揮発性混在物はヘリウムガスを流すことで除去する。揮発性混在物の除去は、時には、減圧下で行う。また、揮発性物質は測定中に発生することもあり得ることから、試料の最終的な質量測定は、試料体積の測定

後に行う。

最初に試験用セルの質量を量り、記録しておく。医薬品各条中で規定された量の試料を量り、試験用セルに入れた後、セルを密閉する。

試験用セルと対照セルを接続しているバルブ A を開き、系の圧力が一定であることを圧力計 M により確認した後、対照圧力 P_i を読み取る。次に、2 つのセルを接続するバルブを閉じた後、測定用気体を試験用セルに導入して加圧状態とし、圧力計の指示が一定であることを確認した後、初期圧力 P_i を読み取る。次に、バルブを開いて対照セルを試験用セルと接続し、圧力計の指示が一定であることを確認した後、最終圧力 P_f を読み取り、次式により試料体積 V_s を求める。

$$V_s = V_c - \frac{V_r}{\frac{P_i - P_f}{P_i - P_r} - 1}$$

V_r : 対照セルの容積 (cm^3)

V_c : 試験用セルの容積 (cm^3)

V_s : 試料体積 (cm^3)

P_i : 初期圧力 (kPa)

P_f : 最終圧力 (kPa)

P_r : 対照圧力 (kPa)

同一試料について上記の測定を繰り返し、連続して測定した試料体積が 0.2% 以内で互いに一致することを確認し、その平均値を試料体積 V_s とする。最後に、試験用セルを外して秤量し、空のセル質量との差より、最終試料質量 m を求め、次式により粉体の粒子密度 ρ を計算する。

$$\rho = m / V_s$$

ρ : 粉体の粒子密度 (g/cm^3)

m : 最終試料質量 (g)

V_s : 試料体積 (cm^3)

なお、ピクノメーターの操作法又は構成が図 3.03-1 に示したものと異なる場合、各ピクノメーターの製造者の指示に従うものとする。また、試料の状態について、前処理なしにそのまま測定に供したか、あるいは乾燥減量で規定されるような特別な条件で乾燥処理したものか等、測定結果とともに記録しておく。

一般試験法の部 3.04 粒度測定法の条第 2 法 ふるい分け法の項を次のように改める。

3.04 粒度測定法

第 2 法 ふるい分け法

◆ふるい分け法は、ふるいを用いて粉末状医薬品の粒子径分布を測定する方法であり、本質的には 2 次元の大きさを評価する測定法である。本法により測定された粒子の大きさは、粒子が通過する最小のふるいの目開き寸法で表される。◆

本法は、粒子径分布による粉体や顆粒を対象とした分級法の一つである。織布ふるいを用いるときは、ふるい分けは基本的には粒子をそれらの中間的な粒子径寸法 (例えば、幅) によって分級する。機械的ふるい分け法は、粒子の大多数が約 75

μm より大きい場合に最も適している。比較的小さい粒子については軽量であるので、ふるい分け中に粒子が互いに付着したり、ふるいに付着する結果、ふるいを通過するはずの粒子が残留することになり、付着力や凝集力のような粒子間力に打ち勝つには不十分である。このような物質に対しては、エアー・ジェット法又はソニック・シフター法のような振とう法がより適している。ふるい分け法は、測定法の妥当性が確認できれば、 $75\ \mu\text{m}$ より小さい中位径を持つ粉体や顆粒についても用いることができる。ふるい分け法は、通常、比較的大きな粉体や顆粒を分級するための方法である。本法は、粉体や顆粒が粒子径のみに基づいて分級される場合には特に適切な方法であり、ほとんどの場合、乾燥状態で行う。

本法の問題点は、かなりの試料量（粉体や顆粒の密度及び試験用ふるいの直径にもよるが、通常は少なくとも $25\ \text{g}$ 以上）を必要とすること、及びふるいの目詰まりを起こす傾向のある油状又はその他の付着性粉体や顆粒の場合には、ふるい分けが難しいことである。ふるい開口部からの粒子の通過は、しばしば長さより最大幅又は厚みに依存するので、本法は基本的には粒子径を 2 次元的に評価することになる。

本法は、試料の全体的な粒子径分布を評価することを目的としている。したがって、特定の 1 個あるいは 2 個のふるいを通過する割合又は残留する割合を測定するものではない。

各条中に別に規定するもののほか、乾式ふるい分け法で述べられているような粒子径分布を評価する。ふるい分け終点に達しにくい場合（例えば、試料がふるいを容易に通過しない場合）、又はより細かい最小ふるい分け範囲（ $<75\ \mu\text{m}$ ）を用いる必要がある場合には、他の粒子径測定法の利用を十分に考慮しておかねばならない。

ふるい分けは、試料が吸湿又は脱湿しないような条件下で行わねばならない。ふるい分けを行う際の環境の相対湿度は、試料の吸湿又は脱湿を防止するために調節しておかねばならない。逆にこのような現象が起こらない場合には、ふるい分け法は、通常、環境湿度下で行う。特殊な試料に適用する特別な条件については、各条中にすべて詳細に記載しておく。

ふるい分け法の原理 試験用ふるいは平織による金属線の網目から構成されており、その網目開口部はほぼ正方形であると仮定され、底のない円筒形容器の底部に固定されている。基本的な測定法は、1 個のふるいの上より粗い網目のふるいを順次積み重ね、最上段のふるいの上に試験粉体を置く。

一群のふるいを所定時間振動させ、各ふるい上に残留する試料質量を正確に量る。試験結果は、各々のふるい径範囲内の粉体の質量基準百分率（%）として与えられる。単一の医薬品粉体の粒子径分布を評価するためのふるい分け法は、一般には粒子の少なくとも 80% が $75\ \mu\text{m}$ より大きい場合に利用される。ふるい分け法によって粒子径分布を測定する際の粒子径パラメータは、粒子が通過する最も細かいふるいの目開きである。試験用ふるい

本試験に用いるふるいは、各条中で別に規定するもののほか、表 3.04-1 に示すものを用いる。

ふるいは、試料中の全粒子径範囲をカバーできるように選択する。ふるい目開き面積の $\sqrt{2}$ 級数を持つ一群のふるいを用いるのがよい。これらのふるいは、最も粗いふるいを最上段に、最も細かいふるいを最下段にして組み立てる。試験用ふるいの目開きの表示には、 μm 又は mm を用いる [注：メッシュ番

号は表中で換算する場合のみに用いる]。試験用ふるいはステンレス網製であるが、真鍮製又は他の適切な不活性の網であってもよい。

試験用ふるいの校正は ISO 3310-1²⁾ に準じて行う。ふるいは使用前に著しい歪みや破断がないか、また、特に網面と枠の接合部についても注意深く検査しておく。網目の平均目開きや目開きの変動を評価する場合には、目視で検査してもよい。また、 $212\sim 850\ \mu\text{m}$ の範囲内にある試験用ふるいの有効目開きを評価する際には、標準ガラス球を代用してもよい。各条中で別に規定するもののほか、ふるいの校正は調整された室温と環境相対湿度下で行う。

ふるいの洗浄：理想的には、試験用ふるいはエアー・ジェット又は液流中でのみ洗浄すべきである。もし、試料が網目に詰まったら、最終手段として注意深く緩やかなブラッシングを行ってもよい。

測定用試料 特定の物質について各条中に試料の質量が規定されていない場合には、試料のかさ密度に応じて $25\sim 100\ \text{g}$ の試料を用い、直径 $200\ \text{mm}$ のふるいを用いる。直径 $76\ \text{mm}$ のふるいを用いる場合は、試料量は $200\ \text{mm}$ ふるいの場合の約 $1/7$ とする。正確に量った種々の質量の試料（例えば、 $25, 50, 100\ \text{g}$ ）を同一時間ふるい振とう機にかけ、試験的にふるい分けることによって、この試料に対する最適質量を決定する（注： $25\ \text{g}$ の試料と $50\ \text{g}$ の試料において同じような試験結果が得られ、 $100\ \text{g}$ の試料が最も細かいふるいを通過したときの質量百分率が $25\ \text{g}$ 及び $50\ \text{g}$ の場合に比べて低ければ、 $100\ \text{g}$ は多すぎる）。 $10\sim 25\ \text{g}$ の試料しか用いることができない場合には、同じふるいリスト（表 3.04-1）に適合した直径のより小さい試験用ふるいを代用してもよいが、この場合には終点を決定し直さねばならない。場合によっては、更に小さい質量（例えば、 $5\ \text{g}$ 未満）について測定する必要があるかも知れない。かさ密度が小さい試料、又は主として直径が極めて近似している粒子からなる試料については、ふるいの過剰な目詰まりを避けるために、 $200\ \text{mm}$ ふるいでは試料の質量は $5\ \text{g}$ 未満でなければならないこともある。特殊なふるい分け法の妥当性を確認する際には、ふるいの目詰まりの問題に注意しておく。

試料が湿度変化によって著しい吸湿又は脱湿を起こしやすい場合には、試験は適度に湿度調整された環境下で行わねばならない。同様に、帯電することが知られている試料の場合には、このような帯電が分析に影響しないことを保証するために、注意深く観察しておかねばならない。この影響を最小限にするために、軽質無水ケイ酸又は酸化アルミニウムのような帯電防止剤を 0.5% レベルで添加してもよい。上に述べたいずれの影響も除去できなければ、これに代わる粒子径測定法を選択しなければならない。

振とう法 いくつかの異なった機構に基づくふるい振とう装置が市販されており、これらのすべてがふるい分けに利用できる。しかしながら、試験中の個々の粒子に作用する力の種類や大きさが機種間で異なるため、振とう法が異なると、ふるい分けや終点の決定において異なった結果を生じる。機械的振とう法又は電磁振とう法、及び垂直方向の振動あるいは水平方向の円運動を行わせることができる方法、又は、タッピング又はタッピングと水平方向の円運動を並行させる方法などが利用できる。気流中での粒子の飛散を利用してもよい。測定結果には、

表 3.04-1 関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法

| ISO 公称ふるい番号 | | USP ふるい 番号 | 推奨される USP ふるい (microns) | EP ふるい 番号 | 日本薬局方 ふるい番号 |
|-------------------|---------------------|-------------------|-------------------------------|--------------|----------------|
| 主要寸法 R 20/3 | 補助寸法 R 20 R 40/3 | | | | |
| 11.20 mm | 11.20 mm | 11.20 mm | | 11200 | |
| | | 10.00 mm | | | |
| | | 9.50 mm | | | |
| 8.00 mm | 9.00 mm | | | | |
| | 8.00 mm | 8.00 mm | | | |
| | | 7.10 mm | | | |
| 5.60 mm | | 6.70 mm | | | |
| | 6.30 mm | | | | |
| | 5.60 mm | 5.60 mm | | 5600 | 3.5 |
| 4.00 mm | 5.00 mm | | | | 4 |
| | | 4.75 mm | | | |
| | 4.50 mm | | | | |
| 2.80 mm | 4.00 mm | 4.00 mm | 5 | 4000 | 4.7 |
| | | 3.55 mm | | | |
| | | 3.35 mm | 6 | | 5.5 |
| 2.00 mm | 3.15 mm | | | | |
| | 2.80 mm | 2.80 mm | 7 | 2800 | 6.5 |
| | | 2.50 mm | | | |
| 1.40 mm | | 2.36 mm | 8 | | 7.5 |
| | 2.24 mm | | | | |
| | 2.00 mm | 2.00 mm | 10 | 2000 | 8.6 |
| 1.00 mm | 1.80 mm | | | | |
| | | 1.70 mm | 12 | | 10 |
| | 1.60 mm | | | | |
| 710 μm | 1.40 mm | 1.40 mm | 14 | 1400 | 12 |
| | | 1.25 mm | | | |
| | | 1.18 mm | 16 | | 14 |
| 500 μm | 1.12 mm | | | | |
| | 1.00 mm | 1.00 mm | 18 | 1000 | 16 |
| | | 900 μm | | | |
| 355 μm | | 850 μm | 20 | | 18 |
| | | 800 μm | | | |
| | 710 μm | 710 μm | 25 | 710 | 22 |
| 250 μm | | 630 μm | | | |
| | | 600 μm | 30 | | 26 |
| | | 560 μm | | | |
| 250 μm | 500 μm | 500 μm | 35 | 500 | 30 |
| | | 450 μm | | | |
| | | 425 μm | 40 | | 36 |
| 250 μm | 400 μm | | | | |
| | 355 μm | 355 μm | 45 | 355 | 42 |
| | | 315 μm | | | |
| 250 μm | | 300 μm | 50 | | 50 |
| | | 280 μm | | | |
| | 250 μm | 250 μm | 60 | 250 | 60 |
| 250 μm | | 224 μm | | | |
| | | 212 μm | 70 | | 70 |

| | | | | | | |
|-------------------|-------------------|-------------------|-----|-----|-----|-----|
| | 200 μm | | | | | |
| 180 μm | 180 μm | 180 μm | 80 | 180 | 180 | 83 |
| | 160 μm | | | | | |
| | | 150 μm | 100 | | | 100 |
| | 140 μm | | | | | |
| 125 μm | 125 μm | 125 μm | 120 | 125 | 125 | 119 |
| | 112 μm | | | | | |
| | | 106 μm | 140 | | | 140 |
| | 100 μm | | | | | |
| 90 μm | 90 μm | 90 μm | 170 | 90 | 90 | 166 |
| | 80 μm | | | | | |
| | | 75 μm | 200 | | | 200 |
| | 71 μm | | | | | |
| 63 μm | 63 μm | 63 μm | 230 | 63 | 63 | 235 |
| | 56 μm | | | | | |
| | | 53 μm | 270 | | | 282 |
| | 50 μm | | | | | |
| 45 μm | 45 μm | 45 μm | 325 | 45 | 45 | 330 |
| | 40 μm | | | | | |
| | | 38 μm | | | 38 | 391 |

用いた振とう法と振とうに関するパラメータ（これらを変化させることができる場合には）を記載しておかねばならない。

終点の決定 ふるい分けは、いずれのふるいについても、ふるい上質量変化が直前の質量に対して 5 % (76 mm ふるいの場合には 10 %) 又は 0.1 g 以下となったとき、終了する。所定のふるい上の残留量が全試料質量の 5 % 未満となった場合には、終点は、そのふるい上の質量変化を直前の質量に対して 20 % 以下まで引き上げる。各条中に別に規定するもののほか、いずれかのふるい上に残留した試料量が全試料質量の 50 % を超えた場合には、ふるい分けを繰り返す。このふるいと、元の組ふるいの中でこれより粗い目開きを持つふるいとの中間にあるふるい、すなわち、一群の組ふるいから削除された ISO シリーズのふるいを追加する。

ふるい分け法

1) 機械的振とう法 乾式ふるい分け法 各ふるいの風袋質量を 0.1 g まで量る。質量を正確に量った試料を最上段のふるいの上に置き、ふたをする。組ふるいを 5 分間振とうする。試料の損失がないように組ふるいから各段のふるいを注意深くはずす。各ふるいの質量を再度量り、ふるい上の試料質量を測定する。同様に、受け皿内の試料質量も測定する。ふるいを再度組み合わせ、更に 5 分間振とうする。先に述べたように各ふるいはずし、質量を量る。これらの操作を終点規格に適合するまで繰り返す（終点の決定の項を参照）。ふるい分けを終了した後、全損失量を計算する。全損失量は元の試料質量の 5 % 以下である。

新たな試料を用いてふるい分けを繰り返すが、このときは先に用いた繰り返し回数に対応する合計時間を 1 回のふるい分け時間とする。このふるい分け時間が終点決定のための必要条件に適合していることを確認する。一つの試料についてこの終点の妥当性が確認されている場合は、粒子径分布が正常な変動範囲内にあれば、以後のふるい分けには一つの固定したふるい分け時間を用いてもよい。

いずれかのふるいの上に残留している粒子が単一粒子ではな

く凝集体であり、機械的乾式ふるい分け法を用いても良好な再現性が期待できない場合には、他の粒子径測定法を用いる。

2) 気流中飛散法 エアー・ジェット法及びソニック・シフター法 気流を用いた種々の市販装置がふるい分けに利用されている。1 回の時間で 1 個のふるいを用いるシステムをエアー・ジェット法という。本法は乾式ふるい分け法において述べたのと同じ一般的なふるい分け法を用いているが、典型的な振とう機構の代わりに標準化されたエアー・ジェットを用いている。本法で粒子径分布を得るためには、最初に最も細かいふるいから始め、個々のふるいごとに一連の分析をする必要がある。エアー・ジェット法では、しばしば通常の乾式ふるい分け法で用いられているものより細かい試験用ふるいを用いる。本法は、ふるい上残分又はふるい下残分のみを必要とする場合には、より適している。

ソニック・シフター法では組ふるいを用いる。この場合、試料は所定のパルス数 (回/分) で試料を持ち上げ、その後再びふるいの網目まで戻すように垂直方向に振動する空気カラム内に運ばれる。ソニック・シフター法を用いる場合は、試料量を 5 g まで低減する必要がある。

エアー・ジェット法とソニック・シフター法は、機械的ふるい分け法では意味のある分析結果が得られない粉体や顆粒について有用である。これらの方法は、気流中に粉体を適切に分散できるかどうかということに大きく依存している。粒子の付着傾向がより強い場合や、特に帯電傾向を持つ試料の場合には、ふるい分け範囲の下限付近 (<75 μm) で本法を用いると、良好な分散性を達成するのは困難である。上記の理由により、終点の決定は特に重大である。また、ふるい上の試料が単一粒子であり、凝集体を形成していないことを確認しておくことは極めて重要である。

結果の解析

個々のふるい上及び受け皿中に残留している試料の質量に加えて、試験記録には全試料質量、全ふるい分け時間、正確なふるい分け法及び変数パラメータに関する値を記載しておかねば

ならない。試験結果は積算質量基準分布に変換すると便利である。また、分布を積算ふるい下質量基準で表示するのが望ましい場合には、用いたふるい範囲に全試料が通過するふるいを含めておく。いずれかの試験ふるいについて、ふるい分け中にふるい上に残留している試料の凝集体の生成が確認された場合は、ふるい分け法は意味がない。

- 1) 粒子径測定、試料量及びデータ解析に関するその他の情報は、例えば、ISO 9276 において利用できる。
- 2) International Organization for Standardization (ISO) Specification ISO 3310-1: Test sieves—Technical requirements and testing

一般試験法の部 7.02 プラスチック製医薬品容器試験法の条プラスチック製水性注射剤容器の項 2. ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器 (11) の目を次のように改める。

7.02 プラスチック製医薬品容器試験法

2. ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器

(11) 塩化ビニル 容器の切片を水で洗い、ろ紙で水を十分にふきとった後、5 mm 角以下に細断し、その 1.0 g をとり、20 mL のメスフラスコに入れる。これにガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン約 10 mL を加え、冷所で時々振り混ぜて溶かした後、メタノール・ドライアイス浴で冷却しながら、あらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフランを加えて 20 mL とし、試料溶液とする。

試料溶液及び塩化ビニル標準液 10 μ L につき、次の操作条件 1 及び 2 でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、少なくともいずれかの条件において、試料溶液の塩化ビニルのピーク高さは、標準液のピーク高さより大きくない。

操作条件 1

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ 2 ~ 3 m の管に、ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールモノエーテルを 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 ~ 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：60 ~ 70 $^{\circ}$ C の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：塩化ビニルの保持時間が約 1.5 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ビニル標準液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩化ビニル、エタノールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：塩化ビニル標準液 10 μ L から得た塩化ビニルのピーク高さが 5 ~ 7 mm になるように調整する。

操作条件 2

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1.5 m の管に 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロ

ニトリル—ジビニルベンゼン共重合体 (孔径 0.06 ~ 0.08 μ m, 100 ~ 200 m^2/g) を充てんする。

カラム温度：120 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：塩化ビニルの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ビニル標準液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩化ビニル、エタノールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：塩化ビニル標準液 10 μ L から得た塩化ビニルのピーク高さが 5 ~ 7 mm になるように調整する。

一般試験法の部 9.01 標準品の条 (1) の項アザチオプリン標準品の目、アムロジピンベシル酸塩標準品の目、エテンザミド標準品の目クロミフェンクエン酸塩標準品の目、ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の目、プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の目、プロベネシド標準品の目及びワルファリンカリウム標準品の目を次のように改める。

9.01 標準品

(1) 別に厚生労働大臣が定めるところにより厚生労働大臣の登録を受けた者が製造する標準品。

| 名 称 | 用 途 |
|--------------------|--------------------|
| アザチオプリン標準品 | 確認試験、製剤均一性、定量法 |
| アムロジピンベシル酸塩標準品 | 確認試験、製剤均一性、定量法 |
| エテンザミド標準品 | 確認試験、定量法 |
| クロミフェンクエン酸塩標準品 | 確認試験、製剤均一性、定量法 |
| ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品 | 製剤均一性、定量法 |
| プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品 | 確認試験、製剤均一性、溶出性、定量法 |
| プロベネシド標準品 | 確認試験、製剤均一性、溶出性、定量法 |
| ワルファリンカリウム標準品 | 確認試験、製剤均一性、溶出性、定量法 |

同条 (2) の項アモキシシリン標準品の目、グリセオフルビン標準品の目、セファトリジンプロピレングリコール標準品の目、セファレキシン標準品の目、セフィキシム標準品の目、セフトラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の目、セフロキサジン標準品の目、ピブメシリナム塩酸塩標準品の目、ファロペナムナトリウム標準品の目及びミノサイクリン塩酸塩標準品の目を次のように改める。

(2) 国立感染症研究所が製造する標準品。

| 名 称 | 用 途 |
|------------|--------------|
| アモキシシリン標準品 | 確認試験、溶出性、定量法 |

| 名 称 | 用 途 |
|-----------------------------|-----------------------------------|
| グリセオフルビン標準品 | 確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| セファトリジンプロピレングリコール 標準品 | 確認試験, 溶出性, 定 量法 |
| セファレキシム標準品 | 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| セフィキシム標準品 | 確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| セフテラムピボキシルメチレンスル ホン酸塩標準品 | 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| セフロキサジン標準品 | 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| ピブメシリナム塩酸塩標準品 | 確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 定量法 |
| ファロベネムナトリウム標準品 | 確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| ミノサイクリン塩酸塩標準品 | 確認試験, 純度試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |

一般試験法の部 9.01 標準品の条 (1) の項に次のように加える。

9.01 標準品

| 名 称 | 用 途 |
|------------------------|--------------------------|
| アシクロビル標準品 | 確認試験, 定量法 |
| イプリフラボン標準品 | 確認試験, 定量法 |
| インダバミド標準品 | 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| カルシトニン (サケ) 標準品 | 定量法 |
| D-グルクロノラクトン標準品 | 定量法 |
| ゲファルナート標準品 | 確認試験, 定量法 |
| ジフルコルトロン吉草酸エステル標準 品 | 確認試験, 定量法 |
| シンバスタチン標準品 | 確認試験, 定量法 |
| セボフルラン標準品 | 確認試験, 定量法 |
| タクロリムス標準品 | 確認試験, 定量法 |
| ダナゾール標準品 | 確認試験, 定量法 |
| テプレノン標準品 | 確認試験, 定量法 |
| ドキサゾシンメシル酸塩標準品 | 確認試験, 定量法 |
| トスフロキサシントシル酸塩標準品 | 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| トロキシピド標準品 | 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法 |
| ピオグリタゾン塩酸塩標準品 | 確認試験, 定量法 |
| ブラゾシン塩酸塩標準品 | 確認試験, 定量法 |
| フルタミド標準品 | 確認試験, 定量法 |

| 名 称 | 用 途 |
|------------------------|-----------|
| フルドロコルチゾン酢酸エステル標準 品 | 確認試験, 定量法 |
| プロブコール標準品 | 確認試験, 定量法 |
| ロサルタンカリウム標準品 | 確認試験, 定量法 |

同条 (2) の項に次のように加える。

| 名 称 | 用 途 |
|-----------|-----------|
| タブバクタム標準品 | 確認試験, 定量法 |

一般試験法の部 9.41 試薬・試液の条塩酸ベンゾイルメサコニン, 薄層クロマトグラフィー用の項、(E)-カプサイシン, 薄層クロマトグラフィー用の項及びベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用の項を次のように改める。

9.41 試薬・試液

塩酸ベンゾイルメサコニン, 薄層クロマトグラフィー用

$C_{31}H_{49}NO_{10} \cdot HCl \cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。水又はエタノール (99.5) にやや溶けやすく, メタノールにやや溶けにくい。融点: 約 250°C (分解)。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (230 nm): 217 ~ 231 (脱水物に換算したもの 5 mg, メタノール, 200 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, エタノール (99.5) 1 mL を正確に加えて溶かした液 5 μ L につき, 「ブシ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

(E)-カプサイシン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{18}H_{27}NO_3$

白色の結晶で強い刺激臭がある。メタノールに極めて溶けやすく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 65 ~ 70°C

純度試験 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 2 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき, 「トウガラシ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, 試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

ベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{14}H_{16}O_5 \cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール (99.5) に溶けにくく, 水に極めて溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 50000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 217 ~ 221 nm 及び波長 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示し, 波長 241 ~ 245 nm に吸収の極小を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 20 μ L につき, 「アカメガシワ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

一般試験法の部 9.41 試薬・試液の条に次のように加える。

9.41 試薬・試液

(E)-アサロン $C_{12}H_{16}O_3$ 白色の粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。
融点：約 60 °C

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2990 cm^{-1} , 2940 cm^{-1} , 2830 cm^{-1} , 1609 cm^{-1} , 1519 cm^{-1} , 1469 cm^{-1} , 1203 cm^{-1} , 1030 cm^{-1} , 970 cm^{-1} 及び 860 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 2 mg をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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 (E)-アサロン以外のピークの合計面積は、標準溶液の (E)-アサロンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ソヨウ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から (E)-アサロンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「ソヨウ」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

アジ化ナトリウム NaN_3 [K 9501, 特級]

アセメタシン $C_{21}H_{18}ClNO_6$ [医薬品各条]

アセメタシン, 定量用 $C_{21}H_{18}ClNO_6$ [医薬品各条, 「アセメタシン」 ただし, 乾燥したものを定量するとき, アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 99.5 % 以上を含むほか, 次の試験に適合するもの]

純度試験 本品 40 mg をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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、試料溶液のアセメタシン以外のピーク面積は、標準溶液のアセメタシンのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、試料溶液のアセメタシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアセメタシンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「アセメタシン錠」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：アセメタシンの保持時間の約 4 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、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たアセメタシンのピーク面積が、標準溶液のアセ

メタシンのピーク面積の 3 ~ 7 % になることを確認する。

システムの性能：アセメタシン 75 mg 及びインドメタシン 75 mg をメタノール 50 mL に溶かす。この液 4 mL にパラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 250) 1 mL を加え、更にメタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アセメタシン、インドメタシン、パラオキシ安息香酸ヘキシルの順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンとパラオキシ安息香酸ヘキシルの分離度は、それぞれ 3 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、アセメタシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

6-アミノキノリル-N-ヒドロキシスクシンイミジルカルバメート $C_{14}H_{11}N_3O_4$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したものの。

2-アミノベンズイミダゾール $C_7H_7N_3$ 白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。融点：約 231 °C (分解)。

アルカリ性銅試液 (2) 銅試液 (2), アルカリ性 を見よ。

アルカリ性ホスファターゼ ホスファターゼ, アルカリ性 を見よ。

アルカリ性ホスファターゼ試液 ホスファターゼ試液, アルカリ性 を見よ。

アルシアンブルー 8 GX $C_{56}H_{68}Cl_4CuN_{16}S_4$ 暗い青紫色の粉末である。

アルシアンブルー染色液 アルシアンブルー 8 GX 0.5 g を薄めた酢酸 (100) (3 \rightarrow 100) 100 mL に溶かす。

アロプリノール $C_5H_4N_4O$ [医薬品各条]

アロプリノール, 定量用 $C_5H_4N_4O$ [医薬品各条, 「アロプリノール」 ただし, 乾燥したものを定量するとき, アロプリノール ($C_5H_4N_4O$) 99.0 % 以上を含むもの]

0.1 % ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 ウシ血清アルブミン 0.1 g を酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1 \rightarrow 100) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液に 1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 4.0 に調整する。

ウベニメクス, 定量用 $C_{16}H_{24}N_2O_4$ [医薬品各条, 「ウベニメクス」 ただし, 乾燥したものを定量するとき, ウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

ウルソデオキシコール酸, 定量用 $C_{24}H_{40}O_4$ [医薬品各条, 「ウルソデオキシコール酸」 ただし, 乾燥したものを定量するとき, ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) 99.0 % 以上を含む。また, 次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 0.15 g を液体クロマトグラフィー用メタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 20 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、試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約 2.5 のピーク面積

は、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積より大きくなく、試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約 5.5 のピーク面積は、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の 1/5 より大きくない。また、試料溶液のウルソデオキシコール酸及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の 1/5 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 3 mm、長さ 7.5 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用メタノール/薄めたリン酸（1 → 1000）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（96：69：35）

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約 2.3 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ウルソデオキシコール酸の保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 5 μ L から得たウルソデオキシコール酸のピーク面積が、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の 8 ~ 12 % になることを確認する。

システムの性能：薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸及び薄層クロマトグラフィー用リトコール酸それぞれ 30 mg をとり、試料溶液 1 mL を加え、液体クロマトグラフィー用メタノールに溶かし、50 mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール酸、ケノデオキシコール酸、リトコール酸の順に溶出し、それぞれの分離度は 7 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

エカベトナトリウム水和物、定量用 $C_{20}H_{27}NaO_5 \cdot 5 H_2O$ [医薬品各条、「エカベトナトリウム水和物」ただし、換算した脱水物に対し、エカベトナトリウム ($C_{20}H_{27}NaO_5$) 99.5 % 以上を含むもの]

エモルファゾン、定量用 $C_{11}H_{17}N_3O_3$ [医薬品各条、「エモルファゾン」ただし、乾燥したものを定量するとき、エモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩化ナトリウム試液、0.2 mol/L 塩化ナトリウム 11.7 g を水に溶かし、1000 mL とする。

塩酸アゼラスチン、定量用 $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ [医薬品各条、「アゼラスチン塩酸塩」]

塩酸 14-アニソイルアコニン、成分含量測定用 $C_{33}H_{47}NO_{11} \cdot HCl \cdot xH_2O$ 白色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノールに溶けやすく、水又はエタノール (99.5) にやや溶けにくい。融点：約 210 °C (分解)。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (258 nm)：276 ~ 294 (脱水物に換算したもの 5 mg、メタノール、200 mL)。

純度試験

(1) 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、エタノール (99.5) 1 mL を正確に加えて溶かした液 5 μ L につき、「ブシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 5 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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 14-アニソイルアコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液の 14-アニソイルアコニンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム、カラム温度、移動相及び流量は「牛車腎気丸エキス」の定量法 (3) の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光度計（測定波長：245 nm）

面積測定範囲：14-アニソイルアコニンの保持時間の約 4 倍の範囲

システムの適合性

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 20 mL とする。この液 20 μ L から得た 14-アニソイルアコニンのピーク面積が、標準溶液 20 μ L から得た 14-アニソイルアコニンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの分離度は 4 以上である。

システムの再現性：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5 % 以下である。

塩酸アプリンジン、定量用 $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ [医薬品各条、「アプリンジン塩酸塩」ただし、乾燥したものを定量するとき、アプリンジン塩酸塩 ($C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$) 99.5 % 以上を含むもの]

塩酸アミオダロン、定量用 $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ [医薬品各条、「アミオダロン塩酸塩」ただし、乾燥したものを定量するとき、アミオダロン塩酸塩 ($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$) 99.5 % 以上を含むもの]

塩酸イミダプリル $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ [医薬品各条、「イミダプリル塩酸塩」]

塩酸イミダプリル、定量用 $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ [医薬品各条、「イミダプリル塩酸塩」ただし、乾燥したものを定量するとき、イミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの]

塩酸クロルヘキシジン $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2 HCl$ [医薬品各条、

〔クロロヘキシジン塩酸塩〕

塩酸(2-クロロエチル)ジエチルアミン $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$ 白色の粉末である。

含量 95.0 % 以上。定量法 本品を 45 °C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸(100) 15 mL に溶かす。この液に酢酸(100)/非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液混液(5:3) 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.21 mg $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$

塩酸チアプリド、定量用 $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$ [医薬品各条, 「チアプリド塩酸塩」]

塩酸プロパフェノン、定量用 $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ [医薬品各条, 「プロパフェノン塩酸塩」ただし、乾燥したものを定量するとき、プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含み、純度試験(2)により試験を行うとき、プロパフェノン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロパフェノンのピーク面積の 3 倍より大きくないもの]

塩酸ベンゾイルヒパコニン、成分含量測定用 $C_{31}H_{43}NO_9 \cdot HCl \cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくい。融点:約 230 °C (分解)。

吸光度(2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (230 nm): 225 ~ 240 (脱水物に換算したもの 5 mg, メタノール, 200 mL)。

純度試験

(1) 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、エタノール(99.5) 1 mL を正確に加えて溶かした液 5 μ L につき、「ブシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 5 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のベンゾイルヒパコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「牛車腎気丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する。

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:245 nm)

面積測定範囲:ベンゾイルヒパコニンの保持時間の約 5 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 20 mL とする。この液 20 μ L から得たベンゾイルヒパコニンのピーク面積が、標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能:成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒ

パコニン、14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの分離度は 4 以上である。

システムの再現性:成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5 % 以下である。

塩酸ベンゾイルメサコニン、成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン。ただし、次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 5 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のベンゾイルメサコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「牛車腎気丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する。

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:245 nm)

面積測定範囲:ベンゾイルメサコニンの保持時間の約 6 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 20 mL とする。この液 20 μ L から得たベンゾイルメサコニンのピーク面積が、標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能:成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの分離度は 4 以上である。

システムの再現性:成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5 % 以下である。

オフロキサシン $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ [医薬品各条]

ガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコーン シアノプロピルメチルフェニルシリコーン, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサン ポリメチルシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 を見よ。

カドララジン、定量用 $C_{12}H_{21}N_5O_3$ [医薬品各条, 「カドララジン」ただし、乾燥したものを定量するとき、カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$) 99.0 % 以上を含むもの]

カルバゾール $C_{12}H_9N$ 白色～類白色の葉状若しくは板状の結晶又は結晶性の粉末である。本品はピリジン又はアセトンに溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。本品は熱すると、容易に昇華する。

融点 (2.60) 243 ~ 245 °C

純度試験 溶状 本品 0.5 g にエタノール (99.5) 20 mL を加え、加温して溶かした液は澄明である。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

カルバゾール試液 カルバゾール 0.125 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。

グアニン $C_5H_5N_5O$ 白色～微黄白色の粉末である。

吸光度 (2.24) 本品約 10 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とする。この液につき、248 nm 及び 273 nm における吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ を求めるとき、それぞれ 710 ~ 770 及び 460 ~ 500 である。

乾燥減量 (2.41) 1.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 4 時間)。

グアヤコール、定量用 $C_7H_8O_2$ 無色～黄色澄明の液又は無色の結晶で、特異な芳香がある。メタノール又はエタノール (99.5) に混和し、水にやや溶けにくい。凝固点: 25 ~ 30 °C

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の ATR 法により測定するとき、波数 1595 cm^{-1} 、1497 cm^{-1} 、1443 cm^{-1} 、1358 cm^{-1} 、1255 cm^{-1} 、1205 cm^{-1} 、1108 cm^{-1} 、1037 cm^{-1} 、1020 cm^{-1} 、916 cm^{-1} 、833 cm^{-1} 及び 738 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.5 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、グアヤコール以外のピークの合計面積は、2.0 % 以下である。

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 0.25 mm, 長さ 60 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5 μm で被覆する。

カラム温度: 100 °C から毎分 5 °C で 130 °C まで昇温し、その後、毎分 2 °C で 140 °C まで昇温し、次いで毎分 15 °C で 200 °C まで昇温し、200 °C を 2 分間保持する。

注入口温度: 200 °C

検出器温度: 250 °C

キャリアーガス: ヘリウム

流量: グアヤコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

スプリット比: 1 : 50

システム適合性

検出の確認: 本品約 70 mg を精密に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 μL から得たグアヤコールのピーク面積が、本品 0.5 μL を注入したときのグアヤコールのピーク面積の 0.08 ~ 0.16 % となることを確認する。

システムの性能: システム適合性試験用溶液 1 μL に

つき、上記の条件で操作するとき、グアヤコールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 200000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: システム適合性試験用溶液 1 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グアヤコールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

クエン酸モサプリド、定量用 $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7 \cdot 2 H_2O$ [医薬品各条, 「モサプリドクエン酸塩水和物」ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、モサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) 99.0 % 以上を含むもの]

グリココール酸ナトリウム、薄層クロマトグラフィー用

$C_{26}H_{42}NNaO_6 \cdot xH_2O$ 白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末である。水又はメタノールに溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくい。融点: 約 260 °C (分解)。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2940 cm^{-1} 、1640 cm^{-1} 、1545 cm^{-1} 、1450 cm^{-1} 、1210 cm^{-1} 、1050 cm^{-1} 及び 600 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +25 ~ +35° (60 mg, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をメタノール 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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 5 μL ずつにつき、「エウタン」の確認試験を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.2 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

クルクミン、成分含量測定用 $C_{21}H_{20}O_6$ 黄色～だいたい色の結晶性の粉末である。メタノールに溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

吸光度 (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (422 nm): 1460 ~ 1700 (デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥後, 2.5 mg, メタノール, 1000 mL)。

融点 (2.60) 180 ~ 184 °C

純度試験 類縁物質

(1) 本品 4 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 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 5 μL ずつを、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 1.0 mg をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 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、試料溶液のクルクミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のクルクミンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ウコン」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

検出器：可視吸光度計（測定波長：422 nm）

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクルクミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たクルクミンのピーク面積が、標準溶液 10 μ L から得たクルクミンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

4'-O-グルコシル-5-O-メチルピサミノール、薄層クロマトグラフィー用 $C_{22}H_{26}O_{10}$ 、白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

確認試験 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 \rightarrow 50000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 286 ~ 290 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 μ L につき、「ボウフウ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

p-クレゾール C_6H_5O [K 8306, 特級]

血液カンテン培地 ハートインフュージョンカンテン培地 950 mL を高圧滅菌する。約 50 $^{\circ}$ C に冷却後、ウマ又はヒツジ脱繊維素血液 50 mL を加え滅菌したシャーレに分注し、平板とする。

1 % 血液浮遊液 動物の脱繊維した血液を、等張化された溶液を用いて、洗浄した後、1 vol % に調製する。用時製する。

ケトコナゾール $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ [医薬品各条]

ケトコナゾール, 定量用 $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ [医薬品各条, 「ケトコナゾール」ただし、乾燥したものを定量するとき、ケトコナゾール ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) 99.5 % 以上を含むもの]

ゴシツ, 薄層クロマトグラフィー用 ヒナタイノコズチ *Achyranthes fauriei* Leveillé et Vaniot (*Amaranthaceae*) の根を加熱乾燥後粉末としたものである。ただし、次の試験に適合するもの。

確認試験

(1) 本品の細末 2 g をとり、水 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニン IV 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 10 μ L ずつを

薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (5:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、標準溶液ではこい紫みの赤のスポットを R_f 値 0.35 付近に認め、試料溶液では以下と同等のスポットを認める。

| R_f 値 | スポットの色及び形状 |
|---------|-----------------------|
| 0 付近 | 黒の弱いスポット |
| 0.1 付近 | つよい紫みの赤の弱いスポット |
| 0.2 付近 | つよい紫みの赤のテーリングした弱いスポット |
| 0.25 付近 | こい紫みの赤の強いスポット |
| 0.35 付近 | こい紫みの赤のリーディングしたスポット |
| 0.45 付近 | くすんだ黄の弱いスポット |
| 0.5 付近 | 灰みの紫みを帯びた赤の弱いスポット |
| 0.75 付近 | 灰みの赤の弱いスポット |
| 0.9 付近 | くすんだ赤の弱いスポット |

(2) (1) の試験条件を準用する。ただし、展開溶媒に 1-プロパノール/酢酸エチル/水混液 (4:4:3) を用いて試験を行うとき、標準溶液ではこい紫みの赤のスポットを R_f 値 0.45 付近に認め、試料溶液では以下と同等のスポットを認める。

| R_f 値 | スポットの色及び形状 |
|---------------|--------------------------------|
| 0.25 付近 | つよい紫みの赤の弱いスポット |
| 0.25 ~ 0.3 付近 | こい紫みの赤のリーディングしたあるいは 2 個の強いスポット |
| 0.35 付近 | こい紫みの赤のスポット |
| 0.4 付近 | くすんだ赤の弱いスポット |
| 0.42 付近 | 暗い赤のスポット |
| 0.45 付近 | 灰みの赤の弱いスポット |
| 0.65 付近 | くすんだ緑みの黄の弱いスポット |
| 0.7 付近 | 灰みの赤の弱いスポット |
| 0.85 付近 | 灰みの赤の弱いスポット |
| 0.95 付近 | くすんだ黄赤の弱いスポット |

酢酸・酢酸ナトリウム試液, pH 7.0 酢酸ナトリウム三水合物 4.53 g を水に溶かし 100 mL とし、薄めた酢酸 (100) (1 \rightarrow 50) を加えて pH 7.0 に調整する。

酢酸メチル CH_3COOCH_3 [K 8382, 特級]

シアノプロピルメチルフェニルシリコーン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ジソプロピルアミン $[(CH_3)_2CH]_2NH$ 無色澄明の液で、アミンのような特異なおいがある。水又はエタノール (95) と混和する。水溶液はアルカリ性である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.391 ~ 1.394

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.715 ~ 0.722

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物溶液 (1 \rightarrow 20) と pH 7.0 の酢酸・酢酸ナトリウム試液を用時、等容量混和する。

ジチオジグリコール酸 $C_4H_6O_5S_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

ジチオジプロピオン酸 $C_6H_{10}O_4S_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

シノキサシン, 定量用 $C_{12}H_{10}N_2O_5$ [医薬品各条, 「シノキサシン」ただし, 乾燥したものを定量するとき, シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 99.0 % 以上を含むもの]

ジブチルアミン $C_8H_{18}N$ 無色澄明な液である。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.415 ~ 1.419

密度 (2.56) (20°C) 0.756 ~ 0.761 g/mL

ジベンズ[*a, h*]アントラセン $C_{22}H_{14}$ ごくうすい黄色~緑黄色の結晶性粉末又は粉末である。水, メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない, 融点: 265 ~ 270°C

確認試験 本品につき, 純度試験を準用して試験を行うとき, 主ピークのマススペクトルに, 分子イオンピーク (m/z 278) 及びフラグメントイオンピーク (m/z 139) を認める。純度試験 類縁物質 本品 3.0 mg をメタノールに溶かし, 100 mL とし, 試料溶液とする。この液 1 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い, 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, ジベンズ [*a, h*] アントラセン以外のピークの合計量は 7.0 % 以下である。

試験条件

検出器: 質量分析計 (EI)

走査質量範囲: 15.00 ~ 300.00

測定時間: 12 ~ 30 分

カラム: 内径 0.25 mm, 長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサンを厚さ 0.25 μ m ~ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度: 45°C 付近の一定温度で注入し, 毎分 40°C で 240°C まで昇温し, 240°C を 5 分間保持した後, 毎分 4°C で 300°C まで昇温し, 次いで毎分 10°C で 320°C まで昇温し, 320°C を 3 分間保持する。

注入口温度: 250°C 付近の一定温度

インターフェース温度: 300°C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: ジベンズ[*a, h*]アントラセンの保持時間が約 27 分となるように調整する。

スプリット比: スプリットレス

システム適合性

検出の確認: 試料溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 μ L から得たジベンズ[*a, h*]アントラセンのピーク面積が, 試料溶液のジベンズ[*a, h*]アントラセンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

(ジメチルアミノ) アゾベンゼンスルホニルクロリド $C_{11}H_{14}ClN_3O_2S$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

ジメトキシメタン $C_3H_8O_2$ 無色澄明の揮発性を有する液体で, メタノール, エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

ジメンヒドリナート, 定量用 $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$ [医薬品各条, 「ジメンヒドリナート」ただし, 乾燥したものを定

量するとき, ジフェンヒドラミン ($C_{17}H_{21}NO$) 53.8 ~ 54.9 % 及び 8-クロロテオフィリン ($C_7H_7ClN_4O_2$) 45.2 ~ 46.1 % を含むもの]

シャゼンシ, 薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条, 「シャゼンシ」ただし, 次の試験に適合するもの]

確認試験

(1) 本品の細末 1 g をとり, メタノール 3 mL を加え, 水浴上で 3 分間加温する。冷後, 遠心分離し, 上澄液を試料溶液とする。この液につき, 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 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (10:10:3:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し, 105°C で 10 分間加熱するとき, 以下と同等のスポットを認める。

| R_f 値 | スポットの色及び形状 |
|---------------|-----------------------------|
| 0 付近 | ごく暗い青の強いスポット |
| 0.08 付近 | ごく暗い青のスポット |
| 0.1 ~ 0.2 付近 | ごく暗い青のリーディングしたスポット |
| 0.25 付近 | こい青の強いスポット (プラントゴグアニジン酸に相当) |
| 0.35 付近 | 暗い灰みの青の強いスポット (ゲニポシド酸に相当) |
| 0.45 付近 | 灰みの黄みを帯びた緑の弱いスポット |
| 0.50 付近 | こい黄緑の強いスポット (アクテオシドに相当) |
| 0.6 付近 | うすい青の弱いスポット |
| 0.85 付近 | こい青のスポット |
| 0.9 ~ 0.95 付近 | 灰みの青のテーリングしたスポット |

(2) (1) の試験条件を準用する。ただし, 展開溶媒に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1) を用いて試験を行うとき, 以下と同等のスポットを認める。

| R_f 値 | スポットの色及び形状 |
|---------------|-----------------------------|
| 0 付近 | 黄緑みの暗い灰色のスポット |
| 0.05 付近 | 暗い灰みの黄緑の弱いスポット |
| 0.2 付近 | 暗い緑の弱いスポット |
| 0.25 付近 | 暗い赤みの紫の強いスポット (ゲニポシド酸に相当) |
| 0.35 付近 | あざやかな青の弱いスポット |
| 0.4 ~ 0.45 付近 | くすんだ緑みの青の弱いテーリングしたスポット |
| 0.45 付近 | こい黄緑の強いスポット (アクテオシドに相当) |
| 0.5 付近 | こい青の強いスポット (プラントゴグアニジン酸に相当) |
| 0.95 付近 | 暗い灰みの青緑の強いスポット |
| 0.97 付近 | 暗い灰みの青緑のスポット |

硝酸イソソルビド, 定量用 $C_8H_8N_2O_8$ [医薬品各条, 「硝酸イソソルビド」ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し,

硝酸イソソルピド ($C_6H_8N_2O_6$) 99.0 % 以上を含む。また、次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 50 mg を水/メタノール混液 (1:1) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) 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 10 μ L 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) により試験を行い、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、試料溶液の硝酸イソソルピド以外のピークの合計面積は、標準溶液の硝酸イソソルピドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「硝酸イソソルピド錠」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から硝酸イソソルピドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 μ L から得た硝酸イソソルピドのピーク面積が、標準溶液の硝酸イソソルピドのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、硝酸イソソルピドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、硝酸イソソルピドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分測定用陽極液 A 陽極液 A、水分測定用 を見よ。

ストロンチウム試液 塩化ストロンチウム 76.5 g を水に溶かし、正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする (1000 ppm)。

成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニン 塩酸 14-アニソイルアコニン、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン 塩酸ベンゾイルヒパコニン、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン 塩酸ベンゾイルメサコニン、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用クルクミン クルクミン、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用 ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液
ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用 ベリルアルデヒド ベリルアルデヒド、成分含量測定用 を見よ。

成分含量測定用 ロガニン ロガニン、成分含量測定用 を見よ。
タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム、薄層クロマトグラフィー用 $C_{26}H_{41}NNaO_6S \cdot xH_2O$ 白色~微褐色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノールに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくい。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法

(2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2940 cm^{-1} 、1600 cm^{-1} 、1410 cm^{-1} 、1305 cm^{-1} 、1195 cm^{-1} 、1080 cm^{-1} 、1045 cm^{-1} 、980 cm^{-1} 、950 cm^{-1} 、910 cm^{-1} 及び 860 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +40 ~ +50° (40 mg, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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 5 μ L ずつにつき、「ユウタン」の確認試験を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.2 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

定量用アセメタシン アセメタシン、定量用 を見よ。

定量用アロプリノール アロプリノール、定量用 を見よ。

定量用ウベニメクス ウベニメクス、定量用 を見よ。

定量用ウルソデオキシコール酸 ウルソデオキシコール酸、定量用 を見よ。

定量用エカベトナトリウム水和物 エカベトナトリウム水和物、定量用 を見よ。

定量用エモルファゾン エモルファゾン、定量用 を見よ。

定量用塩酸アゼラスチン 塩酸アゼラスチン、定量用 を見よ。

定量用塩酸アブリンジン 塩酸アブリンジン、定量用 を見よ。

定量用塩酸アミオダロン 塩酸アミオダロン、定量用 を見よ。

定量用塩酸イミダプリル 塩酸イミダプリル、定量用 を見よ。

定量用塩酸チアプリド 塩酸チアプリド、定量用 を見よ。

定量用塩酸プロパフェノン 塩酸プロパフェノン、定量用 を見よ。

定量用カドララジン カドララジン、定量用 を見よ。

定量用グアヤコール グアヤコール、定量用 を見よ。

定量用クエン酸モサプリド クエン酸モサプリド、定量用 を見よ。

定量用ケトコナゾール ケトコナゾール、定量用 を見よ。

定量用シノキサシン シノキサシン、定量用 を見よ。

定量用ジメンヒドリナート ジメンヒドリナート、定量用 を見よ。

定量用硝酸イソソルピド 硝酸イソソルピド、定量用 を見よ。

定量用テオフィリン テオフィリン、定量用 を見よ。

定量用ドロキシドバ ドロキシドバ、定量用 を見よ。

定量用バルプロ酸ナトリウム バルプロ酸ナトリウム、定量用 を見よ。

定量用フェニトイン フェニトイン、定量用 を見よ。

定量用フェノバルビタール フェノバルビタール、定量用 を見よ。

定量用フルトプラゼパム フルトプラゼパム、定量用 を見よ。
定量用マレイン酸イルソグラジン マレイン酸イルソグラジン、定量用 を見よ。

定量用レバミピド レバミピド、定量用 を見よ。

テオフィリン、定量用 $C_7H_8N_4O_2$ [医薬品各条、「テオフィリン」ただし、次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 50 mg を水に溶かし、100 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶

液及び標準溶液 20 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、試料溶液のテオフィリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のテオフィリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：270 nm)

カラム：内径 6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸 (100) (1 \rightarrow 100) /メタノール混液 (4 : 1)

流量：テオフィリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：テオフィリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とする。この液 20 μL から得たテオフィリンのピーク面積が、標準溶液のテオフィリンのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テオフィリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

テストステロン $\text{C}_{19}\text{H}_{28}\text{O}_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3530 cm^{-1} 、3380 cm^{-1} 、1612 cm^{-1} 、1233 cm^{-1} 、1067 cm^{-1} 及び 1056 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

デメトキシクルクミン $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{O}_5$ 黄色~だいたい色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：166 ~ 170 $^{\circ}\text{C}$

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 400000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 416 ~ 420 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 4 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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 5 μL ずつを、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより

濃くない。

(2) 本品 1.0 mg をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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、試料溶液のデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のデメトキシクルクミンのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ウコン」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

検出器：可視吸光度計 (測定波長：422 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメトキシクルクミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たデメトキシクルクミンのピーク面積が、標準溶液のデメトキシクルクミンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

銅試液 (2)、アルカリ性 無水炭酸ナトリウム 20 g を希水酸化ナトリウム試液に溶かして 1000 mL とし、A 液とする。硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g を酒石酸ナトリウムカリウム四水和物溶液 (1 \rightarrow 100) に溶かして 100 mL とし、B 液とする。A 液 50 mL に B 液 1 mL を加える。用時製する。

1 % トリエチルアミン・リン酸緩衝液, pH 3.0 トリエチルアミン 10 g を水 950 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 3.0 に調整した後、正確に 1000 mL とする。

ドロキシドバ, 定量用 $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5$ [医薬品各条, 「ドロキシドバ」ただし、乾燥したものを定量するとき、ドロキシドバ ($\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5$) 99.5 % 以上を含むもの]

1-ノナンスルホン酸ナトリウム $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{SO}_3\text{Na}$ 白色の結晶性の粉末で、水に溶けやすい。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。
強熱残分 (2.44) 30 ~ 32 % (0.5 g)。

薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム グリココール酸ナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 4'-**O**-グルコシル-5-**O**-メチルピサミノール 4'-**O**-グルコシル-5-**O**-メチルピサミノール, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ゴシツ ゴシツ, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用シャゼンシ シャゼンシ, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用ヒデオキシコール酸 ヒデオキシコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

薄層クロマトグラフィー用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸
10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末 ブタ胆汁末, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ベリルアルデヒド ベリルアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ミリスチシン ミリスチシン, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ.

薄層クロマトグラフィー用 (E)-2-メトキシシナムアルデヒド (E)-2-メトキシシナムアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 を見よ.

ハートインフュージョンカンテン培地 生化学用に製造したもの.

パラオキシ安息香酸ヘキシル $C_{13}H_{18}O_3$ 白色の結晶又は結晶性粉末である.

融点 (2.60) 49 ~ 53°C

含量 98.0 % 以上. 定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 222.3 mg $C_{13}H_{18}O_3$

パラオキシ安息香酸ヘプチル $C_{14}H_{20}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 (2.60) 45 ~ 50°C

含量 98.0 % 以上. 定量法 本品約 3.5 g を精密に量り, 薄めた *N,N*-ジメチルホルムアミド (4 → 5) 50 mL に溶かし, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 236.3 mg $C_{14}H_{20}O_3$

バルプロ酸ナトリウム, 定量用 $C_8H_{15}NaO_2$ [医薬品各条, 「バルプロ酸ナトリウム」ただし, 乾燥したものを定量するとき, バルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) 99.0 % 以上を含むもの]

ヒオデオキシコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{40}O_4$ 白色~微褐色の結晶性の粉末又は粉末である. メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく, 水にほとんど溶けない.

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 2940 cm^{-1} , 2840 cm^{-1} , 2360 cm^{-1} , 1740 cm^{-1} , 1460 cm^{-1} , 1340 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} , 1160 cm^{-1} , 1040 cm^{-1} 及び 600 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +7 ~ +10° (0.4 g, エタノール (99.5), 20 mL, 100 mm).

融点 (2.60) 198 ~ 205°C

純度試験 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 1 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 0.2 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10 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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次にクロロホルム/アセトン/酢酸 (100) 混液 (7:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板

を風乾する. これに希硫酸を均等に噴霧し, 105°C で 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

ビスデメトキシクルクミン $C_{19}H_{16}O_4$ 黄色~だいたい色の結晶性の粉末である. メタノールにやや溶けにくく, エタノール (99.5) に溶けにくく, 水にほとんど溶けない. 融点: 213 ~ 217°C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 400000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 413 ~ 417 nm に吸収の極大を示す.

純度試験 類縁物質

(1) 本品 4 mg をメタノール 2 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 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 5 μ L ずつを, 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次にジクロロメタン/メタノール混液 (19:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

(2) 本品 1.0 mg をメタノール 5 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液とする. 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, 試料溶液のビスデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のビスデメトキシクルクミンのピーク面積より大きくない.

試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「ウコン」の成分含量測定法の試験条件を準用する.

検出器: 可視吸光度計 (測定波長: 422 nm)

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からビスデメトキシクルクミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する.

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とする. この液 10 μ L から得たビスデメトキシクルクミンのピーク面積が, 標準溶液のビスデメトキシクルクミンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する.

ビス(1,1-トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン

$C_{10}H_6F_6IO_4$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの.

10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸. ただし, 次の試験に適合するもの.

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 100 mL

に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸以外のピークの合計面積は、標準溶液の 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ローヤルゼリー」の成分含量測定法の試験条件を準用する。
面積測定範囲：溶媒のピークの後から 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸の保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ローヤルゼリー」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得た 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸のピーク面積が、標準溶液の 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸のピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸、薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{18}O_3$ 白色の結晶性の粉末である。メタノールに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水に溶けにくい。

確認試験 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 \rightarrow 125000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 206 ~ 210 nm に吸収の極大を示す。

融点 (2.60) 63 ~ 66 $^{\circ}$ C

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg にジエチルエーテル 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μ L につき、「ローヤルゼリー」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

ビホナゾール $C_{22}H_{18}N_2$ [医薬品各条]

ピリジン・ギ酸緩衝液, 0.2 mol/L, pH 3.0 ピリジン 15.82 g に水 900 mL を加えてよくかき混ぜ、薄めたギ酸 (1 \rightarrow 2) を加えて pH 3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

フェニトイン, 定量用 $C_{15}H_{12}N_2O_2$ [医薬品各条, 「フェニトイン」ただし、次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 25 mg を移動相 50 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 10 μ L 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、試料溶液のフェニトイン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフェニトインのピーク面積より大きくない。

試験条件

カラム、カラム温度及び流量は「フェニトイン錠」の定量法の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

移動相：pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/液体ク

ロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11 : 9)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェニトインの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たフェニトインのピーク面積が、標準溶液のフェニトインのピーク面積の 8 ~ 12 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フェニトインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 6000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フェニトインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

フェニルイソチオシアネート C_7H_5NS 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

フェノバルビタール, 定量用 $C_{12}H_{12}N_2O_3$ [医薬品各条, 「フェノバルビタール」]

ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液, 成分含量測定用

成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン (別途水分を測定しておく) 約 20 mg, 成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン (別途水分を測定しておく) 約 10 mg 及び成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニン (別途水分を測定しておく) 約 20 mg を精密に量り、ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183 : 17) に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 20 μ L につき成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの純度試験を準用し、試験を行うとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピークを認め、各ピーク面積の比はほぼ 2 : 1 : 2 である。

ブタ胆汁末, 薄層クロマトグラフィー用 黄灰色~黄褐色の粉末で特異なにおいがあり、味は苦い。水、メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

確認試験 本品 0.1 g をねじ口試験管に入れ、水酸化ナトリウム溶液 (3 \rightarrow 25) 1 mL を加えて振り混ぜる。120 $^{\circ}$ C の油浴中で 4 時間加熱した後、微温とし、3 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び酢酸エチル 2 mL を加え、50 $^{\circ}$ C で 30 分間振り混ぜ、酢酸エチル層を分取して試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし、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 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/酢酸 (100) 混液 (7 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい。

フタル酸ビス (シス-3,3,5-トリメチルシクロヘキシル)

$C_{24}H_{40}$ [COOC₆H₈(CH₃)₃]₂ 白色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 91 ~ 94 $^{\circ}$ C

9-フルオレニルメチルクロロギ酸 $C_{15}H_{11}ClO_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

7-フルオロ-4-ニトロベンゾ-2-オキサ-1,3-ジアゾール

$C_6H_2FN_3O_3$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

フルトプラゼパム, 定量用 $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ [医薬品各条, 「フルトプラゼパム」ただし, 乾燥したものを定量するとき, フルトプラゼパム ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) 99.5 % 以上を含むもの]

噴霧用 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液, 噴霧用 を見よ。

ペリルアルデヒド, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ペリルアルデヒド。ただし, 次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (230 nm) : 850 ~ 950 (10 mg, メタノール, 2000 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 250 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。

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, 試料溶液のペリルアルデヒド以外のピークの合計面積は, 標準溶液のペリルアルデヒドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「ソヨウ」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からペリルアルデヒドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ソヨウ」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たペリルアルデヒドのピーク面積が, 標準溶液のペリルアルデヒドのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

ペリルアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{14}O$ 無色~うすい褐色の透明な液体で, 特異なにおいがある。メタノール又はエタノール (99.5) と混和し, 水に極めて溶けにくい。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液膜法により測定するとき, 波数 3080 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} , 1685 cm^{-1} , 1644 cm^{-1} , 1435 cm^{-1} 及び 890 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 10 μ L につき, 「ソヨウ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

ベンズ[a]アントラセン $C_{18}H_{12}$ 白色~黄色の結晶性の粉末又は粉末である。水, メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。融点: 158 ~ 163 $^{\circ}C$

確認試験 本品につき, 純度試験を準用して試験を行うとき, 主ピークのマスマスペクトルに, 分子イオンピーク (m/z 228) 及びフラグメントイオンピーク (m/z 114) を認める。

純度試験 類縁物質 本品 3.0 mg をメタノールに溶か

し, 100 mL とし, 試料溶液とする。この液 1 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い, 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, ベンズ[a]アントラセン以外のピークの合計量は, 2.0 % 以下である。

試験条件

検出器: 質量分析計 (EI)

走査質量範囲: 15.00 ~ 300.00

測定時間: 12 ~ 30 分

カラム: 内径 0.25 mm, 長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度: 45 $^{\circ}C$ 付近の一定温度で注入し, 毎分 40 $^{\circ}C$ で 240 $^{\circ}C$ まで昇温し, 240 $^{\circ}C$ を 5 分間保持した後, 毎分 4 $^{\circ}C$ で 300 $^{\circ}C$ まで昇温し, 次いで毎分 10 $^{\circ}C$ で 320 $^{\circ}C$ まで昇温し, 320 $^{\circ}C$ を 3 分間保持する。

注入口温度: 250 $^{\circ}C$ 付近の一定温度

インターフェース温度: 300 $^{\circ}C$ 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: ベンズ[a]アントラセンの保持時間が約 15 分となるように調整する。

スプリット比: スプリットレス

システム適合性

検出の確認: 試料溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 μ L から得たベンズ[a]アントラセンのピーク面積が, 試料溶液のベンズ[a]アントラセンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

ベンズ[a]ピレン $C_{20}H_{12}$ うすい黄色~緑黄色の結晶性の粉末又は粉末である。水, メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。融点: 176 ~ 181 $^{\circ}C$

確認試験 本品につき, 純度試験を準用して試験を行うとき, 主ピークのマスマスペクトルに, 分子イオンピーク (m/z 252) 及びフラグメントイオンピーク (m/z 125) を認める。

純度試験 類縁物質 本品 3.0 mg をメタノールに溶かし, 100 mL とし, 試料溶液とする。この液 1 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い, 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, ベンズ[a]ピレン以外のピークの合計量は, 3.0 % 以下である。

試験条件

検出器: 質量分析計 (EI)

走査質量範囲: 15.00 ~ 300.00

測定時間: 12 ~ 30 分

カラム: 内径 0.25 mm, 長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度: 45 $^{\circ}C$ 付近の一定温度で注入し, 毎分 40 $^{\circ}C$ で 240 $^{\circ}C$ まで昇温し, 240 $^{\circ}C$ を 5 分間保持した後, 毎分 4 $^{\circ}C$ で 300 $^{\circ}C$ まで昇温し, 次いで毎分 10 $^{\circ}C$ で 320 $^{\circ}C$ まで昇温し, 320 $^{\circ}C$ を 3 分間保持

する。

注入口温度：250℃ 付近の一定温度

インターフェース温度：300℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ベンゾ[a]ピレンの保持時間が約 22 分となるように調整する。

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 μL から得たベンゾ[a]ピレンのピーク面積が、試料溶液のベンゾ[a]ピレンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

ホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液, pH 9.0 ホウ酸 3.1 g を希水酸化ナトリウム試液 210 mL に溶かし、塩化マグネシウム六水和物溶液 (1 → 50) 10 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。必要ならば pH 9.0 に調整する。

ホスファターゼ, アルカリ性 ウシ小腸から得たもので、白色～灰白色又は黄褐色の凍結乾燥した粉末で、においはない。

本品 1 mg は 1 単位以上を含み、塩類は含まない。ただし、本品の 1 単位とは、4-ニトロフェニルリン酸エステルを基質にして、pH 9.8 で 37℃、1 分間に 1 μmol の 4-ニトロフェノールを生成する酵素量とする。

ホスファターゼ試液, アルカリ性 アルカリ性ホスファターゼ 0.1 g を pH 9.0 のホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液 10 mL に溶かす。用時製する。

ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したものの。

ポリメチルシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したものの。

マレイン酸イルソグラジン $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「イルソグラジンマレイン酸塩」]

マレイン酸イルソグラジン, 定量用 $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「イルソグラジンマレイン酸塩」] ただし、乾燥したものを定量するとき、イルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 99.5 % 以上を含むもの]

ミリスチシン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{11}H_{22}O_2$ 無色の澄明な液で、特異なにおいがある。エタノール (95) に混和し、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液膜法により測定するとき、波数 3080 cm^{-1} 、2890 cm^{-1} 、1633 cm^{-1} 、1508 cm^{-1} 、1357 cm^{-1} 、1318 cm^{-1} 、1239 cm^{-1} 、1194 cm^{-1} 、1044 cm^{-1} 、994 cm^{-1} 、918 cm^{-1} 、828 cm^{-1} 及び 806 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 20 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 25 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、「ニクズク」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

(E)-2-メトキシシナナムアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{10}O_2$ 白色～黄色の結晶性の粉末又は粉末である。

メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：44 ~ 50℃

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 283 ~ 285 nm 及び 332 ~ 334 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1675 cm^{-1} 、1620 cm^{-1} 、1490 cm^{-1} 、1470 cm^{-1} 、1295 cm^{-1} 、1240 cm^{-1} 、1165 cm^{-1} 、1130 cm^{-1} 、1025 cm^{-1} 、980 cm^{-1} 、760 cm^{-1} 及び 600 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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、「牛車腎気丸エキス」の確認試験 (5) (ii) を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液, 噴霧用 エタノール (95) 9 mL に 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL を加え、穏やかに混和後、硫酸 0.5 mL 及び酢酸 (100) 0.1 mL の順に穏やかに加え、よく混和する。

2-メトキシ-4-メチルフェノール $C_8H_{10}O_2$ 無色～微黄色の液で、メタノール又はエタノール (99.5) に混和し、水に溶けにくい。凝固点：3 ~ 8℃

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の ATR 法により測定するとき、波数 1511 cm^{-1} 、1423 cm^{-1} 、1361 cm^{-1} 、1268 cm^{-1} 、1231 cm^{-1} 、1202 cm^{-1} 、1148 cm^{-1} 、1120 cm^{-1} 、1031 cm^{-1} 、919 cm^{-1} 、807 cm^{-1} 及び 788 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、2-メトキシ-4-メチルフェノール以外のピークの合計面積は、3.0 % 以下である。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.25 mm、長さ 60 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5 μm で被覆する。

カラム温度：100℃ 付近の一定温度で注入し、毎分 5℃ で 130℃ まで昇温し、その後、毎分 2℃ で 140℃ まで昇温し、次いで毎分 15℃ で 200℃ まで昇温し、200℃ を 2 分間保持する。

注入口温度：200℃

検出器温度：250℃

キャリアーガス：ヘリウム

流量：2-メトキシ-4-メチルフェノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

スプリット比：1 : 50

システム適合性

システムの性能：本品 60 mg をメタノールに溶かし、100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。シ

ステム適合性試験用溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、2-メトキシ-4-メチルフェノールのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、2-メトキシ-4-メチルフェノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

メベンダゾール $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3$ 本品は白色の粉末で、水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

メルカプトエタンスルホン酸 $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_3\text{S}_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

陽極液 A, 水分測定用 ジエタノールアミン 100 g を水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液 (1:1) 900 mL に溶かし、冷却しながら乾燥二酸化イオウを通じ、増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 20 g を加えて溶かし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。この液 600 mL に水分測定用クロロホルム 400 mL を加える。

四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 四ホウ酸ナトリウム十水和物 9.5 g に精製硫酸 1000 mL を加え、一晚かき混ぜて溶かす。リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.5 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000 mL に、クエン酸一水和物 5.25 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて pH 7.5 に調整する。

リン酸トリス (4-*t*-ブチルフェニル)

$[(\text{CH}_3)_3\text{CC}_6\text{H}_4\text{O}]_3\text{PO}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 100 ~ 104 °C

リン酸二水素カリウム試液, 0.01 mol/L, pH 4.0 リン酸二水素カリウム 1.4 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 4.0 に調整する。

レバミピド, 定量用 $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_4$ [医薬品各条, 「レバミピド」ただし、乾燥したものを定量するとき、レバミピド ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_4$) 99.5 % 以上を含むもの]

ロガニン, 成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ロガニン。ただし、次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (235 nm) : 275 ~ 303 (デシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥後, 5 mg, メタノール, 500 mL)。純度試験 類縁物質 本品 2 mg を移動相 5 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 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、試料溶液のロガニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロガニンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「牛車腎気丸エキス」の定量法 (1) の試験条件を準用する。

面積測定範囲：ロガニンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「牛車腎気丸エキス」の定量法 (1) のシステム適合性を準用する。

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 20 mL とする。この液 10 μL から得たロガニンのピーク面積が、標準溶液のロガニンのピ

ーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

ロバスタチン $\text{C}_{24}\text{H}_{36}\text{O}_5$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリル又はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +325 ~ +340° (乾燥物に換算したの 50 mg, アセトニトリル, 10 mL, 100 mm)。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 °C, 3 時間)。

一般試験法の部 9.42 クロマトグラフィー用担体/充てん剤の条に次のように加える。

9.42 クロマトグラフィー用担体/充てん剤

液体クロマトグラフィー用スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。

スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

医薬品各条 改正事項

医薬品各条の部 アザチオプリン錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

アザチオプリン錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、アザチオプリン ($C_5H_7N_7O_2S$) 5 mg 当たり吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、1 mL 中にアザチオプリン ($C_5H_7N_7O_2S$) 約 0.2 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 3 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

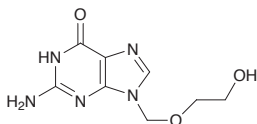
アザチオプリン ($C_5H_7N_7O_2S$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 500)$

W_s : アザチオプリン標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 亜酸化窒素の条の次に次の一条を加える。

アシクロビル

Aciclovir



$C_8H_{11}N_5O_3$: 225.20

2-Amino-9-[(2-hydroxyethoxy)methyl]-1,9-dihydro-6H-purin-6-one [59277-89-3]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アシクロビル ($C_8H_{11}N_5O_3$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアシクロビル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアシクロビル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 色の比較液 F 2.5 mL に薄めた希塩酸 (1 → 10) を加えて 100 mL とする。

(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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 定量法で得た試料溶液を試料溶液とする。別にグアニン約 25 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かし、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 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 μ L 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。それぞれの液のグアニンのピーク面積 A_T 及び A_S から、次式によりグアニンの量を求めるとき、0.7 % 以下である。また、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、面積百分率法によりアシクロビル及びグアニン以外の個々の類縁物質の量を求めるとき、0.2 % 以下である。更に上記で求めたグアニンの量及び面積百分率法で求めた各々の類縁物質の量の合計は 1.5 % 以下である。

グアニンの量 (%) = $(W_s / W_T) \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_s : グアニンの秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からアシクロビルの保持時間の約 8 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認: 試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たアシクロビルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のアシクロビルのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グアニンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 6.0 % 以下 (50 mg, 電量滴定法)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びアシクロビル標準品 (別途本品と同様の方

法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 20 mg ずつを精密に量り、それぞれ希水酸化ナトリウム試液 1 mL に溶かし、移動相を加えてそれぞれ正確に 20 mL 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 10 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のアシクロビルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アシクロビル ($C_8H_{11}N_5O_3$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S)$

W_s : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (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 3 μ m 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てんする。

カラム温度: 20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 1-デカンスルホン酸ナトリウム 1.0 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 6.0 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 3.0 に調整する。この液にアセトニトリル 40 mL を加える。

流量: アシクロビルの保持時間が約 3 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 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、グアニンの希水酸化ナトリウム試液溶液 (1 \rightarrow 4000) 2 mL を加え、移動相を加えて 100 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アシクロビル、グアニンの順に溶出し、その分離度は 17 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アシクロビルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 アセメタシンの条の次に次の二条を加える。

アセメタシンカプセル

Acemetacin Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$: 415.82) を含む。

製法 本品は「アセメタシン」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い「アセメタシン」0.1 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、メタノールを減圧で留去する。残留物にメタノール 1 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアセメタシン 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 μ L 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。次にヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/酢酸 (100) 混液 (3:2:1) を展開溶媒として約 10 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、内容物を取り出し、メタノール 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、1 mL 中にアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 約 0.6 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50)$$

W_s : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 1000)

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V' mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 約 33 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 319 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 約 30 mg に対応する量を精密に量り、メタノール 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50

mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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アセメタシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の量 (mg) = $W_s \times (Q_T / Q_S)$

W_s : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 酢酸 (100) 6 g に水を加えて 1000 mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 100 mL に溶かした液を加えて pH 3.2 に調整する。この液 200 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量: アセメタシンの保持時間が約 7 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: アセメタシン 75 mg 及びインドメタシン 75 mg をメタノール 50 mL に溶かす。この液 2 mL に内標準溶液 2 mL を加え、更にメタノールを加えて 50 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アセメタシン、インドメタシン、内標準物質の順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質の分離度はそれぞれ 3 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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アセメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

アセメタシン錠

Acemetacin Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$: 415.82) を含む。

製法 本品は「アセメタシン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アセメタシン」0.1 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、メタノールを減圧で留去する。残留物をメタノール 1 mL に溶かし、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアセメタシン 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 μ L 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。次にヘキササン/4-メチル-2-ペンタノン/酢酸 (100) 混液 (3:2:1) を展開溶媒として約 10 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 3 mL を加え、錠剤が崩壊するまで振り混ぜる。次にメタノール 15 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、1 mL 中にアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 約 1.2 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 25)$$

W_s : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 250)

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V' mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 約 33 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 319 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のアセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 約 0.6 g に対応する量を精密に量り、メタノール 120 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間

乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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アセメタシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) の量 (mg)
 $= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 20$

W_S : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 250)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 酢酸 (100) 6 g に水を加えて 1000 mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 100 mL に溶かした液を加えて pH 3.2 に調整する。この液 200 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量: アセメタシンの保持時間が約 7 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: アセメタシン 75 mg 及びインドメタシン 75 mg を、メタノール 50 mL に溶かす。この液 4 mL に内標準溶液 1 mL を加え、更にメタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アセメタシン、インドメタシン、内標準物質の順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質の分離度は、それぞれ 3 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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アセメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 アゼラスチン塩酸塩の条の次に次の一条を加える。

アゼラスチン塩酸塩顆粒

Azelastine Hydrochloride Granules

塩酸アゼラスチン顆粒

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するアゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$; 418.36) を含む。

製法 本品は「アゼラスチン塩酸塩」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「アゼラスチン塩酸塩」2 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え、30 分間超音波処理し、冷後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 283 ~ 287 nm に吸収の極大を示す。

溶出性 (6.10) 試験液に pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品の表示量に従いアゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) 約 1 mg に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アゼラスチンを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のアゼラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 5)$$

W_S : 定量用塩酸アゼラスチンの秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のアゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アゼラスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アゼラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

定量法 本品のアゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 20 分間超音波処理し、エタノール (99.5) 40 mL を加えた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にエタノール (99.5) を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アゼラスチンを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL 及びエタノール (99.5) 40 mL を加えた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にエタノール (99.5) を加え

て 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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アゼラスチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{アゼラスチン塩酸塩 (C}_{22}\text{H}_{24}\text{ClN}_5\text{O} \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ = W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$$

W_S : 定量用塩酸アゼラスチンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル 0.2 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 285 nm)

カラム: 内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めた酢酸 (100) (1 \rightarrow 250) 溶液 (1 \rightarrow 500) 混液 (11:9)

流量: アゼラスチンの保持時間が約 6 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アゼラスチン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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アゼラスチンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

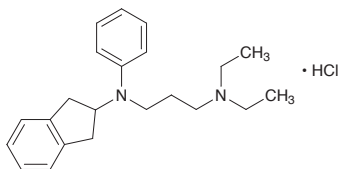
貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 亜ヒ酸パスタの条の次に次の二条を加える。

アプリンジン塩酸塩

Aprindine Hydrochloride

塩酸アプリンジン



$\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$: 358.95

N-(2,3-Dihydro-1*H*-inden-2-yl)-*N*',*N*'-diethyl-*N*-phenylpropane-1,3-diamine monohydrochloride
[33237-74-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、アプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末であり、味は苦く、舌を麻ひする。

本品は水、メタノール又は酢酸 (100) に極めて溶けやす

く、エタノール (99.5) に溶けやすい。

本品は光によって徐々に褐色となる。

確認試験

(1) 本品 10 mg を塩酸の薄めたエタノール (1 \rightarrow 2) 溶液 (1 \rightarrow 125) に溶かし、50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 50) 5 mL に希硝酸 1 mL を加えた液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する。

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 6.4 ~ 7.0 である。

融点〈2.60〉 127 ~ 131 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 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 0.10 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 25 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 100 mL とし、標準溶液とする。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、試料溶液のアプリンジン以外のピークの面積は、標準溶液のアプリンジンのピーク面積の 1/10 より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 3.40 g を水 500 mL に溶かし、塩酸を加えて pH 3.0 に調整した液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量: アプリンジンの保持時間が約 6 分になるよう調整する。

面積測定範囲: アプリンジンの保持時間の約 4 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 10 mL とする。この液 10 μ L から得たアプリンジンのピーク面積が、標準溶液のアプリンジンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件

で操作するとき、アプリンジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

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、アプリンジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60°C, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.90 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

アプリンジン塩酸塩カプセル

Aprindine Hydrochloride Capsules

塩酸アプリンジンカプセル

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するアプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$: 358.95) を含む。

製法 本品は「アプリンジン塩酸塩」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 268 nm 及び 271 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、内容物を取り出し、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) 30 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中にアプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 約 0.2 mg を含む液となるように塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加えて正確に V mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

アプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V / 250)$$

W_s : 定量用塩酸アプリンジンの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にアプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 約 11 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量

用塩酸アプリンジンを 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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) により試験を行い、それぞれの液のアプリンジンのピーク面積 A_T 及び A_s を測定する。

アプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$$

W_s : 定量用塩酸アプリンジンの秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のアプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.40 g を水 500 mL に溶かし、塩酸を加えて pH 3.0 に調整した液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量：アプリンジンの保持時間が約 6 分になるよう調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アプリンジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アプリンジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。アプリンジン塩酸塩 ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) 60 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加え、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アプリンジンを 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

アプリンジン塩酸塩 ($C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_s) \times 2$

W_s : 定量用塩酸アプリンジンの秤取量 (mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

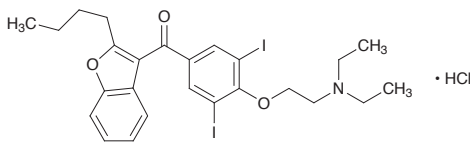
容器 気密容器。

医薬品各条の部 アマンタジン塩酸塩の条の次に次の二条を加える。

アミオダロン塩酸塩

Amiodarone Hydrochloride

塩酸アミオダロン



$C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$: 681.77

(2-Butylbenzofuran-3-yl){4-[2-(diethylamino)ethoxy]-3,5-diiodophenyl}methanone monohydrochloride [19774-82-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、アミオダロン塩酸塩 ($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は 80 °C の水に極めて溶けやすく、ジクロロメタンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

融点: 約 161 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、80 °C に加温して溶かし、冷却した液は塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

pH (2.54) 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え、80 °C に加温して溶かし、冷却した液の pH は 3.2 ~ 3.8 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液 (1) 及び (2) より濃くない。

比較液 (1): 塩化コバルト (II) の色の比較原液 1.0 mL、塩化鉄 (III) の色の比較原液 2.4 mL 及び硫酸銅

(II) の色の比較原液 0.4 mL の混液に薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて 10.0 mL とした液 2.5 mL をとり、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて 20 mL とする。

比較液 (2): 塩化コバルト (II) の色の比較原液 0.2 mL、塩化鉄 (III) の色の比較原液 9.6 mL 及び硫酸銅 (II) の色の比較原液 0.2 mL の混液 3.0 mL をとり、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて 100 mL とする。

(2) ヨウ化物 本品 1.50 g に水 40 mL を加え、80 °C に加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、試料原液とする。この液 15 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液 (107 → 10000) 1 mL をそれぞれ正確に加えた後、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に試料原液 15 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL、ヨウ化カリウム溶液 (441 → 5000000) 1 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液 (107 → 10000) 1 mL をそれぞれ正確に加えた後、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。また、別に試料原液 15 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL を正確に加えた後、水を加えて正確に 20 mL とし、対照液とする。試料溶液、標準溶液及び対照液を暗所に 4 時間放置した後、試料溶液及び標準溶液につき、対照液を対照とし、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 における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度の 1/2 より大きくない。

(3) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準溶液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 1 本品 0.5 g をジクロロメタン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別に塩酸 (2-クロロエチル) ジエチルアミン 10 mg をジクロロメタン 50 mL に溶かし、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 5 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。次にジクロロメタン/メタノール/ギ酸混液 (17 : 2 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに次硝酸ピスマス試液を均等に噴霧した後、過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(5) 類縁物質 2 本品 0.125 g を水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1 : 1) 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 20 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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動分析法により測定するとき、試料溶液のアミオダロン以外のピーク面積は、標準溶液のアミオダロンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のアミオダロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアミオダロンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 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てんする。

カラム温度：30℃ 付近の一定温度

移動相：水 800 mL に酢酸（100）3.0 mL を加え、アンモニア水（28）を加えて pH 4.95 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 300 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 400 mL 及び液体クロマトグラフィー用メタノール 300 mL を加える。

流量：アミオダロンの保持時間が約 24 分になるように調整する。

面積測定範囲：アミオダロンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 25 mL とする。この液 10 μL から得たアミオダロンのピーク面積が、標準溶液のアミオダロンのピーク面積の 14～26% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アミオダロンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

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、アミオダロンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

（6） 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量（2.41） 0.5% 以下（1 g，減圧・0.3 kPa 以下，50℃，4 時間）。

強熱残分（2.44） 0.1% 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸（100）混液（3：1）40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定（2.50）する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 68.18 mg $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

アミオダロン塩酸塩錠

Amiodarone Hydrochloride Tablets

塩酸アミオダロン錠

本品は定量するとき、表示量の 93.0～107.0% に対応するアミオダロン塩酸塩（ $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ；681.77）を含む。

製法 本品は「アミオダロン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法で得た試料原液 1 mL に移動相を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法（2.24）により吸収スペクトルを測定するとき、波長 239～243 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性（6.02） 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 160 mL を加え、10 分間超音波処理した後、移動相を加えて正確に 200 mL とし、遠心分離する。アミオダロン塩酸塩（ $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ）約 1 mg に対応する容量の上澄液 V mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アミオダロンを 50℃ で 4 時間減圧（0.3 kPa 以下）乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 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）により試験を行い、それぞれの液のアミオダロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アミオダロン塩酸塩（ $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (8 / V)$$

W_S ：定量用塩酸アミオダロンの秤取量（mg）

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アミオダロンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

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、アミオダロンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出性（6.10） 試験液に pH 4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80% 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にアミオダロン塩酸塩（ $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ）約 11 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アミオダロンを 50℃ で 4 時間減圧（0.3 kPa 以下）乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試験液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液 2 mL にメタノールを加えて 20 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法（2.24）により試験を行い、波長 241 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アミオダロン塩酸塩 ($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$$

W_s : 定量用塩酸アミオダロンの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のアミオダロン塩酸塩 ($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アミオダロン塩酸塩 ($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、移動相 80 mL を加え、10 分間超音波処理した後、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料原液とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アミオダロンを 50 °C で 4 時間減圧 (0.3 kPa 以下) 乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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アミオダロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アミオダロン塩酸塩 ($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 2$$

W_s : 定量用塩酸アミオダロンの秤取量 (mg)

内標準溶液 塩酸クロルヘキシジンの移動相溶液 (1 \rightarrow 2500)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 242 nm)

カラム: 内径 4 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 50 °C 付近の一定温度

移動相: 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 50)/リン酸混液 (750 : 250 : 1)

流量: アミオダロンの保持時間が約 7 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、アミオダロンの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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アミオダロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液の条発熱性物質の項を削り、製法の項を次のように改める。

アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

製法

| | | |
|-----|------------------|----------|
| (1) | アミドトリゾ酸 (無水物として) | 471.78 g |
| | 水酸化ナトリウム | 5.03 g |
| | メグルミン | 125.46 g |
| | 注射用水 | 適量 |
| | 全量 | 1000 mL |
| (2) | アミドトリゾ酸 (無水物として) | 597.30 g |
| | 水酸化ナトリウム | 6.29 g |
| | メグルミン | 159.24 g |
| | 注射用水 | 適量 |
| | 全量 | 1000 mL |

以上 (1) 又は (2) をとり、注射剤の製法により製する。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 アミノフィリン注射液の条定量法の項 (1) の目を次のように改める。

アミノフィリン注射液

定量法

(1) テオフィリン 本品のテオフィリン ($C_7H_8N_4O_2$) 約 39.4 mg (「アミノフィリン水和物」約 50 mg) に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用テオフィリンを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のテオフィリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

テオフィリン ($C_7H_8N_4O_2$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S)$

W_s : 定量用テオフィリンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 270 nm)

カラム: 内径 6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 薄めた酢酸 (100) (1 \rightarrow 100)/メタノール混液

(4:1)

流量：テオフィリンの保持時間が約 5 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テオフィリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 アムロジピンベシル酸塩の条の次に次の一条を加える。

アムロジピンベシル酸塩錠

Amlodipine Besilate Tablets

ベシル酸アムロジピン錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するアムロジピンベシル酸塩 ($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$: 567.05) を含む。

製法 本品は「アムロジピンベシル酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アムロジピンベシル酸塩」2.5 mg に対応する量を取り、0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液 100 mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 358 ~ 362 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 10 mL を加えて崩壊させ、時々振り混ぜながら、超音波処理により分散させた後、1 mL 中にアムロジピンベシル酸塩 ($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$) 約 69 μ g を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とし、60 分間かき混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、移動相を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

アムロジピンベシル酸塩 ($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 500)$$

W_s : 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液 (3 \rightarrow 20000)

溶出性 別に規定する。

定量法 本品 20 個をとり、水 100 mL を加えて崩壊させ、時々振り混ぜながら、超音波処理により分散させた後、移動相を加えて正確に 1000 mL とし、60 分間かき混ぜる。この液を遠心分離し、アムロジピンベシル酸塩 ($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot$

$C_6H_6O_3S$) 約 0.7 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別にアムロジピンベシル酸塩標準品 (別途「アムロジピンベシル酸塩」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 35 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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アムロジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

アムロジピンベシル酸塩 ($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (1 / 50)$$

W_s : 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液 (3 \rightarrow 20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：237 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/リン酸二水素カリウム溶液 (41 \rightarrow 10000) 混液 (13:7)

流量：アムロジピンの保持時間が約 8 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アムロジピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L 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アムロジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 アモキシシリン水和物の条純度試験の項 (3) の目を次のように改める。

アモキシシリン水和物

純度試験

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をホウ酸溶液 (1 \rightarrow 200) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、ホウ酸溶液 (1 \rightarrow 200) 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 μ L 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) により試験を行い、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、試料溶液のアモキシシリン以外の

各々のピーク面積は、標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10 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てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 750 mL に溶かし、酢酸 (31) を加えて pH 4.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える。

流量：アモキシシリンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

面積測定範囲：アモキシシリンの保持時間の約 4 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、ホウ酸溶液 (1 → 200) を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μL から得たアモキシシリンのピーク面積が、標準溶液のアモキシシリンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アモキシシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 段以上、1.5 以下である。

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、アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 アモキシシリン水和物の条の次に次の一条を加える。

アモキシシリンカプセル

Amoxicillin Capsules

本品は定量するとき、表示された力価の 92.0 ~ 105.0 % に対応するアモキシシリン (C₁₆H₁₉N₃O₅S : 365.40) を含む。

製法 本品は「アモキシシリン水和物」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「アモキシシリン水和物」8 mg (力価) に対応する量を取り、0.01 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品 8 mg (力価) に対応する量を 0.01 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし、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 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にテトラヒドロフラン/水/ギ酸混液 (50 : 5 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのエタノール (95) 溶液 (1 → 20) を均等に噴霧し、110 °C で 15 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶

液から得たスポットは赤紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「アモキシシリン水和物」0.1 g (力価) に対応する量を取り、ホウ酸溶液 (1 → 200) 30 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、ホウ酸溶液 (1 → 200) を加えて 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ホウ酸溶液 (1 → 200) 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、試料溶液のアモキシシリン以外のピーク面積は、標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

「アモキシシリン水和物」の純度試験 (3) の試験条件を準用する。

システム適合性

検出の確認及びシステムの再現性は「アモキシシリン水和物」の純度試験 (3) のシステム適合性を準用する。システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アモキシシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 段以上、1.5 以下である。

水分 (2.48) 15.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、シンカーを使用し、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行うとき、本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「アモキシシリン水和物」約 56 μg (力価) を含む液になるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品約 28 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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) により試験を行い、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アモキシシリン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : アモキシシリン標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1 カプセル中のアモキシシリン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の表示量 [mg(力価)]

試験条件

「アモキシシリン水和物」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき、上記の条件

で操作するとき、アモキシシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

定量法 本品 10 個以上をとり、その質量を精密に量り、内容物を取り出し、内容物を取り出した空のカプセルの質量を精密に量る。本品の表示量に従い「アモキシシリン水和物」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、水 70 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 20 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) により試験を行い、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アモキシシリン ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}$) の量 [mg(力価)]

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$$

W_S : アモキシシリン標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

カラム温度、移動相及び流量は「アモキシシリン水和物」の定量法の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 30 cm のステンレス管に 10 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てんする。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アモキシシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 段以上、1.5 以下である。

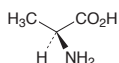
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 アラセプリル錠の条の次に次の一条を加える。

L-アラニン

L-Alanine



$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$: 89.09

(2S)-2-Aminopropanoic acid [56-41-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、L-アラニン ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味はわずかに

甘い。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は 6 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +13.5 ~ +15.5° (乾燥後, 2.5 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.7 ~ 6.7 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 (1.03) 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (1.14) 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム (1.02) 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) 鉄 (1.10) 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、A 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品約 0.5 g を精密に量り、塩酸 0.5 mL 及び水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に L-アスパラギン酸、L-トレオニン、L-セリン、L-グルタミン酸、グリシン、L-アラニン、L-バリン、L-シスチン、L-メチオニン、L-イソロイシン、L-ロイシン、L-チロジン、L-フェニルアラニン、L-リジン塩酸塩、塩化アンモニウム、L-ヒスチジン塩酸塩一水和物及び L-アルギニンをそれぞれ 2.5 mmol に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 1000 mL とし、標準原液とする。この液 5 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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。試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液 1 mL に含まれるアラニン以外のアミノ酸の質量を求め、その質量百分率を算出するとき、アラニン以外の各アミノ酸の量は 0.1 % 以下である。

試験条件

検出器：可視吸光度計 (測定波長：570 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 8 cm のステンレス管に 3 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (Na

型)を充てんする。

カラム温度：57℃ 付近の一定温度

反応槽温度：130℃ 付近の一定温度

反応時間：約 1 分

移動相：移動相 A, 移動相 B, 移動相 C, 移動相 D
及び移動相 E を次の表に従って調製後, それぞれに
カプリル酸 0.1 mL を加える。

| | 移動相 A | 移動相 B | 移動相 C | 移動相 D | 移動相 E |
|-------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| クエン酸一水和物 | 19.80 g | 22.00 g | 12.80 g | 6.10 g | — |
| クエン酸三ナトリウム 二水和物 | 6.19 g | 7.74 g | 13.31 g | 26.67 g | — |
| 塩化ナトリウム | 5.66 g | 7.07 g | 3.74 g | 54.35 g | — |
| 水酸化ナトリウム | — | — | — | — | 8.00 g |
| エタノール (99.5) | 260 mL | 20 mL | 4 mL | — | 100 mL |
| チオジグリコール | 5 mL | 5 mL | 5 mL | — | — |
| ベンジルアルコール | — | — | — | 5 mL | — |
| ラウロマクロゴール 溶液 (1 → 4) | 4 mL | 4 mL | 4 mL | 4 mL | 4 mL |
| 水 | 適量 | 適量 | 適量 | 適量 | 適量 |
| 全量 | 2000 mL | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL |

移動相の切り換え：標準溶液 20 μL につき, 上記の条件で操作するとき, アスパラギン酸, トレオニン, セリン, グルタミン酸, グリシン, アラニン, バリン, シスチン, メチオニン, イソロイシン, ロイシン, チロジン, フェニルアラニン, リジン, アンモニア, ヒスチジン, アルギニンの順に溶出し, イソロイシンとロイシンの分離度が 1.2 以上になるように, 移動相 A, 移動相 B, 移動相 C, 移動相 D 及び移動相 E を順次切り換える。

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 407 g を水に溶かし, 酢酸 (100) 245 mL, 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL 及び水を加えて 2000 mL とし, 10 分間窒素を通じ, (I) 液とする。別に 1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL にニンヒドリン 77 g を加え, 5 分間窒素を通じた後, 水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え, 30 分間窒素を通じる。この液 12 容量に (I) 液 13 容量を加える (用時製する)。

移動相流量：毎分 0.32 mL

反応試薬流量：毎分 0.30 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき, 上記の条件で操作するとき, グリシンとアラニンの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 標準溶液中の各アミノ酸のピーク高さの相対標準偏差は 5.0 % 以下であり, 保持時間の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 (2.41) 0.3 % 以下 (1 g, 105℃, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 90 mg を精密に量り, ギ酸 3 mL に溶かし, 酢酸 (100) 50 mL を加え, 0.1 mol/L 過

塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.909 mg C₃H₇NO₂

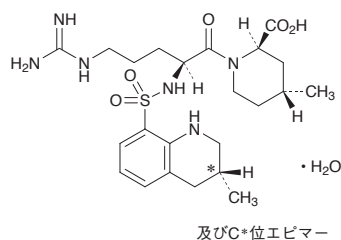
貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 乾燥亜硫酸ナトリウムの条の次に次の一条を加える。

アルガトロバン水和物

Argatroban Hydrate

アルガトロバン



C₂₃H₃₆N₆O₅S · H₂O : 526.65

(2*R*, 4*R*)-4-Methyl-1-((2*S*)-2-[[3*RS*]-3-methyl-1, 2, 3, 4-tetrahydroquinolin-8-yl]sulfonyl]amino-5-guanidinopentanoyl) piperidine-2-carboxylic acid monohydrate [141396-28-3]

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, アルガトロバン (C₂₃H₃₆N₆O₅S : 508.63) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, 味は苦い。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく, メタノールにやや溶けにくく, エタノール (99.5) に溶けにくく, 水に極めて溶けにくい。

本品は光によって徐々に分解する。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 20000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +175 ~ +185° (脱水物に換算したものの 0.2 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 2.0 g をとり, 第 4 法により灰化する。冷後, 残留物に希塩酸 10 mL を加え, 水浴上で加温して溶かす。これを検液とし, 試験を行う。ただし, 硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10

mL を加えた後、過酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 1 本品 50 mg をメタノール 40 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、アルガトロバン以外のピークの面積はそれぞれ 0.1 % 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸 (100) 2.5 mL に水を加えて 1000 mL とし、アンモニア試液を加えて pH 5.0 に調整する。この液 500 mL にメタノール 500 mL を加える。

移動相 B：酢酸 (100) 2.5 mL に水を加えて 1000 mL とし、アンモニア試液を加えて pH 5.0 に調整する。この液 200 mL にメタノール 800 mL を加える。

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 5 | 100 | 0 |
| 5 ~ 35 | 100 \rightarrow 5 | 0 \rightarrow 95 |

流量：毎分約 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルガトロバンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL に移動相 A を加えて 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たアルガトロバンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のアルガトロバンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：本品 5 mg 及び安息香酸メチル 5 μ L をメタノール 40 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL にメタノール 40 mL 及び水を加えて 100 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、安息香酸メチル、アルガトロバンの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アルガトロバンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(4) 類縁物質 2 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正

確に量り、メタノールを加えて正確に 50 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 10 μ L 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。次にメタノール/酢酸エチル/水混液 (10 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 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以外のスポットは 2 個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 2.5 ~ 4.5 % (0.2 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 50 mg をメタノール 50 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L 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、保持時間 40 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち、保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき、 $A_b / (A_a + A_b)$ は 0.30 ~ 0.40 である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 6.0 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水 500 mL にメタノール 500 mL、薄めた 40 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 (1 \rightarrow 4) 13 mL 及びリン酸 0.68 mL を加えた後、アンモニア試液及び薄めたアンモニア水 (28) (1 \rightarrow 20) を加えて pH 6.8 に調整する。

流量：アルガトロバンの 2 つのピークのうち、先に溶出するピークの保持時間が約 40 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：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、2 つのピークの間隔度は 1.2 以上である。

システムの再現性：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アルガトロバンの 2 つに分離したピークの合計面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 20 mL に溶かし、非水滴定用アセトン 40 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.86 mg $C_{25}H_{36}N_6O_5S$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 アロプリノールの条の次に次の一条を加える。

アロプリノール錠

Allopurinol Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するアロプリノール ($C_5H_4N_4O$: 136.11) を含む。

製法 本品は「アロプリノール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長 248 ~ 252 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「アロプリノール」0.1 g に対応する量を取り、ジエチルアミン溶液 (1 → 10) 5 mL を加え、よく振り混ぜ、メタノール 5 mL を加えた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアロプリノール 0.1 g をジエチルアミン溶液 (1 → 10) 5 mL に溶かし、メタノール 5 mL を加え、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 2.5 μ L 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 2-ブタノン/アンモニア水 (28)/2-メトキシエタノール混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10 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、試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい。

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 V /10 mL を加え、よく振り混ぜた後、10 分間超音波処理する。冷後、1 mL 中にアロプリノール ($C_5H_4N_4O$) 約 0.5 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とし、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アロプリノールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 250 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アロプリノール ($C_5H_4N_4O$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_s : 定量用アロプリノールの秤取量 (mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出

液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にアロプリノール ($C_5H_4N_4O$) 約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用アロプリノールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 11 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 250 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アロプリノール ($C_5H_4N_4O$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_s : 定量用アロプリノールの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のアロプリノール ($C_5H_4N_4O$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アロプリノール ($C_5H_4N_4O$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、10 分間超音波処理する。冷後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アロプリノールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かした後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 250 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アロプリノール ($C_5H_4N_4O$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S)$

W_s : 定量用アロプリノールの秤取量 (mg)

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 イオタラム酸ナトリウム注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

イオタラム酸ナトリウム注射液

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉 直接法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 イオタラム酸メグルミン注射液の条エンドトキシンの項を削り、採取容量の項の次に次の三項を加える。

イオタラム酸メグルミン注射液

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき、適合する。
不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。
無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 イセパマイシン硫酸塩の条の次に次の一条を加える。

イセパマイシン硫酸塩注射液

Isepamicin Sulfate Injection
硫酸イセパマイシン注射液

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に対応するイセパマイシン(C₂₂H₄₃N₅O₁₂:569.60)を含む。

製法 本品は「イセパマイシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「イセパマイシン硫酸塩」20 mg(力価)に対応する容量をとり、水を加えて10 mLとし、試料溶液とする。別にイセパマイシン硫酸塩標準品20 mg(力価)に対応する量をとり、水10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、「イセパマイシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する。

浸透圧比 別に規定する。

pH(2.54) 5.5～7.5

純度試験 類縁物質 定量法で得た試料溶液5 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、イセパマイシンに対する相対保持時間約0.3のイソセリンは2.0%以下、イセパマイシンに対する相対保持時間約1.3のゲンタマイシンBは4.0%以下である。ただし、ゲンタマイシンBのピーク面積は、感度係数1.11を乗じて補正する。

試験条件

装置、検出器、カラム、カラム温度、反応コイル、移動相、反応試薬、反応温度、移動相流量及び反応試液流量は「イセパマイシン硫酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「イセパマイシン硫酸塩」の定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：試料溶液1 mLに水を加えて10 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に10 mLとする。この液5 μLから得たイセパ

イシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のイセパマイシンのピーク面積の7～13%になることを確認する。

エンドトキシシ(4.01) 0.50 EU/mg(力価)未満。

採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 本品の「イセパマイシン硫酸塩」約0.2 g(力価)に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別にイセパマイシン硫酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。以下「イセパマイシン硫酸塩」の定量法を準用する。

イセパマイシン(C₂₂H₄₃N₅O₁₂)の量[mg(力価)]
= W_s × (A_T / A_S) × 10

W_s：イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法 容器 密封容器。

有効期間 製造後24箇月。

医薬品各条の部 イソニアジド錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

イソニアジド錠

製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品1個をとり、1 mL中にイソニアジド(C₆H₇N₃O)約0.5 mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし、よく振り混ぜて崩壊させる。この液をろ過し、初めのろ液10 mLを除き、次のろ液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

イソニアジド(C₆H₇N₃O)の量(mg)
= W_s × (A_T / A_S) × (V / 100)

W_s：定量用イソニアジドの秤取量(mg)

医薬品各条の部イソニアジド注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

イソニアジド注射液

エンドトキシシ(4.01) 0.50 EU/mg未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

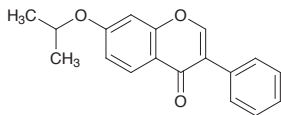
不溶性微粒子〈6.07〉試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 イプラトロピウム臭化物水和物の条の次に次の四条を加える。

イプリフラボン

Ipriflavone



$C_{18}H_{16}O_3$: 280.32

7-(1-Methylethyl)oxy-3-phenyl-4H-chromen-4-one
[35212-22-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、イプリフラボン ($C_{18}H_{16}O_3$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光により徐々に黄色となる。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイプリフラボン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイプリフラボン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点〈2.60〉 116 ~ 119 °C

純度試験

(1) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う。ただし、検液の調製には塩酸 3 mL の代わりに希塩酸 10 mL を用い、標準色の調製にはヒ素標準液 1.0 mL を用いる (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 30 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かす。この液 5 mL をとり、アセトニトリルを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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〉により試験を行い、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、試料溶液のイプリフラボン以外のピークの面積は、

標準溶液のイプリフラボンのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、試料溶液のイプリフラボン以外のピークの合計面積は、標準溶液のイプリフラボンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度及び流量は、定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイプリフラボンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L から得たイプリフラボンのピーク面積が、標準溶液のイプリフラボンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イプリフラボンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イプリフラボンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びイプリフラボン標準品を乾燥し、その約 30 mg ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリルに溶かし、正確に 50 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、アセトニトリルを加えて 50 mL 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 20 μ L 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イプリフラボンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イプリフラボン ($C_{18}H_{16}O_3$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S : イプリフラボン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトニトリル溶液 (1 → 100)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクテシル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液 (3 : 2)

流量：イプリフラボンの保持時間が約 6 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イプリフラボン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L 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イプリフラボンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器

イプリフラボン錠

Ipriflavone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するイプリフラボン (C₁₈H₁₆O₃: 280.32) を含む。

製法 本品は「イプリフラボン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イプリフラボン」11 mg に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm 及び 297 ~ 301 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

溶出性 別に規定する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イプリフラボン (C₁₈H₁₆O₃) 約 30 mg に対応する量を精密に量り、アセトニトリル 30 mL を加え、15 分間激しく振り混ぜた後、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、アセトニトリルを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にイプリフラボン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、アセトニトリルを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。以下「イプリフラボン」の定量法を準用する。

イプリフラボン (C₁₈H₁₆O₃) の量 (mg) = $W_s \times (Q_r / Q_s)$

W_s : イプリフラボン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトニトリル溶液 (1 → 100)

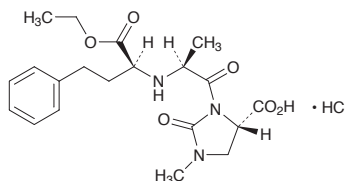
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

イミダプリル塩酸塩

Imidapril Hydrochloride

塩酸イミダプリル



C₂₀H₂₇N₃O₆ · HCl : 441.91

(4S)-3-{(2S)-2-[(1S)-1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropylamino]propanoyl}-1-methyl-2-oxoimidazolidine-4-carboxylic acid monohydrochloride [89396-94-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、イミダプリル塩酸塩 (C₂₀H₂₇N₃O₆ · HCl) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶である。

本品はメタノールに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくい。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は約 2 である。

融点: 約 203 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 50) 3 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -65.0 ~ -69.0° (乾燥後, 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 4 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 25 mg を移動相 50 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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、試料溶液のイミダプリルのピークに対する相対保持時間約 0.45 のピーク面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 2/5 より大きくなく、試料溶液のイミダプリル及び上記のピーク以外のピーク面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 1/5 より大きくない。また、試料溶液のイミダプリル以外のピークの合計面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.7 に調整する。この液 600 mL にメタノール 400 mL を加える。

流量：イミダプリルの保持時間が約 8 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イミダプリルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μL から得たイミダプリルのピーク面積が、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で第一当量点から第二当量点まで滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 44.19 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 密閉容器。

イミダプリル塩酸塩錠

Imidapril Hydrochloride Tablets

塩酸イミダプリル錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するイミダプリル塩酸塩 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$: 441.91) を含む。
製法 本品は「イミダプリル塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イミダプリル塩酸塩」25 mg に対応する量を取り、エタノール (99.5) 5 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に塩酸イミダプリル 25 mg をエタノール (99.5) 5 mL に溶かし、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 10 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 1-ブタノール/酢酸エチル/水/エタノール (99.5)/酢酸 (100) 混液 (16 : 16 : 7 : 2 : 2) を展開溶媒として約 13 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及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「イミダプリル塩酸塩」25 mg に対応する量を取り、薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) 40 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) を加えて 50 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) 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 20 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、試料溶液のイミダプリルのピークに対する相対保持時間約 0.45 のピーク面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積より大きくなく、相対保持時間約 0.8 のピーク面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 7/10 より大きくなく、試料溶液のイミダプリル及び上記のピーク以外のピーク面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 3/10 より大きくない。また、試料溶液のイミダプリル以外のピークの合計面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダプリルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μL から得たイミダプリルのピーク面積が、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 2V/5 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中にイミダプリル塩酸塩 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) 約 0.1 mg を含む液となるように薄めたメタノール (2 \rightarrow 3) を加えて正確に V mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸イミダプリルを 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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) により試験を行い、それぞれの液のイミダプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

イミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_s : 定量用塩酸イミダプリルの秤取量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 5000 段以上, 1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い, パドル法により, 毎分 50 回転で試験を行うとき, 本品の 45 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品 1 個をとり, 試験を開始し, 規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり, 孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液 V mL を正確に量り, 表示量に従い 1 mL 中にイミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) 約 2.8 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし, 試料溶液とする。別に定量用塩酸イミダプリルを 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し, その約 28 mg を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L 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) により試験を行い, それぞれの液のイミダプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

イミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$$

W_s : 定量用塩酸イミダプリルの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のイミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 5000 段以上, 1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり, その質量を精密に量り, 粉末とする。イミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) 約 20 mg に対応する量を精密に量り, 薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) 30 mL を加え, 更に内標準溶液 5 mL を正確に加えて 10 分間激しく振り混ぜた後, 薄めたメタノール (2 \rightarrow 5)

を加えて 50 mL とし, 孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 2 mL を除き, 次のろ液 5 mL を量り, 薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) を加えて 20 mL とし, 試料溶液とする。別に定量用塩酸イミダプリルを 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し, その約 20 mg を精密に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かした後, 薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) を加えて 50 mL とする。この液 5 mL を量り, 薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) を加えて 20 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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イミダプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イミダプリル塩酸塩 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S)$

W_s : 定量用塩酸イミダプリルの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール (2 \rightarrow 5) 溶液 (1 \rightarrow 500)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 1000 mL に溶かし, リン酸を加えて pH 2.7 に調整する。この液 600 mL にメタノール 400 mL を加える。

流量: イミダプリルの保持時間が約 8 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, イミダプリル, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 4 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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イミダプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

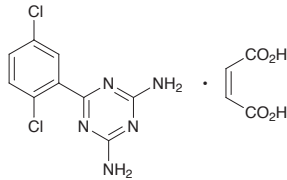
貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 注射用イミベネム・シラスチンナトリウムの条の次に次の三条を加える。

イルソグラジンマレイン酸塩

Irsogladine Maleate

マレイン酸イルソグラジン



$C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$: 372.16

6-(2,5-Dichlorophenyl)-1,3,5-triazine-2,4-diamine monomaleate [84504-69-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、イルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味はやや苦い。

本品は酢酸 (100) 又はエチレングリコールにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 20 mg をメタノールに溶かし、20 mL とする。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とする。更にこの液 2 mL を量り、水を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 10 mg を希塩酸 1 mL 及び水 4 mL に溶かし、過マンガン酸カリウム試液 3 滴を加えるとき、試液の色は直ちに消える。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 4 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 50 mg をエチレングリコール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エチレングリコールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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、試料溶液のマレイン酸及びイルソグラジン以外のピークの面積は、標準溶液のイルソグラジンのピーク面積の 1/10 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：250 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 7.5 cm のステンレス管に 3 μ m 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てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸溶液 (1 → 1000)/メタノール混液 (4 : 1)

流量：イルソグラジンの保持時間が約 8 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イルソグラジンの保持時間の約 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、エチレングリコールを加えて正確に 10 mL とする。この液 5 μ L から得たイルソグラジンのピーク面積が、標準溶液のイルソグラジンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イルソグラジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イルソグラジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 25 mL に溶かし、無水酢酸 25 mL を加えた後、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 18.61 mg $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$

貯法 容器 密閉容器。

イルソグラジンマレイン酸塩細粒

Irsogladine Maleate Fine Granules

マレイン酸イルソグラジン細粒

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するイルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$: 372.16) を含む。

製法 本品は「イルソグラジンマレイン酸塩」をとり、散剤の製法により微粒状に製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イルソグラジンマレイン酸塩」2 mg に対応する量を取り、メタノール 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にマレイン酸イルソグラジン 2 mg をメタノール 5 mL に溶かし、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 10 μ L 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。次に石油エーテル/アセトン/酢酸 (100) 混液 (12 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、水 2 mL を加えた後、イルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 1 mg 当たりメタノール 2 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間超音波処理した後、1 mL 中にイルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 約 40 μg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105°C で 4 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 210 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 500)$$

W_S : 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品の表示量に従いイルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 約 4 mg に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105°C で 4 時間乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 210 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$$

W_S : 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のイルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

定量法 本品を粉末とし、イルソグラジンマレイン酸塩

($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 約 5 mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、分散するまで振り混ぜた後、水 5 mL を加える。更にエチレングリコール 25 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間超音波処理した後、エチレングリコールを加えて 50 mL とする。この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105°C で 4 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、エチレングリコールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、水 5 mL 及びエチレングリコールを加えて 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イルソグラジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$$

W_S : 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液 (1 → 2500)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 250 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (750 : 250 : 3)

流量: イルソグラジンの保持時間が約 9 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、イルソグラジン、内標準物質の順に溶出し、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、内標準物質のピーク面積に対するイルソグラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

イルソグラジンマレイン酸塩錠

Irsogladine Maleate Tablets

マレイン酸イルソグラジン錠

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するイルソグラジンマレイン酸塩 ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$: 372.16) を含む。

製法 本品は「イルソグラジンマレイン酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イルソグラジンマ

レイン酸塩」2 mg に対応する量を取り、メタノール 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にマレイン酸イルソグラジン 2 mg をメタノール 5 mL に溶かし、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 10 μ L 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。次に石油エーテル/アセトン/酢酸（100）混液（12：4：1）を展開溶媒として約 10 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 2 mL を加えた後、イルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）1 mg 当たりメタノール 2 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間超音波処理した後、1 mL 中にイルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）約 40 μ g を含む液となるように水を加え、正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。この液を孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 210 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）の量（mg）

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 500)$$

W_s ：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量（mg）

溶出性〈6.10〉 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にイルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）約 2.2 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その 20 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 210 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$$

W_s ：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量（mg）

C ：1 錠中のイルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）約 5 mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、分散するまで振り混ぜた後、水 5 mL を加える。更にエチレングリコール 25 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間超音波処理した後、エチレングリコールを加えて 50 mL とする。この液を孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、エチレングリコールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、水 5 mL 及びエチレングリコールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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イルソグラジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イルソグラジンマレイン酸塩（ $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ）の量（mg）

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$$

W_s ：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液（1 \rightarrow 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（750：250：3）

流量：イルソグラジンの保持時間が約 9 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イルソグラジン、内標準物質の順に溶出し、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 μ L 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イルソグラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 インジゴカルミン注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

インジゴカルミン注射液

エンドトキシン〈4.01〉 7.5 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

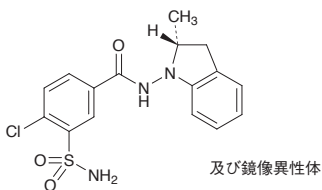
不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき、適合する。
不溶性微粒子〈6.07〉 第2法により試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液の条の次に次の二条を加える。

インダパミド

Indapamide



$C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$: 365.83

4-Chloro-N-[(2*RS*)-2-methyl-2,3-dihydro-1*H*-indol-1-yl]-3-sulfamoylbenzamide [26807-65-8]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、インダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 10) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインダパミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインダパミド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

融点 (2.60) 167 ~ 171 °C

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.5 g に水 50 mL を加えて 15

分間振り混ぜた後、氷水中で 30 分間放置し、ろ過する。ろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.01 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をエタノール (99.5) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液 (1) とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 10 μ L 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。直ちに酢酸エチル/シクロヘキサン/酢酸 (100) 混液 (100 : 80 : 1) を展開溶媒として約 10 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以外のスポットは、標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た各類縁物質のスポットの濃さを標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) と比較して各類縁物質の量を求めるとき、その合計は 2.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 3.0 % 以下 (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 110 °C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びインダパミド標準品 (別途本品と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 20 mg ずつを精密に量り、それぞれを水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 2 mL ずつを正確に加え、更に水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) を加えて 20 mL 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 10 μ L 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インダパミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

インダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S)$$

W_s : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) 溶液 (3 → 1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 287 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸 (1 → 1000)/アセトニトリル/メタノール混液 (6 : 3 : 1)

流量：インダパミドの保持時間が約 6 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、インダパミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L 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インダパミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

インダパミド錠

Indapamide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 103.0 % に対応するインダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$; 365.83) を含む。

製法 本品は「インダパミド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「インダパミド」10 mg に対応する量を取り、酢酸エチル 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にインダパミド標準品 10 mg を酢酸エチル 5 mL に溶かし、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 10 μ L 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。直ちに酢酸エチル/シクロヘキサノール/酢酸 (100) 混液 (100 : 80 : 1) を展開溶媒として約 10 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及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、内標準溶液 $V/10$ mL を正確に加え、1 mL 中にインダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$) 約 0.1 mg を含む液となるように水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) を加えて V mL とし、振り混ぜて崩壊させた後、10 分間超音波処理する。更に 10 分間振り混ぜ、遠心分離した後、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

インダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 200)$$

W_s : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) 溶液 (3 \rightarrow 1000)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、1 mg 錠の 45 分間の溶出率及び 2 mg 錠の 90 分間の溶出率は、それぞれ 70

% 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にインダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$) 約 1.1 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にインダパミド標準品 (別途「インダパミド」と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 20 mg を精密に量り、エタノール (99.5) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L 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) により試験を行い、インダパミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

インダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 2)$$

W_s : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のインダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$) の表示量 (mg)

試験条件

「インダパミド」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、インダパミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3500 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、インダパミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

定量法 本品 20 個をとり、水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) 80 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させた後、10 分間超音波処理する。更に 10 分間振り混ぜた後、水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とする。インダパミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_5S$) 約 2 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) を加えて 20 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にインダパミド標準品 (別途「インダパミド」と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 20 mg を精密に量り、水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) に溶かし正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確にとり、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) を加え、20 mL とし、標準溶液とする。以下「インダパミド」の定量法を準用する。

インダバミド ($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_s : 乾燥物に換算したインダバミド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 溶液 (3 → 1000)

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 インドメタシン坐剤の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

インドメタシン坐剤

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、メタノール/酢酸 (100) 混液 (200:1) 80 mL を加え、加温して溶かし、メタノール/酢酸 (100) 混液 (200:1) を加えて正確に 100 mL とする。この液のインドメタシン ($C_{19}H_{16}ClNO_4$) 約 2 mg に対応する容量 V mL を正確に量り、メタノール/酢酸 (100) 混液 (200:1) を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にインドメタシン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、メタノール/酢酸 (100) 混液 (200:1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、メタノール/酢酸 (100) 混液 (200:1) 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につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 320 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

インドメタシン ($C_{19}H_{16}ClNO_4$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (2 / V)$

W_s : インドメタシン標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 ウベニメクスの条の次に次の一条を加える。

ウベニメクスカプセル

Ubenimex Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93.0 % ~ 107.0 % に対応するウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$: 308.37) を含む。

製法 本品は「ウベニメクス」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「ウベニメクス」25 mg に対応する量を取り、水を加えて 50 mL とし、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm, 255 ~ 259 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水/アセトニトリル混液 (7:3) 30 mL を加え、30 分間よく振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液のウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) 約 3 mg に対応する容量 V mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ウベニメクスを 80°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7:3) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 15 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、水/アセトニトリル混液 (7:3) 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 20 μ L 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ウベニメクスのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (1 / V) \times (15 / 2)$

W_s : 定量用ウベニメクスの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの水/アセトニトリル混液 (7:3) 溶液 (1 → 2000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システムの適合性

システムの性能: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ウベニメクス、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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ウベニメクスのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、シンカーを使用し、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) 約 11 μ g を含む液となるように水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用ウベニメクスを 80°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7:3) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (7:3) 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 50 μ L 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) により試験を行い、ウベニメクスのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$

W_s : 定量用ウベニメクスの秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ウベニメクスのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 3000 段以上, 2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ウベニメクスのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品 10 個をとり, 水/アセトニトリル混液 (7:3) 140 mL を加え, 30 分間よく振り混ぜた後, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて正確に 200 mL とする。この液を遠心分離し, ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き, 次のろ液のウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) 約 7.5 mg に対応する容量を正確に量り, 内標準溶液 10 mL を正確に加えた後, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする。別に定量用ウベニメクスを 80°C で 4 時間減圧乾燥し, その約 30 mg を精密に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3) に溶かし, 正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 内標準溶液 10 mL を正確に加えた後, 水/アセトニトリル混液 (7:3) 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 20 μ L 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ウベニメクスのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ウベニメクス ($C_{16}H_{24}N_2O_4$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (1/4)$$

W_s : 定量用ウベニメクスの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの水/アセトニトリル混液 (7:3) 溶液 (1 → 2000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 200 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 30°C 付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸 (1 → 100)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (83:17)

流量: ウベニメクスの保持時間が約 8 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ウベニメクス, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 10 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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ウベニメクスのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ウルソデオキシコール酸の条基原の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項及び定量法の項を次のように改める。

ウルソデオキシコール酸

本品を乾燥したものは定量するとき, ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は粉末で, 味は苦い。

本品はメタノール, エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 硫酸塩 (1.14) 本品 2.0 g を酢酸 (100) 20 mL に溶かし, 水を加えて 200 mL とし, 10 分間放置する。この液をろ過し, 初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液を試料溶液とする。試料溶液 40 mL に希硫酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に酢酸 (100) 4 mL, 希硫酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(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) バリウム 本品 2.0 g に水 100 mL 及び塩酸 2 mL を加え, 2 分間煮沸し, 冷後, ろ過し, ろ液が 100 mL になるまで水で洗う。この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき, 液は混濁しない。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり, メタノール 1 mL に溶かし, アセトンを加えて正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り, それぞれアセトンを加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液 (A) 及び標準溶液 (B) とする。別に薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸 50 mg をとり, メタノール 5 mL に溶かし, アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 20 mL とし標準溶液 (1) とする。更に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸 25 mg をとり, メタノール 5 mL に溶かし, アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 10 mL とし, 標準溶液 (2) 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, 標準溶液 (1), 標準溶液 (2), 標準溶液 (A) 及び標

準溶液 (B) 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオクタン/エタノール (99.5)/酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (10:6:3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。更に 120 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥後、直ちに、リンモリブデン酸 *n* 水和物 5 g をエタノール (99.5) 約 50 mL に溶かして、硫酸 5 mL を滴下し、更にエタノール (99.5) を加えて 100 mL とした液を均等に噴霧し、120 $^{\circ}$ C で 3 ~ 5 分間加熱するとき、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) のスポットより濃くなく、試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液 (B) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液 (A) 及び標準溶液 (B) から得たスポットと比較して総量を求めるとき、0.25 % 以下である。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、エタノール (95) 40 mL 及び水 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

医薬品各条の部 ウルソデオキシコール酸の条の次に次の二条を加える。

ウルソデオキシコール酸顆粒

Ursodeoxycholic Acid Granules

ウルソデオキシコール酸顆粒

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$; 392.57) を含む。

製法 本品は「ウルソデオキシコール酸」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ウルソデオキシコール酸」20 mg に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加えて 20 分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液 4 mL をとり、減圧で留去する。残留物にアセトン 4 mL を加え、超音波処理により分散させた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にウルソデオキシコール酸 10 mg をアセトン 5 mL に溶かし、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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオクタン/エタノール (99.5)/酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (10:6:3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。更に 120 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥後、直ちにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール (99.5) 溶液 (1 \rightarrow 5) を均等に噴霧し、120 $^{\circ}$ C で 3 ~ 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの *R_f* 値は等しい。

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、

パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品の表示量に従いウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用ウルソデオキシコール酸を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 225$$

W_S : 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

定量法 本品を粉末とし、ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用ウルソデオキシコール酸を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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ウルソデオキシコール酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S)$$

W_S : 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量 (mg)

内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール (4 \rightarrow 5) 溶液 (7 \rightarrow 200000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 500）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約 6 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L 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ウルソデオキシコール酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

ウルソデオキシコール酸錠

Ursodeoxycholic Acid Tablets

ウルソデスオキシコール酸錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ：392.57）を含む。

製法 本品は「ウルソデオキシコール酸」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ウルソデオキシコール酸」20 mg に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加えて 20 分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液 4 mL をとり、減圧で留去する。残留物にアセトン 4 mL を加え、超音波処理により分散させた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にウルソデオキシコール酸 10 mg をアセトン 5 mL に溶かし、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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオクタン/エタノール（99.5）/酢酸エチル/酢酸（100）混液（10：6：3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。更に 120 °C で 30 分間乾燥後、直ちにリンモリブデン酸 n 水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 5）を均等に噴霧し、120 °C で 3 ~ 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

製剤均一性（6.02） 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、1 mL 中にウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ）約 5 mg を含む液となるように内標準溶液 V mL を正確に加え、超音波処理により分散させ、更に 10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ）の量（mg）
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_s ：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール（4 → 5）溶液（7 → 200000）

溶出性（6.10） 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、バドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、50 mg 錠の 30 分間の溶出率は 80 % 以上であり、100 mg 錠の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ）約 56 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用ウルソデオキシコール酸を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L 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）により試験を行い、それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 225$$

W_s ：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量（mg）

C ：1 錠中のウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ）の表示量（mg）

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ウルソデオキシコール酸（ $C_{24}H_{40}O_4$ ）約 0.1 g に対応する量を精密に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用ウルソデオキシコール酸を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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

面積に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) の量 (mg)
 $= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S : 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量 (mg)

内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール (4 → 5) 溶液 (7 → 200000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸 (1 → 500)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11:9)

流量: ウルソデオキシコール酸の保持時間が約 6 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 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ウルソデオキシコール酸, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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ウルソデオキシコール酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

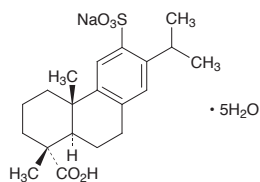
貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ウロキナーゼの条の次に次の二条を加える。

エカベトナトリウム水和物

Ecabet Sodium Hydrate

エカベトナトリウム



$C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$: 492.56

(1R, 4aS, 10aS)-1, 4a-Dimethyl-7-(1-methylethyl)-

6-sodiosulfonato-1, 2, 3, 4, 4a, 9, 10, 10a-

octahydrophenanthrene-1-carboxylic acid pentahydrate

[219773-47-4]

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, エカベトナトリウム ($C_{20}H_{27}NaO_5S$: 402.48) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶である。

本品はメタノールに溶けやすく, 水又はエタノール (99.5) に溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は約 3.5

である。

確認試験

(1) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (3 → 10000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 1 g を磁製るつぽにとり, 炭化する。冷後, 硝酸 0.5 mL を加え, 徐々に加熱して灰化した後, 残留物を水 10 mL に溶かした液はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +69 ~ +76° (脱水物に換算したものの 0.25 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 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 20 μ L 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, 試料溶液のエカベト以外のピークの面積は, 標準溶液のエカベトのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 225 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH 3.0 に調整する。この液 730 mL にアセトニトリル 270 mL を加える。

流量: エカベトの保持時間が約 8 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エカベトの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, エカベトのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 5000 段以上, 1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, エカベトのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 17.3 ~ 19.2 % (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 1.2 g を精密に量り、メタノール 30 mL に溶かし、水 30 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する (指示薬：フェノールフタレイン試液 4 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.25 mg $C_{20}H_{27}NaO_5S$

貯法 容器 密閉容器。

エカベトナトリウム顆粒

Ecabet Sodium Granules

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するエカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$: 492.56) を含む。

製法 本品は「エカベトナトリウム水和物」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「エカベトナトリウム水和物」50 mg に対応する量を取り、希水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 3 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて 20 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm 及び 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、希水酸化ナトリウム試液 70 mL を加え、時々振り混ぜながら、5 分間超音波処理を行った後、1 mL 中にエカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$) 約 10 mg を含む液となるように希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に V mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用エカベトナトリウム水和物 (別途「エカベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 20 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かした後、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 2) \times 1.224$$

W_s : 脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物の秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品の表示量に従い「エカベトナトリウム水和物」約 1 g に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメ

ンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に定量用エカベトナトリウム水和物 (別途「エカベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 22 mg を精密に量り、メタノール 1 mL に溶かした後、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_s / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 4500 \times 1.224$$

W_s : 脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のエカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$) の表示量 (mg)

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

定量法 本品のエカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$) 約 30 mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、薄めたメタノール (1 → 2) 25 mL を加えて 20 分間激しく振り混ぜ、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 3 mL を量り、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用エカベトナトリウム水和物 (別途「エカベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 30 mg を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし、30 mL とする。この液 3 mL を量り、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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エカベトのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

エカベトナトリウム水和物 ($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 1.224$$

W_s : 脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (3 → 400)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：225 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH 3.0 に調整する。この液 730 mL にアセトニトリル 270 mL を加える。

流量：エカベトの保持時間が約 8 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エカベト、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L 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エカベトのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液の条採取容量の項の次に次の二項を加える。

エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、たやすく検出される異物を認めない。

無菌 (4.06) 直接法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 エストリオール水性懸濁注射液の条採取容量の項の次に次の二項を加える。

エストリオール水性懸濁注射液

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、たやすく検出される異物を認めない。

無菌 (4.06) 直接法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 エチニルエストラジオールの条旋光度の項を次のように改める。

エチニルエストラジオール

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: $-26 \sim -31^\circ$ (乾燥後, 0.1 g, ピリジン, 25 mL, 100 mm)。

医薬品各条の部 エテンザミドの条性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

エテンザミド

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール (95) 又はアセトンにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は約 105 $^\circ$ C でわずかに昇華し始める。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、

本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエテンザミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエテンザミド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

医薬品各条の部 エフェドリン塩酸塩錠の条製剤均一性の項の次に次の一項を加える。

エフェドリン塩酸塩錠

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸エフェドリンを 105 $^\circ$ C で 3 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のエフェドリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

エフェドリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$$

W_s : 定量用塩酸エフェドリンの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のエフェドリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験 (4) の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エフェドリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

医薬品各条の部 エモルファゾンの条の次に次の一条を加える。

エモルファゾン錠

Emorfazone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するエモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$; 239.27) を含む。

製法 本品は「エモルファゾン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エモルファゾン」0.1 g に対応する量を取り、水 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液 1 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm 及び 310 ~ 314 nm に吸収の極大を示し、288 ~ 298 nm に吸収の肩を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、1 mL 中にエモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 約 4 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし、よく振り混ぜて崩壊させる。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

エモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 5)$

W_s : 定量用エモルファゾンの秤取量 (mg)

内標準溶液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンのメタノール溶液 (3 → 2000)。用時製する。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にエモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用エモルファゾンを 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_s : 定量用エモルファゾンの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のエモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) の表示量 (mg)

定量法 本品 10 個をとり、メタノール 200 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させた後、メタノールを加えて正確に 250 mL とし、遠心分離する。エモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 約 8 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用エモルファゾンを 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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エモルファゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

エモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (2 / 5)$

W_s : 定量用エモルファゾンの秤取量 (mg)

内標準溶液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンのメタノール溶液 (3 → 2000)。用時製する。

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 313 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール混液 (11 : 10)

流量: エモルファゾンの保持時間が約 5 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エモルファゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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エモルファゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 エリスロマイシン腸溶錠の条崩壊性の項を次のように改める。

エリスロマイシン腸溶錠

崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。ただし、崩壊試験第 2 液による試験には補助盤を用いる。

医薬品各条の部 エルゴメトリンマレイン酸塩注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

エルゴメトリンマレイン酸塩注射液

エンドトキシン〈4.01〉 1500 EU/mg 未満。

同上採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき、適合する。

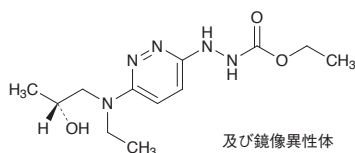
不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 果糖注射液の条の次に次の二条を加える。

カドラルジン

Cadralazine



$C_{12}H_{21}N_5O_3$:283.33

Ethyl 3-(6-ethyl[(2*RS*)-2-hydroxypropyl]amino)pyridazin-3-yl)carbazate [64241-34-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、カドラルジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は微黄色～淡黄色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

本品は 0.05 mol/L 硫酸試液に溶ける。

本品のメタノール溶液 (1 → 40) は旋光性を示さない。

融点: 約 165 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.05 mol/L 硫酸試液溶液 (1 → 125000) につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g をメタノール 15 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にメタノール 15 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり、第4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 本品 50 mg を 0.05 mol/L 硫酸試液 20 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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、試料溶液のカドラルジンに対する相対保持時間約 2.1 のピーク面積は、標準溶液のカドラルジンのピーク面積より大きくなく、カドラルジン及び上記のピーク以外のピーク面積は、標準溶液のカドラルジンのピーク面積の 2/5 より大きくない。また、試料溶液のカドラルジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のカドラルジンのピーク面積の 2 倍より大きくない。ただし、カドラルジンに対する相対保持時間約 0.49 及び約 2.1 のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 0.65 及び 1.25 を乗じた値とする。

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 250 nm)

カラム: 内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を水 800 mL に溶かし、希酢酸を加えて pH 5.8 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 860 mL にアセトニトリル 140 mL を加える。

流量: カドラルジンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲: カドラルジンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とする。この液 10 μ L から得たカドラルジンのピーク面積が、標準溶液のカドラルジンの面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カドラルジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、カドラルジンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.33 mg $C_{12}H_{21}N_5O_3$

貯法 容器 密閉容器。

カドララジン錠

Cadralazine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するカドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$; 283.33) を含む。

製法 本品は「カドララジン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「カドララジン」20 mg に対応する量を取り、0.05 mol/L 硫酸試液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 1 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、0.05 mol/L 硫酸試液 30 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させた後、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 3 mL を正確に量り、1 mL 中にカドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) 約 6 μ g を含む液となるように 0.05 mol/L 硫酸試液を加え、正確に V mL とし、試料溶液とする。別に定量用カドララジンを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 249 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

カドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) の量 (mg)
 $= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 200)$

W_S : 定量用カドララジンの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にカドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) 約 5.6 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用カドララジンを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 254 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

カドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S : 定量用カドララジンの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のカドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) の表示量 (mg)

定量法 本品 10 個をとり、0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させた後、0.05 mol/L 硫酸試液を加え、正確に 200 mL とする。この液を遠心分離し、カドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) 約 2.5 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用カドララジンを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水を加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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カドララジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

カドララジン ($C_{12}H_{21}N_5O_3$) の量 (mg)
 $= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S : 定量用カドララジンの秤取量 (mg)

内標準溶液 *p*-トルエンスルホンアミドのアセトニトリル溶液 (1 → 50)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 250 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を水 800 mL に溶かし、希酢酸を加えて pH 5.8 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 860 mL にアセトニトリル 140 mL を加える。

流量: カドララジンの保持時間が約 10 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カドララジン、内標準物質の順に溶出し、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 μ L 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カドララジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 カリ石ケンの条の次に次の一条を加える。

カルシトニン (サケ)

Calcitonin (Salmon)

サケカルシトニン (合成)

CSNLSTCVLG KLSQELHKLQ TYPRNTGSG TP-NH₂

C₁₄₅H₂₉₀N₄₄O₄₈S₂: 3431.85

[47931-85-1]

本品は、合成された 32 個のアミノ酸残基からなるポリペプチドである。本品は、ホルモンで血中カルシウム濃度低下作用を有する。

本品は定量するとき、ペプチド 1 mg 当たりカルシトニン (サケ) 4000 単位以上を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水に溶けやすい。

本品は希酢酸に溶ける。

本品 20 mg を水 2 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品 1 mg を希酢酸 1 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (275 nm): 3.3 ~ 4.0 (1 mg, 希酢酸, 1 mL)。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -24 ~ -32° (25 mg, 薄めた酢酸 (100) (1 → 2), 10 mL, 100 mm)。

構成アミノ酸 本品約 1 mg を精密に量り、加水分解用試験管に入れ、薄めた塩酸 (1 → 2) 0.5 mL に溶かし、ドライアイス・アセトン浴で凍結し、減圧下密封した後、110±2 °C で 24 時間加熱する。冷後、開封し、加水分解液を減圧下で蒸発乾固し、残留物に 0.02 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に L-アスパラギン酸約 27 mg, L-トレオニン約 24 mg, L-セリン約 21 mg, L-グルタミン酸約 29 mg, L-プロリン約 23 mg, グリシン約 15 mg, L-アラニン約 18 mg, L-バリン約 23 mg, L-シスチン約 48 mg, メチオニン約 30 mg, L-イソロイシン約 26 mg, L-ロイシン約 26 mg, L-チロジン約 36 mg, フェニルアラニン約 33 mg, 塩酸 L-リジン約 37 mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物約 42 mg 及び塩酸 L-アルギニン約 42 mg を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 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) により試験を行うとき、試料溶液から得たクロマトグラムには 13 種のアミノ酸のピークを認める。また、ロイシンの値を 5 としてモル比を求めるとき、リジンは 1.9 ~ 2.3, ヒスチジンは 0.8 ~ 1.1, アルギニンは 0.9 ~ 1.1, アスパラギン酸は 1.9 ~ 2.1, トレオニンは 4.5 ~ 4.9, セリンは 3.2 ~ 3.8, グルタミン酸は 2.8 ~ 3.1, プロリンは

1.9 ~ 2.4, グリシンは 2.7 ~ 3.3, 1/2 シスチンは 1.5 ~ 2.5, バリンは 0.9 ~ 1.0 及びチロジンは 0.8 ~ 1.0 である。

試験条件

検出器: 可視吸光度計 (測定波長: 440 nm 及び 570 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 6 cm のステンレス管に 3 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (ナトリウム型) を充てんする。

カラム温度: 57 °C 付近の一定温度

化学反応槽温度: 130 °C 付近の一定温度

発色時間: 約 1 分

移動相: 移動相 A, 移動相 B, 移動相 C, 移動相 D 及び移動相 E を次の表に従って調製する。

| | 移動相 A | 移動相 B | 移動相 C | 移動相 D | 移動相 E |
|-------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| クエン酸一水和物 | 19.80 g | 22.00 g | 12.80 g | 6.10 g | — |
| クエン酸三ナトリウム 二水和物 | 6.19 g | 7.74 g | 13.31 g | 26.67 g | — |
| 水酸化ナトリウム | — | — | — | — | 8.00 g |
| 塩化ナトリウム | 5.66 g | 7.07 g | 3.74 g | 54.35 g | — |
| エタノール (99.5) | 130.0 mL | 20.0 mL | 4.0 mL | — | 100.0 mL |
| ベンジルアルコール | — | — | — | 5.0 mL | — |
| チオジグリコール | 5.0 mL | 5.0 mL | 5.0 mL | — | — |
| ラウロマクロゴール 溶液 (1 → 4) | 4.0 mL | 4.0 mL | 4.0 mL | 4.0 mL | 4.0 mL |
| カプリル酸 | 0.1 mL | 0.1 mL | 0.1 mL | 0.1 mL | 0.1 mL |
| 水 | 適量 | 適量 | 適量 | 適量 | 適量 |
| 全量 | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL |

移動相の送液: 移動相 A, 移動相 B, 移動相 C, 移動相 D 及び移動相 E の混合比を次のよ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%) | 移動相 C (vol%) | 移動相 D (vol%) | 移動相 E (vol%) |
|---------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 0 ~ 1.5 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1.5 ~ 4 | 0 | 100 | 0 | 0 | 0 |
| 4 ~ 12 | 0 | 0 | 100 | 0 | 0 |
| 12 ~ 26 | 0 | 0 | 0 | 100 | 0 |
| 26 ~ 30 | 0 | 0 | 0 | 0 | 100 |

反応試薬: 酢酸リチウム二水和物 407 g, 酢酸 (100) 245 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL を混和した後、水を加えて 2000 mL とし、窒素を 10 分間通じながらかき混ぜ、A 液とする。別に 1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL に、ニンヒドリン 77 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え、窒素を 30 分間通じながらかき混ぜ、B 液とする。A 液及び B 液を用時混和する。

移動相流量: 毎分約 0.4 mL

反応試薬流量: 毎分約 0.35 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アスパラギン酸、トレオニン、セリン、グルタミン酸、プロリン、グリシン、アラニン、シスチン、バリン、メチオニン、イソロイシン、ロイシン、チロジン、フェニルアラニン、リジン、ヒスチジン、アルギニンの順に溶出し、トレオニンとセリン、グリシンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度はそれぞれ 1.2、1.0 及び 1.2 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 3 回繰り返すとき、アスパラギン酸、プロリン、バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である。

ペプチド含量 本品は構成アミノ酸の項で得たアミノ酸分析値 ($\mu\text{mol}/\text{mL}$) から次式によりペプチド含量を求めるとき、80.0 % 以上である。

$$\text{ペプチド含量 (\%)} = 3431.85 \times (5/W) \times (A/11) \times 100$$

A：バリン、ロイシン、グリシン及びプロリンのアミノ酸分析値の合計 ($\mu\text{mol}/\text{mL}$)

W：本品の秤取量 (μg)

11：カルシトニン（サケ）1 分子当たりのバリン、ロイシン、グリシン及びプロリンの理論残基数の合計

純度試験

(1) 酢酸 本品約 10 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸 (100) 約 1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 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。それぞれの液の酢酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により酢酸の量を求めるとき、酢酸の量は 7.0 % 以下である。

$$\text{酢酸 (CH}_3\text{COOH) の量 (\%)} = (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/10)$$

W_S ：酢酸 (100) の秤取量 (mg)

W_T ：本品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 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てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸 0.7 mL に水 900 mL を加え、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

移動相 B：メタノール

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 5 | 95 | 5 |
| 5 ~ 10 | 95 → 50 | 5 → 50 |
| 10 ~ 20 | 50 | 50 |
| 20 ~ 22 | 50 → 95 | 50 → 5 |
| 22 ~ 30 | 95 | 5 |

流量：酢酸の保持時間が約 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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、酢酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、酢酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(2) 類縁物質 本品 2 mg を希酢酸 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、カルシトニン（サケ）以外のピークの合計面積は 3 % 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 3.9 mm、長さ 30 cm のステンレス管に 10 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 1 % トリエチルアミン・リン酸緩衝液/アセトニトリル混液 (27 : 13)

流量：カルシトニン（サケ）の保持時間が約 9 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カルシトニン（サケ）の保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μL から得たカルシトニン（サケ）のピーク面積が、システム適合性試験用溶液のカルシトニン（サケ）のピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル 5 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル 7 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、カルシトニン（サケ）のピーク面積の相対標準偏差は

2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 10.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。

定量法

(i) 試験動物 体重 55 ~ 180 g の栄養状態の良い健康なシロネズミを用いる。ただし、試験前 24 時間絶食し、水を自由摂取させる。

(ii) 標準溶液 カルシトニン (サケ) 標準品を 0.1 % ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液に溶かし、1 mL 中に正確に 0.050 及び 0.025 単位を含む溶液とし、それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

(iii) 試料溶液 本品の表示単位に従いその適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように 0.1 % ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液に溶かし、それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(iv) 注射量 試験動物 1 匹当たり 0.3 mL を注射する。

(v) 操作法 試験動物を 1 群 8 匹以上で、各群同数の A, B, C 及び D 群に無作為に分け、各群にそれぞれ S_H , S_L , T_H 及び T_L を各試験動物の尾静脈又は頸背部皮下に注射する。1 時間後、できる限り苦痛を与えない方法で腹部大動脈から採血し、その血液を常温で約 30 分間放置した後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離して血清を得る。

(vi) 血清カルシウム定量法 血清 0.1 mL を正確に量り、ストロンチウム試液 6.9 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、カルシウム定量用試料溶液とする。別に原子吸光度用カルシウム標準液適量を正確に量り、ストロンチウム試液に溶かし、その 1 mL 中にカルシウム (Ca: 40.08) 0.2 ~ 3 μg を含むように薄め、カルシウム定量用標準溶液とする。カルシウム定量用試料溶液及びカルシウム定量用標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法 (2.23) により試験を行い、カルシウム定量用標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてカルシウム定量用試料溶液のカルシウム含量を求める。

血清 100 mL 中のカルシウム (Ca) の量 (mg)

$$= \text{カルシウム定量用試料溶液のカルシウム含量 (ppm)} \times 7$$

使用ガス:

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ: カルシウム中空陰極ランプ

波長: 422.7 nm

(vii) 計算式 S_H , S_L , T_H 及び T_L 注射群の各血清カルシウム値をそれぞれ y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 とする。更に各群の y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 をそれぞれ合計して Y_1 , Y_2 , Y_3 及び Y_4 とする。

本品のペプチド 1 mg 中の単位数 (単位/mg ペプチド)

$$= \text{antilog } M \times (b/a) \times (1/c) \times 5$$

$$M = 0.3010 \times (Y_a/Y_b)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a : 本品の秤取量 (mg)

b : 本品に 0.1 % ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加えて溶かし、高用量試料溶液を製したときの全容量 (mL)

c : ペプチド含量 (%)

ただし、次式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい。また、次式によって L ($P = 0.95$) を計算するとき、 L は 0.20 以下である。もし、 F' が F_1 を、また L が 0.20 を超えるときは、この値以下になるまで試験動物の数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$F' = (-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2 / 4fs^2$$

f : 各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$$

$\sum y^2$: 各群の y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し、合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4 (f-1)$$

$$L = 2\sqrt{(C-1)(CM^2 + 0.09062)}$$

$$C = Y_b^2 / (Y_a^2 - 4 fs^2 t^2)$$

t^2 : s^2 を計算した時の n に対する次の表の値

| n | $t^2 = F_1$ | n | $t^2 = F_1$ | n | $t^2 = F_1$ |
|-----|-------------|-----|-------------|----------|-------------|
| 1 | 161.45 | 13 | 4.667 | 25 | 4.242 |
| 2 | 18.51 | 14 | 4.600 | 26 | 4.225 |
| 3 | 10.129 | 15 | 4.543 | 27 | 4.210 |
| 4 | 7.709 | 16 | 4.494 | 28 | 4.196 |
| 5 | 6.608 | 17 | 4.451 | 29 | 4.183 |
| 6 | 5.987 | 18 | 4.414 | 30 | 4.171 |
| 7 | 5.591 | 19 | 4.381 | 40 | 4.085 |
| 8 | 5.318 | 20 | 4.351 | 60 | 4.001 |
| 9 | 5.117 | 21 | 4.325 | 120 | 3.920 |
| 10 | 4.965 | 22 | 4.301 | ∞ | 3.841 |
| 11 | 4.844 | 23 | 4.279 | | |
| 12 | 4.747 | 24 | 4.260 | | |

貯法

保存条件 遮光して、10°C 以下で保存する。

容器 密封容器。

医薬品各条の部 カルメロースの条別名の項の次に次の一項を加える。

カルメロース

[9000-11-7]

医薬品各条の部 カルメロースカルシウムの条別名の項の次に次の一項を加える。

カルメロースカルシウム

[9050-04-8]

医薬品各条の部 カルメロースナトリウムの条別名の項の次に次の一項を加える。

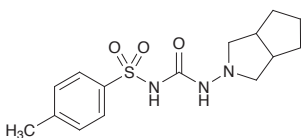
カルメロースナトリウム

[9004-32-4]

医薬品各条の部 クラリスロマイシン錠の条の次に次の一条を加える。

グリクラジド

Gliclazide



$C_{15}H_{21}N_3O_3S$: 323.41

1-(Hexahydrocyclopenta[c]pyrrol-2(1H)-yl)-

3-[(4-methylphenyl)sulfonyl]urea [21187-98-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、グリクラジド ($C_{15}H_{21}N_3O_3S$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリル又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 62500) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 (2.60) 165 ~ 169 °C

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は試料溶液調製後、2 時間以内に行う。本品 50 mg をアセトニトリル 23 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (11 : 9) を加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 10 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (11 : 9) 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 20 μ L 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、試料溶液のグリクラジド以外のピーク面積は、標準溶液のグリクラジドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のグリクラジド以外のピークの合計面積は、標準溶液のグリクラジドのピーク面積の 3 倍より大きくない。ただし、グリクラジドのピークに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 5.65 を乗じた値とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：235 nm)

カラム：内径 4.0 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 4 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタヒルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン/トリフルオロ酢酸混液 (550 : 450 : 1 : 1)

流量：グリクラジドの保持時間が約 14 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グリクラジドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 4 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (11 : 9) を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L から得たグリクラジドのピーク面積が、標準溶液のグリクラジドのピーク面積の 10 ~ 30 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、グリクラジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 8000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グリクラジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

乾熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.34 mg $C_{15}H_{21}N_3O_3S$

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 グリセオフルビン錠の条崩壊性の項を削り、製剤均一性の項の次に次の一項を加える。

グリセオフルビン錠

溶出性 (6.10) 試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行うとき、本品の 120 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「グリセオフルビン」約 6.9 μg (力価) を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にグリセオフルビン標準品約 28 mg (力価) に対応する量を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液 5 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

グリセオフルビン ($C_{17}H_{17}ClO_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (45 / 2)$$

W_s : グリセオフルビン標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1 錠中のグリセオフルビン ($C_{17}H_{17}ClO_6$) の表示量 [mg(力価)]

医薬品各条の部 クリンダマイシン塩酸塩の条基原の項及び定量法の項を次のように改める。

クリンダマイシン塩酸塩

本品は、リンコマイシンの誘導体の塩酸塩である。

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 838 ~ 940 μg (力価) を含む。ただし、本品の力価は、クリンダマイシン ($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$: 424.98) としての量を質量 (力価) で示す。

定量法 本品及びクリンダマイシン塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 20 mL 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 20 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) により試験を行い、それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

クリンダマイシン ($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$) の量 [μg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_s : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液に 8 mol/L 水酸化カリウム試液を加え、pH 7.5 に調整する。この液 550 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL を加える。

流量: クリンダマイシンの保持時間が約 10 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 6000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 クリンダマイシン塩酸塩カプセルの条基原の項、製剤均一性の項及び定量法の項を次のように改める。

クリンダマイシン塩酸塩カプセル

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0 % に対応するクリンダマイシン ($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$: 424.98) を含む。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相を加え、30 分間振り混ぜた後、1 mL 中に「クリンダマイシン塩酸塩」約 0.75 mg (力価) を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

クリンダマイシン ($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_s : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。本品の「クリンダマイシン塩酸塩」約 75 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相を加え、30 分間振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約 75 mg (力価) を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、

標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

クリンダマイシン ($C_{18}H_{35}ClN_2O_5S$) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_S)$

W_s : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液に 8 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて pH 7.5 に調整する。この液 550 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL を加える。

流量: クリンダマイシンの保持時間が約 7 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 木クレオソートの条を次のように改める。

木クレオソート

Wood Creosote

クレオソート

本品は *Pinus* 属諸種植物 (*Pinaceae*)、*Cryptomeria* 属諸種植物 (*Taxodiaceae*)、*Fagus* 属諸種植物 (*Fagaceae*)、*Azalia* 属植物 (*Intsia* 属植物) (*Leguminosae*)、*Shorea* 属植物 (*Dipterocarpaceae*) 又は *Tectona* 属植物 (*Verbenaceae*) の幹及び枝を乾留して得た木タールを原料とし、これを蒸留して 180 ~ 230 $^{\circ}$ C の留分を集め、更に精製・再蒸留して得られるフェノール類の混合物である。

本品は定量するとき、グアヤコール ($C_7H_8O_2$: 124.14) 23 ~ 35 % を含む。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、特異なおいがある。

本品は水に溶けにくい。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) と混和する。

本品の飽和水溶液は酸性である。

本品は光を強く屈折する。

本品は光又は空気によって徐々に変色する。

確認試験 定量法の試料溶液を試料溶液とする。別にフェノール、*p*-クレゾール、グアヤコール及び 2-メトキシ-4-メチル

フェノール 0.1 g をそれぞれメタノールに溶かし、100 mL とする。これらの液 10 mL にメタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) とする。試料溶液、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) 10 μ L ずつにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき、試料溶液から得た主ピークの保持時間は、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) に一致する。

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.076 以上。

純度試験

(1) 石炭クレオソート 本品 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にベンゾ [a] ピレン、ベンゾ [a] アントラセン及びジベンズ [a, h] アントラセンをそれぞれ 1 mg を量り、必要ならば少量の酢酸エチルに溶かし、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 1 mL にメタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、試料溶液には標準溶液のベンゾ [a] ピレン、ベンゾ [a] アントラセン及びジベンズ [a, h] アントラセンに対応する保持時間にピークを認めない、ベンゾ [a] ピレン、ベンゾ [a] アントラセン及びジベンズ [a, h] アントラセンに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し、これらのピークがベンゾ [a] ピレン、ベンゾ [a] アントラセン及びジベンズ [a, h] アントラセンでないことを確認する。

試験条件

検出器: 質量分析計 (EI)

モニターイオン:

ベンゾ [a] アントラセン: 分子イオン m/z 228,

フラグメントイオン m/z 114 約 14 ~ 20 分

ベンゾ [a] ピレン: 分子イオン m/z 252, フラグ

メントイオン m/z 125 約 20 ~ 25 分

ジベンズ [a, h] アントラセン: 分子イオン m/z 278,

フラグメントイオン m/z 139

約 25 ~ 30 分

カラム: 内径 0.25 mm, 長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度: 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度で注入し、毎分 40 $^{\circ}$ C で 240 $^{\circ}$ C まで昇温し、240 $^{\circ}$ C を 5 分間保持した後、毎分 4 $^{\circ}$ C で 300 $^{\circ}$ C まで昇温し、次いで毎分 10 $^{\circ}$ C で 320 $^{\circ}$ C まで昇温し、320 $^{\circ}$ C を 3 分間保持する。

注入口温度: 250 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

インターフェース温度: 300 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: ベンゾ [a] ピレンの保持時間が約 22 分となるように調整する。

スプリット比: スプリットレス

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、それぞれの物質の S/N 比は 3 以上である。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンズ [a] アントラセン、ベンゾ [a] ピレン、ジベンズ [a, h] アントラセンの順に流出する。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾ [a] ピレン、ベンズ [a] アントラセン及びジベンズ [a, h] アントラセンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 10 % 以下である。

(2) アセナフテン 本品 0.12 g にメタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にアセナフテン 25 mg をメタノールに溶かし、50 mL とする。この液 5 mL にメタノールを加えて 20 mL とする。この液 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき、試料溶液には標準溶液のアセナフテンに対応する保持時間にピークを認めない。アセナフテンに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し、このピークがアセナフテンでないことを確認する。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.25 mm、長さ 60 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5 μ m で被覆する。

カラム温度：45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度で注入し、毎分 11.5 $^{\circ}$ C で 160 $^{\circ}$ C まで昇温した後、毎分 4 $^{\circ}$ C で 180 $^{\circ}$ C まで昇温し、次いで毎分 8 $^{\circ}$ C で 270 $^{\circ}$ C まで昇温し、270 $^{\circ}$ C を 3 分間保持する。

注入口温度：250 $^{\circ}$ C

検出器温度：250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス：ヘリウム

流量：アセナフテンの保持時間が約 18 分となるように調整する。

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アセナフテンの S/N 比は 3 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセナフテンのピーク面積の相対標準偏差は 6.0 % 以下である。

(3) 他の不純物 本品 1.0 mL に石油ベンジン 2 mL を加え、水酸化バリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜた後、放置するとき、上層は青色又は汚褐色を呈しない。また、下

層は赤色を呈しない。

蒸留試験 (2.57) 200 ~ 220 $^{\circ}$ C, 85 vol% 以上。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用グアヤコール約 30 mg を精密に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のグアヤコールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

グアヤコール ($C_7H_8O_2$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S)$$

W_s : 定量用グアヤコールの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：275 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (4 : 1)

流量：グアヤコールの保持時間が約 9 分となるように調整する。

システム適合性

システムの性能：グアヤコール及びフェノール 2 mg ずつをメタノールに溶かし、10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フェノール、グアヤコールの順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グアヤコールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

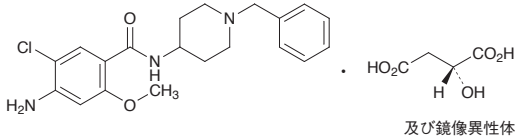
容器 気密容器。

医薬品各条の部 クレゾール石ケン液の条の次に次の一条を加える。

クレボプリドリノゴ酸塩

Clebopride Malate

リンゴ酸クレボプリド



$C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$: 507.96

4-Amino-N-(1-benzylpiperidin-4-yl)-5-chloro-

2-methoxybenzamide mono-(2RS)-malate

[57645-91-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、クレボプリドリノゴ酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 → 25) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 80000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g を酢酸 (100) 20 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に酢酸 (100) 20 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.009 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.2 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 μ L 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、試料溶液のクレボプリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のクレボプリドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 7 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 3.85 g を水に溶かして 500 mL とし、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 400 mL にメタノール 600 mL を加える。

流量：クレボプリドの保持時間が約 15 分となるように調整する。

面積測定範囲：クレボプリドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μ L から得たクレボプリドのピーク面積が、標準溶液のクレボプリドのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。システムの性能：本品 30 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 5 mg を移動相に溶かし、100 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸プロピル、クレボプリドの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クレボプリドのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

熱熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 50.80 mg $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 クロスカルメロースナトリウムの条英名の項の次に次の一項を加える。

クロスカルメロースナトリウム

[74811-65-7]

医薬品各条の部 クロミフェンクエン酸塩錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

クロミフェンクエン酸塩錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 10 mL を加えて崩壊するまで振り

混ぜる。次にメタノール 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 4 mL を正確に量り、1 mL 中にクロミフェンクエン酸塩 ($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_5O_7$) 約 20 μ g を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

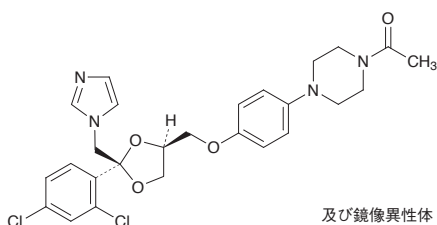
クロミフェンクエン酸塩 ($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_5O_7$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_s : クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 ケタミン塩酸塩の条の次に次の四条を加える。

ケトコナゾール

Ketoconazole



$C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$: 531.43

1-Acetyl-4-(4-[(2*RS*, 4*SR*)-2-(2, 4-dichlorophenyl)-2-(1*H*-imidazol-1-ylmethyl)-1, 3-dioxolan-4-yl]methoxy)phenyl)piperazine [65277-42-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、ケトコナゾール ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (3 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

融点 (2.60) 148 ~ 152 °C

純度試験

(1) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。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、試料溶液のケトコナゾール以外のピーク面積は、標準溶液のケトコナゾールのピーク面積の 2/5 より大きくない。また、試料溶液のケトコナゾール以外のピークの合計面積は、標準溶液のケトコナゾールのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3 μ m 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相 A: 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

移動相 B: 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液 (17 → 5000)

移動相の送液: 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 10 | 5 → 50 | 95 → 50 |
| 10 ~ 15 | 50 | 50 |

流量: 毎分 2.0 mL

面積測定範囲: 溶媒のピークの後から注入後 15 分までシステム適合性

検出の確認: 標準溶液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たケトコナゾールのピーク面積が、標準溶液のケトコナゾールのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ケトコナゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 40000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ケトコナゾールのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、2-ブタノン/酢酸 (100) 混液 (7:1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.57 mg $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ケトコナゾール液

Ketoconazole Solution

ケトコナゾール外用液

本品は外用の液剤である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するケトコナゾール (C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄: 531.43) を含む。

製法 本品は「ケトコナゾール」をとり、液剤の製法により製する。

性状 本品は澄明な液である。

確認試験 本品の表示量に従い「ケトコナゾール」10 mg に対応する量を取り、メタノールを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別にケトコナゾール 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし、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 5 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。次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (40:40:30:2:1) を展開溶媒として約 10 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及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

pH 別に規定する。

定量法 本品のケトコナゾール (C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄) 約 10 mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノール 15 mL を加える。この液 1 mL をとり、メタノールを加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ケトコナゾールを 105℃ で 4 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 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、メタノールを加えて 20 mL とする。この液 1 mL をとり、メタノールを加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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ケトコナゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ケトコナゾール (C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄) の量 (mg)
= W_s × (Q_T / Q_S) × (1/5)

W_s: 定量用ケトコナゾールの秤取量 (mg)

内標準溶液 ビホナゾールのメタノール溶液 (3 → 2000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 240 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 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てんする。

カラム温度: 40℃ 付近の一定温度

移動相: ジイソプロピルアミンのメタノール溶液 (1 → 500)/酢酸アンモニウム溶液 (1 → 200)/酢酸 (100) 混液 (1800:600:1)

流量: ケトコナゾールの保持時間が約 11 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ケトコナゾール、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 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ケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

ケトコナゾールクリーム

Ketoconazole Cream

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するケトコナゾール (C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄: 531.43) を含む。

製法 本品は「ケトコナゾール」をとり、軟膏剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「ケトコナゾール」0.1 g に対応する量を取り、2-プロパノール 20 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にケトコナゾール 25 mg を 2-プロパノール 5 mL に溶かし、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 5 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。次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (40:40:25:2:1) 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品のケトコナゾール (C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄) 約 25 mg に対応する量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ケトコナゾールを 105℃ で 4 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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ケトコナゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ケトコナゾール (C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄) の量 (mg)
= W_s × (Q_T / Q_S)

W_s: 定量用ケトコナゾールの秤取量 (mg)

内標準溶液 キサントンのメタノール溶液 (1 → 10000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 230 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（1 → 200）に酢酸（100）を加えて pH 5.0 に調整する。この液 250 mL にメタノール 750 mL を加える。

流量：ケトコナゾールの保持時間が約 8 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ケトコナゾールの順に溶出し、その分離度は 5 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、内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

ケトコナゾールローション

Ketoconazole Lotion

本品は乳剤性のローション剤である。

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するケトコナゾール（C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄：531.43）を含む。

製法 本品は「ケトコナゾール」をとり、ローション剤の製法により製する。

性状 本品は白色の乳濁液である。

確認試験 本品をよく振り混ぜ、表示量に従い「ケトコナゾール」0.1 g に対応する量を取り、2-プロパノール 20 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にケトコナゾール 25 mg を 2-プロパノール 5 mL に溶かし、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 5 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。次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/水/アンモニア水（28）混液（40：40：25：2：1）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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品をよく振り混ぜ、ケトコナゾール（C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄）約 25 mg に対応する量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ケトコナゾールを 105℃ で 4 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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ケトコナゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ケトコナゾール（C₂₆H₂₈Cl₂N₄O₄）の量（mg）
= W_s × (Q_T / Q_S)

W_s：定量用ケトコナゾールの秤取量（mg）

内標準溶液 キサントンのメタノール溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（1 → 200）に酢酸（100）を加えて pH 5.0 に調整する。この液 250 mL にメタノール 750 mL を加える。

流量：ケトコナゾールの保持時間が約 8 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ケトコナゾールの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

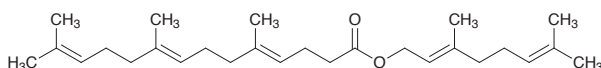
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ケノデオキシコール酸の条の次に次の一条を加える。

ゲファルナート

Gefarnate



C₂₇H₄₄O₂：400.64

(2E)-3, 7-Dimethylocta-2, 6-dienyl (4E, 8E)-5, 9, 13-trimethyltetradeca-4, 8, 12-trienoate [51-77-4, 4E体]

本品は 4 位幾何異性体の混合物である。

本品は定量するとき、ゲファルナート（C₂₇H₄₄O₂）98.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色～黄色の澄明な油状の液である。

本品はアセトニトリル、エタノール（99.5）又はシクロヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法（2.25）の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はゲファルナート標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

比重（2.56）*d*₂₀²⁰：0.906 ~ 0.914

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g に中和エタノール 30 mL を加えた後、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき、液の色は赤色である。
 (2) 重金属〈1.07〉 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品のアセトニトリル溶液 (1 → 500) を試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 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、試料溶液のゲファルナート以外のピーク面積は、標準溶液のゲファルナートのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、試料溶液のゲファルナート以外のピークの合計面積は、標準溶液のゲファルナートのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゲファルナートの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 2 μL から得たゲファルナートのピーク面積が、標準溶液のゲファルナートのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、ゲファルナートのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、0.9 ~ 1.2 である。

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ゲファルナートのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

異性体比 本品 1 mL にエタノール (99.5) 100 mL を加え、試料溶液とする。試料溶液 4 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い、保持時間 37 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき、 $A_a/(A_a+A_b)$ は 0.2 ~ 0.3 である。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 160 cm のガラス管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 149 ~ 177 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ゲファルナートの 2 つのピークのうち、先に流出するピークの保持時間が約 35 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：試料溶液 4 μL につき、上記の条件で操作するとき、2 つのピークの分離度は 1.0 以上である。

システムの再現性：試料溶液 4 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、2 つのピークのうち、先に流出するピークのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品及びゲファルナート標準品約 50 mg ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、アセトニトリル 20 mL を加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 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ゲファルナートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ゲファルナート ($C_{27}H_{44}O_2$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S ：ゲファルナート標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリス (4-*t*-ブチルフェニル) のアセトニトリル溶液 (1 → 400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水/リン酸混液 (700 : 300 : 1)

流量：ゲファルナートの保持時間が約 19 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 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ゲファルナートの順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 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ゲファルナートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光し、空気を「窒素」で置換して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 ゲンタマイシン硫酸塩の条の次に次の一条を加える。

ゲンタマイシン硫酸塩点眼液

Gentamicin Sulfate Ophthalmic Solution

硫酸ゲンタマイシン点眼液

本品は水性の点眼剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0 % に対応するゲンタマイシン C_1 ($C_{21}H_{43}N_5O_7$: 477.60) としての量を含む。

製法 本品は「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり、点眼剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」10 mg (力価) に対応する容量をとり、水を加えて 5 mL とし、試料溶液とする。別にゲンタマイシン硫酸塩標準品 10 mg (力価) に対応する量を取り、水 5 mL に溶かし、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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム 2 容量にアンモニア水 (28) 1 容量及びメタノール 1 容量を加えて振り混ぜ、下層を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試料液を均等に噴霧し、100 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た 3 個の主スポットは、標準溶液から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい。

pH (2.54) 5.5 ~ 7.5

不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.08) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

(i) 試験菌、基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地、試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は、「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する。

(ii) 試料溶液 本品の「ゲンタマイシン硫酸塩」約 12 mg (力価) に対応する容量を正確に量り、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に約 1 mg (力価) を含む液を調製する。この液適量を正確に量り、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μ g (力価) 及び 1 μ g (力価) を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法

容器 気密容器。

有効期間 製造後 24 箇月。

医薬品各条の部 コデインリン酸塩錠の条確認試験の項の次に次の二項を加える。

コデインリン酸塩錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 3V/25 mL を加えて崩壊させた後、薄めた希硫酸 (1 → 20) 2V/25 mL を加えて、10 分間超音波処理する。これに内標準溶液 2V/25 mL を正確に加え、1 mL 中にコデインリン酸塩水和物 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) 約 0.2 mg を含む液となるように水を加えて V mL とした後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン (別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 50 mg を精密に量

り、水に溶かし正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水を加えて 25 mL とし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

コデインリン酸塩水和物 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 250) \times 1.023$$

W_s : 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量 (mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液 (3 → 2000)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にコデインリン酸塩水和物 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) 約 5.6 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン (別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のコデインのピーク面積 A_T 及び A_s を測定する。

コデインリン酸塩水和物 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18 \times 1.023$$

W_s : 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のコデインリン酸塩水和物 ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、コデインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、コデインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

医薬品各条の部 コムギデンブンの条基原の項及び確認試験の項(1)の目を次のように改める。

コムギデンブ

本品はコムギ *Triticum aestivum* Linné (*Gramineae*) のえい果から得たでんぷんである。

確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液(1:1)を加え、光学顕微鏡を用いて鏡検(5.01)するとき、大小の粒、非常にまれに中程度の大きさの粒を認める。通例、直径10~60 μm の大きな粒の上面は円盤状、極めてまれに腎臓形であり、中心性のへそ及び層紋は明らかでないかほとんど明らかでなく、しばしば粒のへりに裂け目を認める。側面は長円形又は紡錘形であり、へそは長軸方向に沿った裂け目として観察される。直径2~10 μm の小さな粒は円形又は多面形である。交叉した偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

同条純度試験の項(3)の目の次に次の一目を加える。

純度試験

◆(4) 異物 本品を鏡検(5.01)するとき、他のでんぷん粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。◆

医薬品各条の部 コメデンブンの条生葉の性状の項及び灰分の項を削り、基原の項を次のように改める。

コメデンブ

本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

本品はイネ *Oryza sativa* Linné (*Gramineae*) のえい果から得たでんぷんである。

同条基原の項の次に次の一目を加える。

◆性 状 本品は白色の塊又は粉末である。
本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。◆

同条確認試験の項を次のように改める。

確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液(1:1)を加え、光学顕微鏡を用いて鏡検(5.01)するとき、通例、大きさ1~10 μm 、主に4~6 μm の多面体の分粒を認める。これらの分粒は、しばしば直径50~100 μm のだ円形の複粒に凝集している。粒の中心性のへそはほとんど認められず、層紋を認めない。直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

(2) 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し、放冷するとき、薄く白濁したのり状の液となる。

(3) (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→

10) 0.05 mLを加えるとき、だいたい赤色から暗青紫色を呈し、加熱するとき、消える。

同条確認試験の項の次に次の一目を加える。

pH(2.54) 本品5.0gに新たに煮沸して冷却した水25mLを加え、穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し、15分間放置した液のpHは5.0~8.0である。

純度試験の項及び乾燥減量の項を次のように改める。

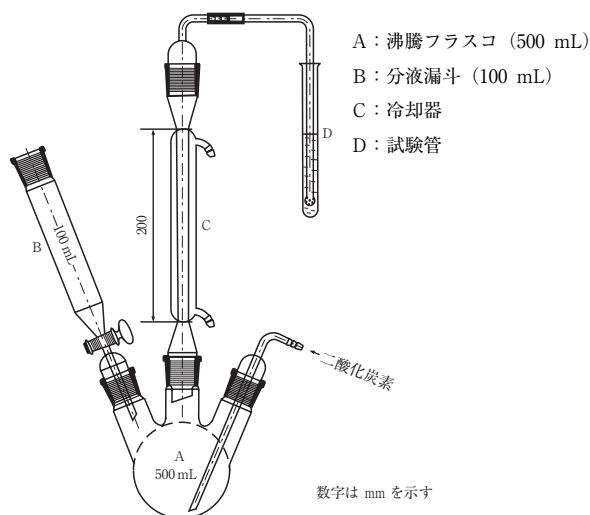
純度試験

(1) 鉄 本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を検液とする。鉄標準液2.0mLをとり、水を加えて20mLとし、比較液とする。検液及び比較液10mLずつをとり、それぞれクエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え、混和する。これらの液に赤色リトマス紙を青変させるまでアンモニア水(28)を加えた後、水を加えて20mLとし、混和する。これらの液10mLずつをとり、5分間放置した後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)。

(2) 酸化性物質 本品4.0gに水50mLを加え、5分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液30mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5~1.0gを加え、振り混ぜた後、暗所に25~30分間放置する。デンブン試液1mLを加え、0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定(2.50)する。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は、1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると、20ppm以下)。

(3) 二酸化イオウ

(i) 装置 図に示すものを用いる。



(ii) 操作法 水150mLを沸騰フラスコにとり、分液漏斗のcockを閉め、二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す。冷却器の冷却液を流し、過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える。15分後、二酸化炭素の流れを中断することなく、分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し、本品約25gを精密に量り、水100

mL を用いて沸騰フラスコに移す。分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し、分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する。分液漏斗のコックを閉め、2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後、コックを開けて沸騰フラスコに流し込み、二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める。装置を水浴中に入れ、混合液を 1 時間加熱する。受け側の試験管を取り外し、その内容物を広口三角フラスコに移す。受け側の試験管を少量の水で洗い、洗液は三角フラスコに加える。水浴中で 15 分間加熱した後、冷却する。プロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え、黄色から青紫色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により二酸化イオウの量を求めるとき、50 ppm 以下である。

$$\text{二酸化イオウの量 (ppm)} = (V / W) \times 1000 \times 3.203$$

W : 本品の秤取量 (g)

V : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

- ◆ (4) 異物 本品を鏡検 (5.01) するとき、他のでんぷん粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。◆

乾燥減量 (2.41) 15.0% 以下 (1 g, 130°C, 90 分間)。

同条乾燥減量の項の次に次の二項を加える。

強熱残分 (2.44) 0.6% 以下 (1 g)。

- ◆貯法 容器 密閉容器。◆

医薬品各条の部 ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠の条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するジエチルカルバマジンクエン酸塩 ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$; 391.42) を含む。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.1 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個を取り、移動相 70 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液のジエチルカルバマジンクエン酸塩 ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) 約 2.5 mg に対応する容量 V mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ジエチルカルバマジンクエン酸塩 ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (10 / V)$$

W_s : ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 2-アミノベンズイミダゾールの移動相溶液 (1 → 12500)

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ジエチルカルバマジンクエン酸塩 ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、移動相 70 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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ジエチルカルバマジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

ジエチルカルバマジンクエン酸塩 ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times 2$$

W_s : ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 2-アミノベンズイミダゾールの移動相溶液 (1 → 12500)

試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 220 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH 2.5 に調整する。この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える。

流量 : ジエチルカルバマジンの保持時間が約 14 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ジエチルカルバマジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 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ジエチルカルバマジンのピーク面積の比

の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 ジゴキシンの条純度試験の項 (2) 類縁物質の目システム適合性の一文を次のように改める。

ジゴキシン

純度試験

(2) 類縁物質

システム適合性

検出の確認：本品 25 mg を温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL に水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μ L から得たジゴキシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の 0.07 ~ 0.13 % になることを確認する。

システムの性能：本品 25 mg を温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール (95) 溶液 (1 → 4000) 5 mL を加えた後、水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジゴキシン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

医薬品各条の部 ジゴキシン錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ジゴキシン錠

純度試験 類縁物質 本品 20 個以上をとり、粉末とする。表示量に従い「ジゴキシン」2.5 mg に対応する量を量り、希エタノール 30 mL を加え、20 分間超音波処理した後、5 分間振り混ぜる。冷後、希エタノールを加えて 50 mL とし、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジゴキシン以外のピークの合計量は 5 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持

時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン 25 mg を温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL に水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μ L から得たジゴキシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の 0.07 ~ 0.13 % になることを確認する。

システムの性能：ジゴキシン 25 mg を温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール (95) 溶液 (1 → 4000) 5 mL を加えた後、水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジゴキシン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

医薬品各条の部 ジゴキシン注射液の条製法の項を次のように改める。

ジゴキシン注射液

製法 本品は「ジゴキシン」を 10 ~ 50 vol% エタノールに溶かし、注射剤の製法により製する。

同条確認試験の項の次に次の二項を加える。

アルコール数 (1.01) 0.8 ~ 1.2 (第 1 法)。

純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「ジゴキシン」約 2.5 mg に対応する容量を量り、希エタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジゴキシンのピーク以外のピークの合計量は 5 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン 25 mg を温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL に、水 10 mL 及び

希エタノールを加えて 50 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μ L から得たジゴキシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の 0.07 ~ 0.13 % になることを確認する。

システムの性能：ジゴキシンの 25 mg を温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール (95) 溶液 (1 → 4000) 5 mL を加えた後、水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

医薬品各条の部 ジスチグミン臭化物錠の条確認試験の項の次に次の二項を加える。

ジスチグミン臭化物錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え、1 時間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、1 mL 中にジスチグミン臭化物 ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) 約 30 μ g を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ジスチグミン臭化物 ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) の量 (mg)

$$= W_5 \times \{(A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1})\} \times (V' / V) \times (1 / 20)$$

W_5 ：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 500 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にジスチグミン臭化物 ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) 約 10 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用臭化ジスチグミン (別途「ジスチグミン臭化物」と同様の

方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 50 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 270 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 350 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

ジスチグミン臭化物 ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_5 \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (V' / V) \times (1 / C) \times 10$$

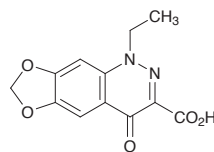
W_5 ：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量 (mg)

C ：1 錠中のジスチグミン臭化物 ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) の表示量 (mg)

医薬品各条の部 ジドロゲステロン錠の条の次に次の二項を加える。

シノキサシン

Cinoxacin



$C_{12}H_{10}N_2O_5$: 262.22

5-Ethyl-8-oxo-5,8-dihydro[1,3]dioxolo[4,5-g]cinnoline-7-carboxylic acid [28657-80-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 98.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 265 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 30 mg を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 硫酸塩〈1.14〉本品 0.20 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて振り混ぜ、ろ過し、ろ液に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL、希水酸化ナトリウム試液 10 mL、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(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 本品 10 mg をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 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 10 μ L 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。次にアセトニトリル/水/アンモニア水 (28) 混液 (14:4:1) を展開溶媒として約 10 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以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量〈2.41〉0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分〈2.44〉0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 60 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.22 mg $C_{12}H_{10}N_2O_5$

貯法 容器 気密容器。

シノキサシンカプセル

Cinoxacin Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するシノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$: 262.22) を含む。

製法 本品は「シノキサシン」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「シノキサシン」10 mg に対応する量を取り、アセトン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 3 mL をとり、アセトンを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に定量用シノキサシン 10 mg をとり、アセトン 20 mL に溶かす。この液 3 mL をとり、アセトンを加えて 10 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 10 μ L 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。次にアセトニトリル/水/アンモニア水 (28) 混液 (14:4:1) を展開溶媒として約 10 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及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し、

それらの R_f 値は等しい。

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、希水酸化ナトリウム試液 40 mL を加えて微温湯中で時々振り混ぜながらカプセルを溶かし、冷後、水を加えてよく振り混ぜた後、1 mL 中にシノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 約 1 mg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用シノキサシンを 105 °C で 1 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 354 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 200)$$

W_s : 定量用シノキサシンの秤取量 (mg)

溶出性〈6.10〉試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 90 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にシノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 約 11 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用シノキサシンを 105 °C で 1 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 351 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$$

W_s : 定量用シノキサシンの秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のシノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、内容物を取り出し、粉末とする。カプセルは、少量のジエチルエーテルで洗い、室温に放置してジエチルエーテルを揮散させた後、カプセルの質量を精密に量り、内容物の質量を計算する。シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用シノキサシンを 105 °C で 1 時間乾燥

し、その約 50 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 354 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : 定量用シノキサシンの秤取量 (mg)

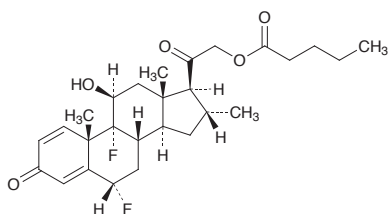
貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 沈降ジフテリア破傷風混合トキソイドの条の次に次の一条を加える。

ジフルコルトロン吉草酸エステル

Diflucortolone Valerate

吉草酸ジフルコルトロン



$C_{27}H_{36}F_2O_5$: 478.57

6 α , 9-Difluoro-11 β , 21-dihydroxy-16 α -methylpregna-

1, 4-diene-3, 20-dione 21-pentanoate

[59198-70-8]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ジフルコルトロン吉草酸エステル ($C_{27}H_{36}F_2O_5$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 10 mg をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法 (1.06) により得た検液はフッ化物の定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (3 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +110 ~ +115° (乾燥物に換算した

もの 0.1 g, エタノール (99.5), 10 mL, 100 mm)。

融点 (2.60) 200 ~ 204°C

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g を白金るつばにとり、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 (10 ppm 以下)。ただし、炭化及び灰化は強熱残分試験法 (2.44) を準用する。

(2) 類縁物質 定量法で得た試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークに対する相対保持時間約 0.97, 相対保持時間 1.03 及び相対保持時間 1.05 のフルコルトロン吉草酸エステル, 12 α ジフルコルトロン吉草酸エステル及び Δ 4 ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークはそれぞれ 0.6 % 以下、相対保持時間約 1.09 のクロコルトロン吉草酸エステルのピークは 0.3 % 以下、その他の個々のピークは 0.1 % 以下である。また、ジフルコルトロン吉草酸エステル以外のピークの合計量は 2.0 % 以下である。

試験条件

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

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からジフルコルトロン吉草酸エステルの保持時間の約 1.4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認: 試料溶液 0.1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 10 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % であることを確認する。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g, 白金るつば)。

定量法 本品及びジフルコルトロン吉草酸エステル標準品 (別途本品と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 5 mg ずつを精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液 (1:1) に溶かし、正確に 10 mL 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 10 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ジフルコルトロン吉草酸エステル ($C_{27}H_{36}F_2O_5$) の量 (mg)

= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : 乾燥物に換算したジフルコルトロン吉草酸エステル標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m のスルホンアミド基を結合した液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 A：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH 3.0 に調整した溶液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）

移動相 B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル
移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 10 | 100 → 90 | 0 → 10 |
| 10 ~ 25 | 90 | 10 |
| 25 ~ 45 | 90 → 35 | 10 → 65 |
| 45 ~ 50 | 35 | 65 |

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジフルコルトロン吉草酸エステルピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジフルコルトロン吉草酸エステルピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ジベカシン硫酸塩の条の次に次の一条を加える。

ジベカシン硫酸塩点眼液

Dibekacin Sulfate Ophthalmic Solution

硫酸ジベカシン点眼液

本品は水性の点眼剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0 % に対応するジベカシン ($C_{18}H_{37}N_5O_8$: 451.52) を含む。

製法 本品は「ジベカシン硫酸塩」をとり、点眼剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い 1 mL 中に「ジベカシン硫酸塩」25 mg (力価) を含む液となるように水を加え、試料溶液とする。別にジベカシン硫酸塩標準品 5 mg (力価) に対応する量を水 2 mL に溶かし、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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ジベカシン硫酸塩」の確認試験 (1) を準用する。

pH (2.54) 6.5 ~ 7.5

不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.08) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

(i) 試験菌、培地及び標準溶液は「ジベカシン硫酸塩」の定量法を準用する。

(ii) 試料溶液 「ジベカシン硫酸塩」約 12 mg (力価) に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 30 mL とする。この液適量を正確に量り、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μ g (力価) 及び 5 μ g (力価) を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ジメンヒドリナート錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ジメンヒドリナート錠

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にジメンヒドリナート ($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$) 約 28 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用ジメンヒドリナートを酸化リン (V) を乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ジメンヒドリナート ($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$$

W_S : 定量用ジメンヒドリナートの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のジメンヒドリナート ($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$) の表示量 (mg)

医薬品各条の部 硝酸イソソルビド錠の条基原の項を次のように改める。

硝酸イソソルビド錠

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応する硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈: 236.14) を含む。

同条純度試験の項の次に次の一項を加える。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 1 mL を加え、振り混ぜて崩壊させる。1 mL 中に硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈) 約 0.1 mg を含む液となるように水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に V mL とし、10 分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈) の量 (mg)
= $W_s \times (A_T / A_S) \times V \times (1 / 500)$

W_s: 脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量 (mg)

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈) 約 5 mg に対応する量を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とし、10 分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用硝酸イソソルビド (別途「硝酸イソソルビド」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 50 mg を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 50 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) により試験を行い、それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈) の量 (mg)
= $W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_s: 脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール混液 (11:9)

流量: 硝酸イソソルビドの保持時間が約 6 分と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 10 μL につき、上記の条件

で操作するとき、硝酸イソソルビドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

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、硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 ジョサマイシン錠の条崩壊性の項を次のように改める。

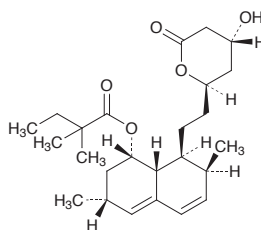
ジョサマイシン錠

崩壊性 (6.09) 補助盤を使用して試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 シロスタゾール錠の条の次に次の一条を加える。

シンバスタチン

Simvastatin



C₂₅H₃₈O₅: 418.57

(1S, 3R, 7S, 8S, 8aR)-8-{2-[(2R, 4R)-4-Hydroxy-6-oxotetrahydro-2H-pyran-2-yl]ethyl}-3, 7-dimethyl-1, 2, 3, 7, 8, 8a-hexahydronaphthalen-1-yl 2, 2-dimethylbutanoate [79902-63-9]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、シンバスタチン (C₂₅H₃₈O₅) 98.0 ~ 101.0 % を含む。

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のアセトニトリル溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシンバスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシンバスタチン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) [α]_D²⁰: +285 ~ +300° (乾燥物に換算したものの 50 mg, アセトニトリル, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1 g をメタノール 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 440 nm における吸光度は 0.10 以下である。

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり、硫酸 2 mL を加え、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え、白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後、500 ~ 600°C で強熱し、灰化する。灰化が不十分なときには、更に硝酸 0.5 mL を加え、同様に弱く加熱した後、500 ~ 600°C で強熱し、完全に灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、以下第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 30 mg をアセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、シンバスタチンに対する相対保持時間約 0.45、約 0.80、約 2.42 及び約 3.80 のピークの量はそれぞれ 0.2 % 以下、相対保持時間約 2.38 のピークの量は 0.3 % 以下、相対保持時間約 0.60 のピークの量は 0.4 % 以下であり、シンバスタチン及び上記のピーク以外のピークの量は 0.1 % 以下である。また、シンバスタチン及びシンバスタチンに対する相対保持時間約 0.60 以外のピークの合計量は 1.0 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する。

移動相 A: 薄めたリン酸 (1 → 1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1:1)

移動相 B: リン酸の液体クロマトグラフィー用アセトニトリル溶液 (1 → 1000)

移動相の送液: 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 4.5 | 100 | 0 |
| 4.5 ~ 4.6 | 100 → 95 | 0 → 5 |
| 4.6 ~ 8.0 | 95 → 25 | 5 → 75 |
| 8.0 ~ 11.5 | 25 | 75 |

流量: 毎分 3.0 mL

面積測定範囲: シンバスタチンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認: 試料溶液 0.5 mL を正確に量り、アセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り、アセトニトリル/pH

4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) を加えて正確に 10 mL とする。この液 5 μ L から得たシンバスタチンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の 16 ~ 24 % になることを確認する。

システムの再現性: システム適合性試験用溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すと、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びシンバスタチン標準品 (別途本品と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 30 mg ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル/pH 4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) に溶かし、正確に 20 mL 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 5 μ L 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〉により試験を行い、それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

シンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : 乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 238 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 33 mm のステンレス管に 3 μ m 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸 (1 → 1000)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1:1)

流量: シンバスタチンの保持時間が約 3 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: ロバスタチン 3 mg を標準溶液 2 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロバスタチン、シンバスタチンの順に溶出し、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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すと、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 空気を「窒素」で置換して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒の条製法の項を次のように改める。

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

製法 本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり、散剤の製法により微粒状に製する。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

粒度〈6.03〉 試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 ストレプトマイシン硫酸塩の条の次に次の一条を加える。

注射用ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate for Injection

注射用硫酸ストレプトマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0 % に対応するストレプトマイシン ($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$: 581.57) を含む。

製法 本品は「ストレプトマイシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色又は淡黄白色の塊又は粉末である。

確認試験 「ストレプトマイシン硫酸塩」の確認試験 (2) を準用する。

浸透圧比 別に規定する。

pH (2.54) 本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0 g (力価) に対応する量を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」1.0 g (力価) に対応する量をとり、水 3 mL に溶かすとき、液は澄明である。また、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 400 nm における吸光度は 0.50 以下である。

乾燥減量 (2.41) 4.0 % 以下 (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 °C, 3 時間)。

エンドトキシン (4.01) 0.10 EU/mg (力価) 未満。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

(i) 試験菌、培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫酸塩」の定量法を準用する。

(ii) 試料溶液 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「ストレプトマイシン硫酸塩」約 1 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 200 mL とする。この液適量を正確に量り、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 µg (力価) 及び 2 µg

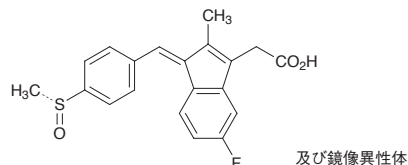
(力価) を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 密封容器。

医薬品各条の部 スペクチノマイシン塩酸塩水和物の条の次に次の一条を加える。

スリンドク

Sulindac



$C_{20}H_{17}FO_3S$: 356.41

(1Z)-(5-Fluoro-2-methyl-1-[4-[(RS)-methylsulfinyl]benzylidene]-1H-inden-3-yl)acetic acid [38194-50-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、スリンドク ($C_{20}H_{17}FO_3S$) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は施光性を示さない。融点: 約 184 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 15 mg を塩酸のメタノール溶液 (1 → 120) 1000 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、メタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL, 4 mL 及び 2 mL を正確に量りそれぞれにメタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 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, 標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 4 µL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (97 :

3) を展開溶媒として、約 17 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以外のスポットは、標準溶液（1）から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液（1）、標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき、その合計量は 1.0 % 以下である。

（4）残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g、減圧・0.7 kPa 以下、100 °C、2 時間）。

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g、白金るつぼ）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 35.64 mg $C_{20}H_{17}FO_3S$

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモンの条純度試験の項を次のように改める。

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

純度試験 黄体形成ホルモン 定量法及び次の方法により試験を行うとき、黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は 1 以下である。黄体形成ホルモンの測定法には精のう重量法と卵巣アスコルビン酸減少法がある。黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率が 1 以下、0.10 以上の場合、精のう重量法を用いることができる。

1. 精のう重量法

（i）試験動物 体重約 45 ~ 65 g の健康な雄シロネズミを用いる。

（ii）標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り、pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液 1.0 mL 中に 10、20 及び 40 黄体形成ホルモン単位を含む 3 種の溶液を製する。この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物に（iv）の操作法に従って注射し、精のうの質量を測定する。試験の結果に基づき精のうの質量が 20 ~ 35 mg になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液 S_H とする。この高用量標準溶液に pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて 1.5 ~ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする。

（iii）試料溶液 本品の適量を精密に量り、高用量標準溶液とはほぼ等しい作用を示すように pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし高用量試料溶液 T_H とする。この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液 T_L とする。

調製した標準溶液及び試料溶液は 2 ~ 8 °C に保存する。

（iv）操作法 試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A、

B、C 及び D の 4 群に無作為に分け、各群にそれぞれ S_H 、 S_L 、 T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.2 mL ずつ 5 日間皮下注射し、第 6 日に精のうを摘出し、附着する外液と不要組織を分離し、ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し、精のうの質量を量る。

（v）計算法 定量法の（v）を準用する。ただし、卵巣質量を精のう質量に読み替える。

2. 卵巣アスコルビン酸減少法

（i）試験動物 体重約 45 ~ 65 g の健康な雌シロネズミを用いる。

（ii）標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品を pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液 1.0 mL 中に、2、4、8 及び 16 黄体形成ホルモン単位を含む 4 種の溶液を製する。この溶液を、5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に、次の操作法に従ってそれぞれ注射し、卵巣アスコルビン酸量を測定する。別の 1 群に pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を注射し、対照とする。試験結果に基づき、卵巣アスコルビン酸量が対照の 0.80 ~ 0.85 倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし、その用量の 4 ~ 6 倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める。ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品を pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し、それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

（iii）試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等用量中に含むように pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

（iv）操作法 試験動物に対して血清性性腺刺激ホルモンの 80 単位を生理食塩液 0.5 mL に溶かした液を 1 匹当たり 80 単位皮下注射する。56 ~ 72 時間後にヒト絨毛性性腺刺激ホルモンの 40 単位を生理食塩液 0.5 mL に溶かした液を 1 匹当たり 40 単位皮下注射する。最後の注射から 6 ~ 9 日に試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A、B、C 及び D の 4 群に無作為に分け、A 群には高用量標準溶液、B 群には低用量標準溶液、C 群には高用量試料溶液、D 群には低用量試料溶液を各々 1 mL ずつ尾静脈より注射する。注射後 2 ~ 4 時間後に左右卵巣を摘出し、附着する脂肪その他の不要組織を分離し秤量した後、5 ~ 15 mL のメタリン酸溶液（1 → 40）を一定量加え、ホモジナイザーを用いて氷冷下でホモジナイズし遠心分離する。上清 0.5 ~ 1 mL（1 mL を原則とし、吸光度が 0.1 以下の場合には上清を半量の 0.5 mL とする）に、メタリン酸溶液（1 → 40）1.5 mL、2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液 2.5 mL をそれぞれ加えて混和し、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により直ちに試験を行い、波長 520 nm における吸光度を測定する。別にアスコルビン酸標準品 10.0 mg を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液適量を正確に量り、メタリン酸溶液（1 → 40）を加えて 1 mL 中にアスコルビン酸（ $C_6H_8O_6$ ：

176.12) 2.0 ~ 10.0 μg を含む液となるように薄める。この液 2.5 mL に 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液 2.5 mL を加えて混和し同様に吸光度を測定し検量線を作成する。このアスコルビン酸の検量線から卵巣 100 g 中のアスコルビン酸量 (mg) を求める。

(v) 計算法 定量法の (v) を準用する。ただし、卵巣質量をアスコルビン酸量に読み替える。

医薬品各条の部 セファクロル複合顆粒の条純度試験の項を次のように改める。

セファクロル複合顆粒

純度試験 類縁物質 本品 5 包以上をとり、内容物の全量を取り出し、少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉碎した後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 5 mg (力価) を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 25 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 1 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセファクロル標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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。次式により、個々の類縁物質の量を求めるとき、0.6 % 以下である。また、類縁物質の合計量は 2.8 % 以下である。必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 50 μL につき同様に操作し、ベースラインの変動を補正する。

個々の類縁物質の量 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V / 4) \times \{1 / (C \times T)\}$$

類縁物質の合計量 (%)

$$= W_s \times (\sum A_T / A_s) \times (V / 4) \times \{1 / (C \times T)\}$$

W_s : セファクロル標準品の秤取量 [mg(力価)]

A_T : 試料溶液のセファクロル、溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積

$\sum A_T$: 試料溶液のセファクロル、溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外のピークの合計面積

A_s : 標準溶液のセファクロルのピーク面積

C : 1 包中の「セファクロル」の表示全力価 [mg(力価)]

T : 採取包数 (包)

試験条件

「セファクロル」の純度試験 (3) の試験条件を準用する。

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする。この液 50 μL から得たセファクロルのピーク面積が、標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 40000 段以上、0.8 ~ 1.3 である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき、セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

医薬品各条の部 セファトリジンプロピレングリコールの条の次に次の一条を加える。

シロップ用セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate for Syrup

セファトリジンプロピレングリコールドライシロップ

シロップ用セファトリジン

本品は用時溶解して用いるシロップ剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 105.0 % に対応するセファトリジン ($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_2$; 462.50) を含む。

製法 本品は「セファトリジンプロピレングリコール」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」10 mg (力価) に対応する量をとり、水 10 mL に溶かす。この液 2 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm 及び 266 ~ 271 nm に吸収の極大を示す。

pH (2.54) 本品の表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」0.4 g (力価) に対応する量をとり、水 10 mL に懸濁した液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、試料溶液のセファトリジンのピーク以外のピークの面積は、標準溶液のセファトリジンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセファトリジンのピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のセファトリジンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からセファトリジンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たセファトリジンのピーク面積が、標準溶液のセファトリジンのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは質量偏差試験を行うとき、適合する。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品の表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約 28 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のセファトリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

セファトリジン ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 360$$

W_S : セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のセファトリジンプロピレングリコール ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_8H_8O_2$) の表示量 [mg(力価)]

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件を準用する。

移動相：リン酸二水素カリウム溶液 (17 → 12500)/メタノール混液 (4 : 1)

流量：セファトリジンの保持時間が約 8 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セファトリジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

定量法 本品を粉末とし、「セファトリジンプロピレングリ

コール」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 500 mL とし、試料溶液とする。別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。以下「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法を準用する。

セファトリジン ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$) の量 [mg(力価)]
 $= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S : セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量 [mg(力価)]

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 セファレキシンの条の次に次の二条を加える。

セファレキシンカプセル

Cefalexin Capsules

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0 % に対応するセファレキシ ($C_{16}H_{17}N_3O_5S$: 347.39) を含む。

製法 本品は「セファレキシ」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「セファレキシ」70 mg (力価) に対応する量を取り、水 25 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

水分 (2.48) 10.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、カプセルを開いて pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 3V/5 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中に「セファレキシ」約 1.25 mg (力価) を含む液となるように、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシ標準品約 25 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH 4.5 の 0.1 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 10 mL を正確に加えた後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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ァレキシのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セファレキシ ($C_{16}H_{17}N_3O_5S$) の量 [mg(力価)]
 $= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_S : セファレキシ標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH 4.5 の
0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、セファレキシシ、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 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、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシシのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、125 mg (力価) カプセルの 30 分間の溶出率は 75 % 以上であり、250 mg (力価) カプセルの 60 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 *V* mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「セファレキシシ」約 22 μg (力価) を含む液となるように水を加えて正確に *V'* mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシシ標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 *A_T* 及び *A_S* を測定する。

セファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$$

W_s : セファレキシシ標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1 カプセル中のセファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の表示量 [mg(力価)]

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。「セファレキシシ」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシシ標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH 4.5 の 0.1 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 10 mL を正確に加えた後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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ァレキシシのピーク面積の比 *Q_T* 及び *Q_S* を求める。

セファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の量 [mg(力価)]
= *W_s* × (*Q_T* / *Q_S*) × 5

W_s : セファレキシシ標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH 4.5 の
0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 3.0 mm、長さ 7.5 cm のステンレス管に 3 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てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.72 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (3 → 500) を加えて pH 3.0 に調整する。この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量：セファレキシシの保持時間が約 6 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、セファレキシシ、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 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、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシシのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

シロップ用セファレキシシ

Cefalexin for Syrup

セファレキシシドライシロップ

本品は用時溶解又は懸濁して用いるシロップ剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0 % に対応するセファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₄S : 347.39) を含む。

製法 本品は「セファレキシシ」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「セファレキシシ」3 mg (力価) に対応する量をとり、水に溶かし、100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

水分 (2.48) 5.0 % 以下 (0.4 g、容量滴定法、逆滴定)。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 3*V*/5 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中に「セファレキシシ」約 1 mg (力価) を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に *V* mL とし、遠心分離する。上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL と

し、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

セファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₅S) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_s: セファレキシシ標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH 4.5 の
 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品の表示量に従い「セファレキシシ」約 0.25 g (力価) に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシシ標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

セファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₅S) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_s / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 1125$$

W_s: セファレキシシ標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_T: 本品の秤取量 (g)

C: 1 g 中のセファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₅S) の表示量 [mg(力価)]

定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セファレキシシ」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシシ標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH 4.5 の 0.1 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 10 mL を正確に加えた後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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ァレキシシのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セファレキシシ (C₁₆H₁₇N₃O₅S) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 5$

W_s: セファレキシシ標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH 4.5 の

0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 3.0 mm, 長さ 7.5 cm のステンレス管に 3 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 2.72 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (3 → 500) を加えて pH 3.0 に調整する。この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量: セファレキシシの保持時間が約 6 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、セファレキシシ、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 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、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシシのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 セフィキシムの条の次に次の一条を加える。

セフィキシムカプセル

Cefixime Capsules

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 105.0 % に対応するセフィキシム (C₁₆H₁₅N₅O₇S₂: 453.45) を含む。

製法 本品は「セフィキシム」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「セフィキシム」70 mg (力価) に対応する量をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 286 ~ 290 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「セフィキシム」0.1 g (力価) に対応する量をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。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クの合計量は 2.5 % 以下である。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「セフィキシム」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲は「セフィキシム」の純度試験の試験条件を準用する。

システム適合性

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

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

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

水分 (2.48) 12.0 % 以下 (内容物 0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、内容物を取り出し、内容物及びカプセルに pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 7V/10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、1 mL 中に「セフィキシム」約 1 mg (力価) を含む液となるように pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL を正確に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。以下「セフィキシム」の定量法を準用する。

セフィキシム (C₁₆H₁₅N₅O₂S₂) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_s) \times (V / 20)$

W_s : セフィキシム標準品の秤取量 [mg(力価)]

溶出性 (6.10) 試験液に pH 7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い、シンカーを使用して、バドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、50 mg (力価) カプセルの 60 分間の溶出率及び 100 mg (力価) カプセルの 90 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「セフィキシム」約 56 μ g (力価) を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 28 mg (力価) に対応する量を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次

の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞ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。

セフィキシム (C₁₆H₁₅N₅O₂S₂) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_s : セフィキシム標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1 カプセル中の「セフィキシム」の表示量 [mg(力価)]

試験条件

「セフィキシム」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末にする。「セフィキシム」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL を正確に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。以下「セフィキシム」の定量法を準用する。

セフィキシム (C₁₆H₁₅N₅O₂S₂) の量 [mg(力価)]

$= W_s \times (A_T / A_s) \times 5$

W_s : セフィキシム標準品の秤取量 [mg(力価)]

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 セフテラム ピボキシル細粒の条の次に次の一条を加える。

セフテラム ピボキシル錠

Cefteram Pivoxil Tablets

セフテラムピボキシル錠

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0 % に対応するセフテラム (C₁₆H₁₇N₅O₂S₂ : 479.49) を含む。

製法 本品は「セフテラムピボキシル」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1 g (力価) に対応する量をとり、メタノール 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に 0.05 mol/L 塩酸・メタノール試液を加えて 500 mL とした

液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品を粉末にし、表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1 g (力価) に対応する量を取り、薄めたアセトニトリル (1 → 2) を加えて 100 mL とする。超音波処理により分散させた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 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、試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 1.75 倍より大きくなく、試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 17/25 より大きくない。また、試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 3.7 倍より大きくない。ただし、セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積には 0.74 の感度係数を乗じる。

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験 (3) の試験条件を準用する。

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験 (3) のシステム適合性を準用する。

水分 (2.48) 4.0 % 以下 (本品を粉末としたものの 0.2 g (力価) 対応量、容量滴定法、直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、「セフテラムピボキシル」50 mg (力価) 当たり内標準溶液 5 mL を正確に加え、1 mL 中に「セフテラムピボキシル」約 1 mg (力価) を含む液となるように薄めたアセトニトリル (1 → 2) を加えて V mL とする。この液を超音波処理により分散させた後、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、薄めたアセトニトリル (1 → 2) 20 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、薄めたアセトニトリル (1 → 2) を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する。

セフテラム (C₁₆H₁₇N₉O₅S₂) の量 [mg(力価)]

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50)$$

W_s: セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル (1 → 2) 溶液 (1 → 1000)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出

率は 75 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「セフテラムピボキシル」約 22 μg (力価) を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 20 mL に溶かした後、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 300 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

セフテラム (C₁₆H₁₇N₉O₅S₂) の表示量 [mg(力価)] に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$$

W_s: セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

C: 錠中のセフテラム (C₁₆H₁₇N₉O₅S₂) の表示量 [mg(力価)]

定量法 本品の「セフテラムピボキシル」約 1.0 g (力価) に対応する個数を取り、薄めたアセトニトリル (1 → 2) 120 mL を加えて超音波処理により分散させた後、薄めたアセトニトリル (1 → 2) を加えて正確に 200 mL とする。この液を遠心分離した後、上澄液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、薄めたアセトニトリル (1 → 2) を加えて 50 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、薄めたアセトニトリル (1 → 2) 20 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、薄めたアセトニトリル (1 → 2) を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する。

セフテラム (C₁₆H₁₇N₉O₅S₂) の量 [mg(力価)]

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 20$$

W_s: セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル (1 → 2) 溶液 (1 → 1000)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 セフロキサジン水和物の条の次に次の一条を加える。

シロップ用セフロキサジン

Cefroxadine for Syrup

セフロキサジンドライシロップ

本品は用時懸濁して用いるシロップ剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0 % に対応するセフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S : 365.40) を含む。

製法 本品は「セフロキサジン水和物」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品を必要ならば粉末とし、表示量に従い「セフロキサジン水和物」2 mg (力価) に対応する量をとり、0.001 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 271 nm に吸収の極大を示す。

水分 (2.48) 4.5 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) 4V/5 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜた後、「セフロキサジン水和物」50 mg (力価) 当たり内標準溶液 5 mL を正確に加え、1 mL 中に「セフロキサジン水和物」約 0.25 mg (力価) を含む液になるように希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて V mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する。

セフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の量 [mg(力価)]

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 200)$$

W_s : セフロキサジン標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 パニリン 1.6 g をメタノール 5 mL に溶かし、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 100 mL とする。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品の表示量に従い「セフロキサジン水和物」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 10 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 4 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水 10 mL を加えた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液と

する。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 267 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

セフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_s / W_T) \times (A_T / A_s) \times (1 / C) \times 450$$

W_s : セフロキサジン標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のセフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の表示量 [mg(力価)]

定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セフロキサジン水和物」約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) 160 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 200 mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する。

セフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の量 [mg(力価)]

$$= W_s \times (Q_T / Q_s)$$

W_s : セフロキサジン標準品の秤取量 [mg(力価)]

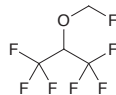
内標準溶液 パニリン 1.6 g をメタノール 5 mL に溶かし、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 100 mL とする。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 セフロキシムナトリウムの条の次に次の一条を加える。

セボフルラン

Sevoflurane



C₄H₃F₇O : 200.05

1, 1, 1, 3, 3, 3-Hexafluoro-2-(fluoromethoxy)propane
[28523-86-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セボフルラン (C₄H₃F₇O) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は無色澄明の流動しやすい液である。

本品は水に極めて溶けにくい。

本品はエタノール (99.5) と混和する。

本品は揮発性で、引火性はない。

屈折率 n_D²⁰ : 1.2745 ~ 1.2760

沸点：約 58.6 °C

確認試験 本品約 1 μL を 10 cm の長さの光路を持つ気体セルにとり、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の気体試料測定法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセボフルラン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.510 ~ 1.530

純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 50 mL に新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、水層を分取し、試料溶液とする。試料溶液 20 mL にプロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の色は赤紫色である。また、試料溶液 20 mL にプロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.6 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 可溶性フッ化物 本品 6 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 12 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 層 4.0 mL をとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (Ⅲ) 試液混液 (1 : 1 : 1) 30 mL を加え、水を加えて 50 mL とした後 60 分間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準溶液 0.2 mL 及び薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 4.0 mL をとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (Ⅲ) 試液混液 (1 : 1 : 1) 30 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 20) 4.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (1 ppm 以下)。

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム 2.21 g を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はフッ素 (F) 0.01 mg を含む。

(3) 類縁物質 本品 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、セボフルランに対する相対保持時間約 0.84 のヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテルの量は 0.005 % 以下であり、セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ 0.0025 % 以下である。また、セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの合計量は 0.005 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、注入口温度、検出器温度、キャリアーガス及びスプリット比は定量法の試験条件を準用する。カラム温度：40 °C 付近の一定温度で注入し、10 分間保った後、200 °C になるまで 1 分間に 10 °C の割合

で昇温し、200 °C 付近の一定温度に保つ。

流量：セボフルランの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：セボフルランの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 20 μL を量り、*o*-キシレンを加えて 20 mL とする。この液 1 mL に *o*-キシレンを加えて 20 mL としシステム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、*o*-キシレンを加えて正確に 10 mL とする。この液 2 μL から得たセボフルランのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセボフルランのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、セボフルランのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 6000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セボフルランのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

(5) 蒸発残留物 本品 10 mL を正確に量り、水浴上で蒸発した後、残留物を 105 °C で 2 時間乾燥するとき、その量は 1.0 mg 以下である。

水分 (2.48) 0.04 ~ 0.2 w/v % (5 mL, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びセボフルラン標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準物質としてジメトキシメタン 5 mL ずつを正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セボフルラン (C₆H₅F₇O) の量 (mg)

$$= V_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000 \times 1.521$$

V_S : 脱水物に換算した標準品の秤取量 (mL)

1.521 : セボフルランの比重 (d_{20}^{20})

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm, 長さ 30 m のフェーズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコンを厚さ 1.8 μm で被覆する。

カラム温度：40 °C

注入口温度：200 °C 付近の一定温度

検出器温度：225 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：セボフルランの保持時間が約 3 分になるように調整する。

スプリット比：1 : 20

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、セボフルラン、内標準物質の順に流出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 1 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ボフルランのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 セラセフェートの条化学名の項を次のように改める。

セラセフェート

[9004-38-0]

医薬品各条の部 結晶セルロースの条英名の項の次に次の一項を加える。

結晶セルロース

[9004-34-6, セルロース]

医薬品各条の部 粉末セルロースの条英名の項の次に次の一項を加える。

粉末セルロース

英名の項の次に次を追加する。

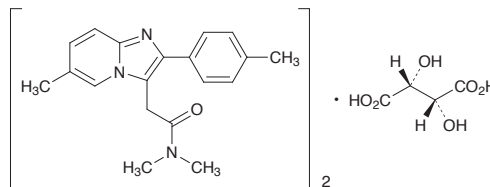
[9004-34-6, セルロース]

医薬品各条の部 ソルピタンセスキオレイン酸エステル条の次に次の一項を加える。

ゾルピデム酒石酸塩

Zolpidem Tartrate

酒石酸ゾルピデム



$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$: 764.87

N,N,6-Trimethyl-2-(4-methylphenyl)imidazo[1,2-*a*]pyridine-3-acetamide hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate [99294-93-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、*N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (99.5) 又は無水酢酸に溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品は光によって徐々に黄色となる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: 約 +1.8° (1 g, *N,N*-ジメチルホルムアミド, 20 mL, 100 mm)。

確認試験

(1) 本品 50 mg を酢酸 (100) 5 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 → 10) は酒石酸塩の定性反応 (3) (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 4 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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、試料溶液のゾルピデム以外のピークの面積は、

標準溶液のゾルピデムのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 7.5 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てんする。

カラム温度：25℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 4.9 g に水 1000 mL を加えた後、トリエチルアミンを加えて pH 5.5 に調整した液 11 容量にメタノール 5 容量及びアセトニトリル 4 容量を加える。

流量：ゾルピデムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

面積測定範囲：ゾルピデムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ベンジル 10 mg ずつをメタノール 100 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、ゾルピデム、パラオキシ安息香酸ベンジルの順に溶出し、その分離度は 9 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ゾルピデムのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 3.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 38.24 mg (C₁₉H₂₁N₃O)₂ · C₄H₆O₆

貯法

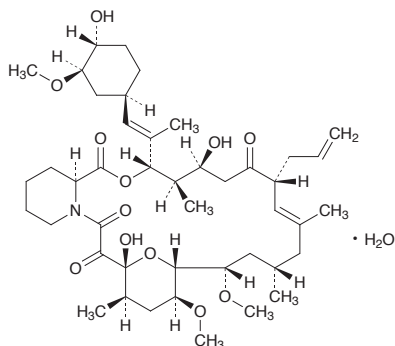
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 タウリンの条の次に次の三条を加える。

タクロリムス水和物

Tacrolimus Hydrate



C₄₄H₆₉NO₁₂ · H₂O : 822.03

(3S, 4R, 5S, 8R, 9E, 12S, 14S, 15R, 16S, 18R, 19R, 26aS)-

5, 19-Dihydroxy-3-[(1E)-2-[(1R, 3R, 4R)-4-hydroxy-3-methoxycyclohexyl]-1-methylethenyl]-14, 16-dimethoxy-4, 10, 12, 18-tetramethyl-8-(prop-2-en-1-yl)-15, 19-epoxy-hexadecahydro-3H-pyrido[2, 1-c][1, 4]oxaazacyclotricosine-1, 7, 20, 21(4H, 23H)-tetrone monohydrate [109581-93-3]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、タクロリムス (C₄₄H₆₉NO₁₂ : 804.02) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) に極めて溶けやすく、N,N-ジメチルホルムアミド又はエタノール (95) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、1, 3-ジニトロベンゼン試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) のペーパースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタクロリムス標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) [α]_D²⁵ : -110 ~ -115° (脱水物に換算したものの 0.2 g, N,N-ジメチルホルムアミド, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 別に規定する。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 1.9 ~ 2.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

異性体 別に規定する。

定量法 本品及びタクロリムス標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 25 mg ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) 15 mL に溶かし、内

標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、水 25 mL を加えて 6 時間放置し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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タクロリムスのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

タクロリムス ($C_{44}H_{69}NO_{12}$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S : 脱水物に換算したタクロリムス標準品の称取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘプチルのエタノール (99.5) 溶液 (3 \rightarrow 4000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 水/液体クロマトグラフィー用 2-プロパノール/液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン混液 (5 : 2 : 2)

流量: タクロリムスの保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

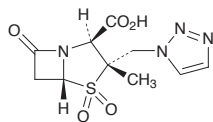
システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、タクロリムス、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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タクロリムスのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

タゾバクタム

Tazobactam



$C_{10}H_{12}N_4O_5S$: 300.29

(2S, 3S, 5R)-3-Methyl-7-oxo-3-(1H-1, 2, 3-triazol-1-ylmethyl)-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid 4, 4-dioxide [89786-04-9]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ~ 1020 μ g (力価) を含む。ただし、本品の力価は、タゾバクタム ($C_{10}H_{12}N_4O_5S$) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルスルホキシド又は *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくい。

本品は炭酸水素ナトリウム溶液 (3 \rightarrow 100) に溶ける。

確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタゾバクタム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液 (1 \rightarrow 35) につき、核磁気共鳴スペクトル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スペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 1.3 ppm 付近に単一線のシグナル A を、 δ 7.8 ppm 付近及び δ 8.1 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル B 及び C を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C はほぼ 3 : 1 : 1 である。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +162 ~ +167 $^{\circ}$ (脱水物に換算したもの 1 g, *N,N*-ジメチルホルムアミド, 100 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を炭酸水素ナトリウム溶液 (3 \rightarrow 100) 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 0.14 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は速やかに行う。本品 50 mg を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 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 (1) とする。標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 50 μ L 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、試料溶液のタゾバクタムに対する相対保持時間約 0.17 のピーク面積は標準溶液 (1) のタゾバクタムのピーク面積の 4/5 より大きくなく、試料溶液のタゾバクタム及びタゾバクタムに対する相対保持時間約 0.17 のピーク以外のピークの面積は、標準溶液 (2) のタゾバクタムのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のタゾバクタム及びタゾバクタムに対する相対保持時間約 0.17 のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液 (2) のタゾバクタムのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: タゾバクタムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 50 μ L から得たタゾバクタムのピーク面積が標準溶液 (1) のタゾバクタムのピーク面積の 3 ~ 7 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 (1) 50 μ L につき、上記

の条件で操作するとき、タゾバクタムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、0.8 ~ 1.2 である。

システムの再現性：標準溶液 (1) 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、タゾバクタムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 0.5 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液 (3:1) を用いる)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

エンドトキシン (4.01) 0.04 EU/mg (力価) 未滿。

定量法 本品及びタゾバクタム標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、水を加えて 100 mL 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 10 μ L 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タゾバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

タゾバクタム ($C_{10}H_{12}N_4O_5S$) の量 [μ g(力価)]
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_s : タゾバクタム標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 フェニルアラニン溶液 (1 \rightarrow 400)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 10 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 1.32 g を水 750 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とし、アセトニトリル 25 mL を加える。

流量：タゾバクタムの保持時間が約 10 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、タゾバクタムの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

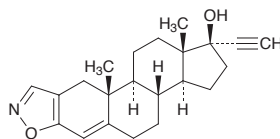
システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するタゾバクタムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

有効期間 製造後 24 箇月。

ダナゾール

Danazol



$C_{22}H_{27}NO_2$: 337.46

17 α -Pregna-2,4-dien-20-yno[2,3-d]isoxazol-17-ol
 [17230-88-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、ダナゾール ($C_{22}H_{27}NO_2$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

本品はアセトンにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 225 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 \rightarrow 50000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダナゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダナゾール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +8 ~ +11 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.25 g, エタノール (99.5), 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 2.0 g に水 80 mL を加えてよく振り混ぜ、5 分間煮沸する。冷後、水を加えて 100 mL とし、ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する。初めのろ液 30 mL を除き、次のろ液 40 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.011 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をアセトン 4 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 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 5 μ L 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。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液 (3:2) を展開溶媒として約 15 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及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.2 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びダナゾール標準品を乾燥し, その約 25 mg ずつを精密に量り, それぞれをエタノール (95) に溶かし, 正確に 50 mL とする。これらの液 2 mL ずつを正確に量り, それぞれにエタノール (95) を加えて正確に 50 mL 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につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い, 波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ダナゾール ($C_{22}H_{27}NO_2$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : ダナゾール標準品の秤取量 (mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

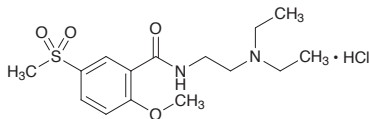
容器 密閉容器。

医薬品各条の部 タンニン酸ベルベリンの条の次に次の二条を加える。

チアプリド塩酸塩

Tiapride Hydrochloride

塩酸チアプリド



$C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$: 364.89

N-[2-(Diethylamino)ethyl]-2-methoxy-

5-(methylsulfonyl)benzamide monohydrochloride

[51012-33-0]

本品を乾燥したものは定量するとき, チアプリド塩酸塩 ($C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく, 酢酸 (100) に溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール (99.5) に溶けにくく, 無水酢酸に極めて溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 10000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 20) は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり, 第 1 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10 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 10 μ L 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, 窒素気流下で速やかにスポットする。次に水/1-ブタノール/酢酸 (100) 混液 (2:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾し, 80 °C で 30 分間乾燥する。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以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.49 mg $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

チアプリド塩酸塩錠

Tiapride Hydrochloride Tablets

塩酸チアプリド錠

本品は定量するとき, 表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するチアプリド ($C_{15}H_{24}N_2O_4S$: 328.43) を含む。

製法 本品は「チアプリド塩酸塩」をとり, 錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし, 表示量に従いチアプリド ($C_{15}H_{24}N_2O_4S$) 10 mg に対応する量を取り, 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてよく振り混ぜた後, ろ過する。ろ液につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 286 ~ 290 nm に吸収の極大を示す。

錠剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき, 適合する。

本品 1 個をとり, 0.1 mol/L 塩酸試液 $V/10$ mL を加えて崩壊するまで超音波処理した後, メタノール $4V/10$ mL を加える。更に内標準溶液 $V/10$ mL を正確に加えて 30 分間振り混ぜ, 1 mL 中にチアプリド ($C_{15}H_{24}N_2O_4S$) 約 1 mg を含む液となるようにメタノールを加えて V mL とする。この液を 10 分間遠心分離し, 上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

チアプリド (C₁₅H₂₄N₂O₄S) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 100) \times 0.900$

W_s: 定量用塩酸チアプリドの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液
 (1 → 500)

溶出性 別に規定する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。チアプリド (C₁₅H₂₄N₂O₄S) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びメタノール 40 mL を加えた後、内標準溶液 10 mL を正確に加えて 30 分間振り混ぜ、メタノールを加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用塩酸チアプリドを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.11 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 100 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チアプリドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

チアプリド (C₁₅H₂₄N₂O₄S) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_s) \times 0.900$

W_s: 定量用塩酸チアプリドの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液
 (1 → 500)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: 過塩素酸ナトリウム 11.2 g を水 800 mL に溶かし、薄めた過塩素酸 (17 → 2000) 5 mL を加える。この液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える。

流量: チアプリドの保持時間が約 8 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、チアプリド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 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チアプリドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 テイコプラニンの条基原の項を次のように改める。

テイコプラニン

本品は、*Actinoplanes teichomyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の混合物である。

本品は定量するとき、換算した脱水、脱塩化ナトリウム及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり 900 ~ 1120 μg (力価) を含む。ただし、本品の力価は、テイコプラニン (C₇₂₋₈₉H₆₈₋₉₉Cl₂N₈₋₉O₂₈₋₃₃) としての量を質量 (力価) で示す。

医薬品各条の部 テストステロンエナント酸エステル注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

テストステロンエナント酸エステル注射液

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき、適合する。
 不溶性微粒子〈6.07〉 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 テストステロンプロピオン酸エステル注射液の条不溶性異物の項の次に次の一項を加える。

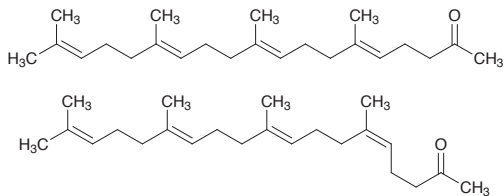
テストステロンプロピオン酸エステル注射液

不溶性微粒子〈6.07〉 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 デフェロキサミンメシル酸塩の条の次に次の一条を加える。

テブレノン

Teprenone



$C_{23}H_{38}O$: 330.55

(5*E*, 9*E*, 13*E*)-6, 10, 14, 18-Tetramethylnonadeca-

5, 9, 13, 17-tetraen-2-one

(5*Z*, 9*E*, 13*E*)-6, 10, 14, 18-Tetramethylnonadeca-

5, 9, 13, 17-tetraen-2-one

[6809-52-5]

本品は定量するとき、テブレノン ($C_{23}H_{38}O$) 97.0 ~ 101.0 % を含む。

本品はモノシス体及びオールトランス体からなり、その比は約 2 : 3 である。

性状 本品は無色～微黄色澄明の油状の液で、わずかに特異なにおいがある。

本品はエタノール (99.5)、酢酸エチル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は空気によって酸化され、徐々に黄色となる。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100) 2 mL にリンモリブデン酸 *n* 水和物の酢酸 (100) 溶液 (1 → 100) 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱した後、硫酸 5 ~ 6 滴を加えて加熱を続けるとき、液は青 ~ 青緑色を呈する。

(2) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100) 2 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、黄～橙黄色の沈殿を生じる。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテブレノン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率 (2.45) n_D^{20} : 1.485 ~ 1.491

比重 (2.56) d_4^{20} : 0.882 ~ 0.890

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 mL にエタノール (99.5) 9 mL を加えて振り混ぜるとき、液は澄明である。また、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 400 nm における吸光度は 0.02 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 本品 30 mg をヘキサン 6 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 3 μ L につき、次の条件でガス

クロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。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、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、テブレノンのオールトランス体のピークに対する相対保持時間約 0.8 のジシス体のピーク面積は 0.5 % 以下であり、モノシス体、オールトランス体及び上記のピーク以外のピーク面積はそれぞれ 0.2 % 以下である。また、モノシス体、オールトランス体及びジシス体以外のピークの合計面積は 1.0 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテブレノンのオールトランス体の保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL にヘキサンを加えて 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする。この液 3 μ L から得たテブレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和が、システム適合性試験用溶液のテブレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 3 μ L につき、上記の条件で操作するとき、テブレノンのモノシス体、オールトランス体の順に流出し、その分離度は 1.1 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 3 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テブレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 30 mg をヘキサン 6 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 3 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、保持時間 18 分付近に近接して現れる 2 つの主ピークのうち保持時間の小さい方のモノシス体のピーク面積 A_s 及び保持時間の大きい方のオールトランス体のピーク面積 A_b を測定するとき、 A_s/A_b は 0.60 ~ 0.70 である。

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は純度試験 (3) のシステム適合性を準用する。

定量法 本品及びテブレノン標準品約 50 mg ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かした後、酢酸エチルを加えて 50 mL 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 3 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するテブレノンのピーク面積 (モノシス体とオールトランス体のピーク面積和) の比 Q_T 及び Q_S を求める。

テブレノン (C₂₃H₃₈O) の量 (mg) = W_s × (Q_T / Q_s)

W_s: テブレノン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルの酢酸エチル溶液 (1 → 100)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 4 mm, 長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート を 149 ~ 177 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素又はヘリウム

流量: 保持時間 18 分付近に近接して現れる 2 つの主ピークのうち保持時間の大きい方のテブレノンのオールトランス体の保持時間が約 19 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 3 μL につき, 上記の条件で試験を行うとき, 内標準物質, テブレノンのモノシス体, オールトランス体の順に流出し, モノシス体とオールトランス体の分離度は 1.1 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 3 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テブレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 空気を「窒素」で置換し, 2 ~ 8 °C に保存する。
容器 気密容器。

医薬品各条の部 トウモロコシデンブンの条確認試験の項 (1) の目を次のように改める。

トウモロコシデンブンプン

確認試験

(1) 本品は, 水/グリセリン混液 (1:1) を加え, 光学顕微鏡を用いて鏡検 (5.01) するとき, 通例, 直径 2 ~ 23 μm の不規則な多面角の粒又は 25 ~ 35 μm の不規則な円形又は球形の粒を認める。へそは明瞭な空洞又は 2 ~ 5 つの放射状の裂け目となり, 同心性の筋はない。交叉した偏光ブリズム間では, 本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

同条純度試験の項 (3) の目の次に次の一目を加える。

純度試験

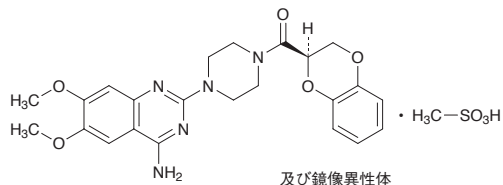
◆(4) 異物 本品を鏡検 (5.01) するとき, 他のでんぷん粒を認めない。また, 原植物の組織の破片を含むことがあっても, 極めてわずかである。◆

医薬品各条の部 トウモロコシ油の条の次に次の一条を加える。

ドキサゾシンメシル酸塩

Doxazosin Mesilate

メシル酸ドキサゾシン



C₂₃H₂₅N₅O₅ · CH₄O₃S : 547.58

1-(4-Amino-6,7-dimethoxyquinazolin-2-yl)-4-[(2*RS*)-2,3-dihydro-1,4-benzodioxin-2-yl]carbonyl]piperazine monomethansulfonate [77883-43-3]

本品を乾燥したものは定量するとき, ドキサゾシンメシル酸塩 (C₂₃H₂₅N₅O₅ · CH₄O₃S) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく, 水又はメタノールに溶けにくく, エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。

本品のジメチルスルホキシド溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

融点: 約 272 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液溶液 (1 → 200000) につき, 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキサゾシンメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキサゾシンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 30 mg はメシル酸塩の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 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)。

(2) 類縁物質 本品 20 mg をメタノール/酢酸 (100) 混液 (1:1) 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノール/酢酸 (100) 混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, メタノール/酢酸 (100) 混液 (1:1) を加えて正確に 10 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 5 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 4-メチル-2-ペンタノン 2 容量に水 1 容量及び酢酸 (100) 1 容量を加えて振り混ぜ, 上層を展開溶媒として約 10 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 R_f 値約 0.15 のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、試料溶液には主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びドキサゾシンメシル酸塩標準品を乾燥し、その約 25 mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。これらの液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれに移動相を加えて正確に 100 mL 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 10 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のドキサゾシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ドキサゾシンメシル酸塩 ($C_{22}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_3O_3S$) の量 (mg)
= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 246 nm)

カラム: 内径 3.9 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 4 μ m 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/アセトニトリル混液 (12:8:3)

流量: ドキサゾシンの保持時間が約 5 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ドキサゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ドキサゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

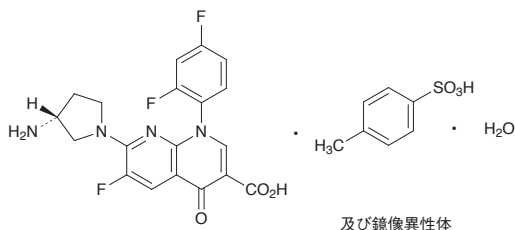
貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 トコフェロールニコチン酸エステルの条の次に次の二条を加える。

トスフロキサシントシル酸塩水和物

Tosufloxacin Tosilate Hydrate

トシル酸トスフロキサシン



$C_{16}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_9O_3S \cdot H_2O$: 594.56

7-[(3RS)-3-Aminopyrrolidin-1-yl]-1-(2,4-difluorophenyl)-6-fluoro-4-oxo-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid monotosylate monohydrate [115964-29-9, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、トスフロキサシントシル酸塩 ($C_{15}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_9O_3S$: 576.54) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

融点: 約 254 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品は紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、淡青白色の蛍光を発する。

(2) 本品 10 mg をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法 (1.06) により得た検液はフッ化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

(3) 本品のメタノール/水酸化ナトリウム試液混液 (49:1) 溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトスフロキサシントシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) のペーセント法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトスフロキサシントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に希硝酸 6 mL 及び *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.007 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 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) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う。ただし、強熱温度は 750 ~ 850 °C とし、残留物には希塩酸 10 mL を加える (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 10 mg を量り、移動相 B 12 mL に溶かし、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のトシル酸及びトスフロキサシン以外のピーク面積は、標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の 3/4 より大きくない。また、試料溶液のトシル酸及びトスフロキサシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：272 nm)

カラム：内径 3.0 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：35 °C 付近の一定温度

移動相 A：水 300 ~ 500 mL にメタンスルホン酸 100 mL を水冷しながら徐々に加え、更に水冷しながらトリエチルアミン 100 mL を徐々に加え、水を加えて 1000 mL とする。この液 10 mL に水 143 mL、アセトニトリル 40 mL 及び緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 7 mL を加える。

移動相 B：水 300 ~ 500 mL にメタンスルホン酸 100 mL を水冷しながら徐々に加え、更に水冷しながらトリエチルアミン 100 mL を徐々に加え、水を加えて 1000 mL とする。この液 10 mL にアセトニトリル 100 mL、水 83 mL 及び緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 7 mL を加える。

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 1 | 100 | 0 |
| 1 ~ 16 | 100 → 0 | 0 → 100 |
| 16 ~ 35 | 0 | 100 |

流量：毎分 0.5 mL

面積測定範囲：トスフロキサシンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L から得たトスフロキサシンのピーク面積が^s、標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の 18 ~ 32 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トスフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トスフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 2.5 ~ 3.5 % (30 mg, 電量滴定法)。

定量法 本品及びトスフロキサシントシル酸塩標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 30 mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 20 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL 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 10 μ L 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トスフロキサシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

トスフロキサシントシル酸塩 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S)$$

W_s ：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 800)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：270 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/ジブチルアミンのメタノール溶液 (1 → 2500) 混液 (3 : 1) に薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH 3.5 に調整する。

流量：トスフロキサシンの保持時間が約 20 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、トスフロキサシンの順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L 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トスフロキサシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

トスフロキサシントシル酸塩錠

Tosufloxacin Tosilate Tablets

トシル酸トスフロキサシン錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するトスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$; 594.56) を含む。

製法 本品は「トスフロキサシントシル酸塩水和物」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「トスフロキサシントシル酸塩水和物」75 mg に対応する量を取り、メタノール/水酸化ナトリウム試液混液 (49:1) 200 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 2 mL をとり、メタノール/水酸化ナトリウム試液混液 (49:1) 100 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm, 341 ~ 345 nm 及び 356 ~ 360 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 $V/10$ mL を加えて崩壊するまで振り混ぜた後、1 mL 中にトスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) 約 1.5 mg を含む液になるようにメタノールを加えて正確に V mL とする。この液を 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液 4 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

トスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 20) \times 1.031$$

W_s : 脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 800)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 90 分間の溶出率は 65 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にトスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) 約 17 μ g を含む液となるように pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトスフロキサシントシル酸塩標準品 (別途「トスフロキサシントシル酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 21 mg を精密に量り、 N,N -ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視

吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 346 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

トスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 72 \times 1.031$$

W_s : 脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のトスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。トスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、水 10 mL を加えた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にトスフロキサシントシル酸塩標準品 (別途「トスフロキサシントシル酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 30 mg を精密に量り、水 2 mL を加えた後、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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トスフロキサシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

トスフロキサシントシル酸塩水和物 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times 5 \times 1.031$$

W_s : 脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 800)

試験条件

「トスフロキサシントシル酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

「トスフロキサシントシル酸塩」の定量法のシステム適合性を準用する。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 トルブタミド錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

トルブタミド錠

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

同条溶出性の項を次のように改める。

溶出性 (6.10) 試験液に pH 7.4 のリン酸塩緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にトルブタミド (C₁₂H₁₈N₂O₃S) 約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトルブタミド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、メタノール 10 mL に溶かした後、試験液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 226 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

トルブタミド (C₁₂H₁₈N₂O₃S) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$$

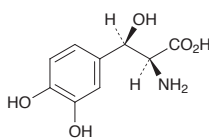
W_s: トルブタミド標準品の秤取量 (mg)

C: 1 錠中のトルブタミド (C₁₂H₁₈N₂O₃S) の表示量 (mg)

医薬品各条の部 トレピプトンの条の次に次の六条を加える。

ドロキシドパ

Droxidopa



C₉H₁₁NO₅: 213.19

(2S, 3R)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-3-hydroxypropanoic acid [23651-95-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ドロキシドパ (C₉H₁₁NO₅) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に溶けにくく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 25000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) [α]_D²⁰: -38 ~ -43° (乾燥後, 0.1 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 0.40 g を希硝酸 6 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、水冷しながらかき混ぜて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 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、試料溶液のドロキシドパ以外のピークの面積は、標準溶液のドロキシドパのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 3 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てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g 及びリン酸二水素カリウム 1.36 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.0 に調整する。この液 930 mL にアセトニトリル 70 mL を加える。

流量: ドロキシドパの保持時間が約 5 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ドロキシドパの保持時間の約 12 倍の範囲

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ドロキシドパのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.5 以下である。

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、ドロキシドパのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.1 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、0.1 mol/L 過塩素酸 20 mL を正確に加えて溶かした後、酢酸 (100) 50 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.32 mg $C_9H_{11}NO_5$

貯法 容器 密閉容器。

ドロキシドパカプセル

Droxidopa Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$: 213.19) を含む。

製法 本品は「ドロキシドパ」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「ドロキシドパ」50 mg に対応する量を取り、水 50 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴上で 3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「ドロキシドパ」20 mg に対応する量を取り、薄めた酢酸 (100) (1 → 500) 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は濃緑色を経て、徐々に淡褐色に変わる。

(3) 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「ドロキシドパ」50 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 25 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、内容物を取り出し、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、よく振り混ぜた後、1 mL 中にドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) 約 0.5 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ドロキシドパを 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$$

W_s : 定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行うとき、本品の 90 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) 約 56 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用ドロキシドパを 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 350 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

ドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : 定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、均一に混和する。ドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ドロキシドパを 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S)$

W_s : 定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

ドロキシドパ細粒

Droxidopa Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$: 213.19) を含む。

製法 本品は「ドロキシドパ」をとり、散剤の製法により微粒状に製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ドロキシドパ」50 mg に対応する量を取り、水 50 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴上で 3 分間加熱するとき、液は青紫色を

呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「ドロキシドパ」20 mg に対応する量を取り、薄めた酢酸 (100) (1 → 500) 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄 (Ⅲ) 試液 1 滴を加えるとき、液は濃緑色を経て、徐々に淡褐色に変わる。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い「ドロキシドパ」50 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 25 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行うとき、本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品の表示量に従いドロキシドパ (C₉H₁₁NO₅) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用ドロキシドパを 60 °C で 3 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 350 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ドロキシドパ (C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = (W_S / W_T) \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (1 / C) \times 360 \\ & W_S : \text{定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)} \\ & W_T : \text{本品の秤取量 (g)} \\ & C : 1 \text{ g 中のドロキシドパ (C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5\text{) の表示量 (mg)} \end{aligned}$$

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

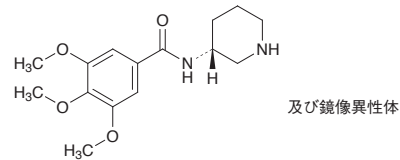
定量法 本品 20 g 以上をとり、粉末とする。ドロキシドパ (C₉H₁₁NO₅) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ドロキシドパを 60 °C で 3 時間減圧乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ドロキシドパ (C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5\text{) の量 (mg) = } W_S \times (A_T / A_S) \\ & W_S : \text{定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

トロキシピド

Troxipide



C₁₅H₂₂N₂O₄ : 294.35

3, 4, 5-Trimethoxy-N-[(3RS)-piperidin-3-yl]benzamide
[30751-05-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、トロキシピド (C₁₅H₂₂N₂O₄) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 5) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 62500) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトロキシピド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトロキシピド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 (2.60) 177 ~ 181 °C

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g をメタノール 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にメタノール 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.009 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、硫酸 1 mL で潤し、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、以下第 2 法により操作し、試験を行う。比較液は硫酸 1 mL、硝酸 2 mL 及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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 5 μ L 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。次にメタノール/酢酸エチル/水/ヘキサン/アンモニア水(28)混液(20:20:5:5:1)を展開溶媒として約 10 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以外のスポットは 3 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量(2.41) 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分(2.44) 0.1 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、酢酸(100) 40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.44 mg $C_{15}H_{22}N_2O_4$

貯法 容器 気密容器。

トロキシピド細粒

Troxipide Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$: 294.35)を含む。

製法 本品は「トロキシピド」をとり、散剤の製法により微粒状に製する。

確認試験 本品の表示量に従い「トロキシピド」20 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 4 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性(6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、0.1 mol/L 塩酸試液 80 mL を加えて 10 分間かき混ぜた後、1 mL 中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約 1 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 25)$$

W_s : トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの 0.1 mol/L 塩酸試液溶液(3 → 2000)

溶出性(6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 60 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品の表示量に従いトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約 0.1 g

に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にトロキシピド標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_s / W_T) \times (A_T / A_s) \times (1 / C) \times 450$$

W_s : トロキシピド標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1 g 中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量(mg)

粒度(6.03) 試験を行うとき、適合する。

定量法 本品のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約 0.5 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて 10 分間かき混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 250 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にトロキシピド標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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トロキシピドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times 20$$

W_s : トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの 0.1 mol/L 塩酸試液溶液(3 → 2000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 258 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 30 °C 付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸(1 → 500)にジエチルアミンを加えて pH 3.0 に調整する。この液 1500 mL にメタノール 100 mL 及びテトラヒドロフラン 50 mL を加える。

流量: トロキシピドの保持時間が約 7 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、トロキシピド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 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トロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

トロキシピド錠

Troxipide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するトロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$:294.35) を含む。

製法 本品は「トロキシピド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「トロキシピド」0.1 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 250 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 4 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 90 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させた後、更に 10 分間振り混ぜ、1 mL 中にトロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) 約 1 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とし、遠心分離する。上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{トロキシピド } (\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4) \text{ の量 (mg)} \\ & = W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 25) \end{aligned}$$

W_s : トロキシピド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (3 \rightarrow 2000)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にトロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) 約 22 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトロキシピド標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 258 nm における吸光

度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{トロキシピド } (\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90 \end{aligned}$$

W_s : トロキシピド標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のトロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。トロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) 約 1 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 150 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 250 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にトロキシピド標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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トロキシピドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トロキシピド } (\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4) \text{ の量 (mg)} \\ & = W_s \times (Q_T / Q_S) \times 40 \end{aligned}$$

W_s : トロキシピド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (3 \rightarrow 2000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：258 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 \rightarrow 500) 1500 mL にジエチルアミンを加えて pH 3.0 に調整した液 1500 mL に、メタノール 100 mL 及びテトラヒドロフラン 50 mL を加える。

流量：トロキシピドの保持時間が約 7 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、トロキシピド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 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トロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ニコモール錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ニコモール錠

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 無水乳糖の条純度試験の項（2）の目及び異性体比の項を次のように改める。

無水乳糖

純度試験

（2）酸又はアルカリ 本品 6 g を新たに煮沸して冷却した水 25 mL に加熱して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき、液は無色である。この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えるとき、その量は 0.4 mL 以下である。

異性体比 本品 1 mg を 5 mL のガスクロマトグラフィー用スクリーキャップ付きバイアルにとり、ジメチルスルホキシド 0.45 mL を加え、栓をしてよく振り混ぜる。ピリジン/トリメチルシリルイミダゾール混液（18：7）1.8 mL を加えた後、20 分間放置し、試料溶液とする。試料溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う。液の α -乳糖のピーク面積 A_a 及び β -乳糖のピーク面積 A_b を測定し、本品中の α -乳糖の含有率（%）及び β -乳糖の含有率（%）を次式により計算する。

$$\alpha\text{-乳糖の含有率（\%）} = \{A_a / (A_a + A_b)\} \times 100$$

$$\beta\text{-乳糖の含有率（\%）} = \{A_b / (A_a + A_b)\} \times 100$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

試料導入部の温度：約 275°C

カラム：内径 4 mm、長さ 90 cm のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコンポリマーをガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：215°C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分約 40 mL の一定流量

システム適合性

システムの性能： α -乳糖・ β -乳糖混合物（1：1）1 mg につき、試料溶液と同様に操作し、その 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、 β -乳糖のピークに対する α -乳糖のピークの相対保持時間は約 0.7 で、その分離度は 3.0 以上である。

医薬品各条の部 乳糖水和物の条純度試験の項（2）の目を次のように改める。

乳糖水和物

純度試験

（2）酸又はアルカリ 本品 6 g を新たに煮沸して冷却した水 25 mL に加熱して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき、液は無色である。この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えるとき、その量は 0.4 mL 以下である。

医薬品各条の部 ノルエチステロンの条性状の項及び旋光度の項を次のように改める。

ノルエチステロン

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール（95）、アセトン又はテトラヒドロフランにやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品は光によって変化する。

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$ ：-32 ~ -37°（乾燥後、0.25 g、アセトン、25 mL、100 mm）。

医薬品各条の部 バソプレシン注射液の条純度試験の次に次の一項を加える。

バソプレシン注射液

エンドトキシン〈4.01〉 15 EU/バソプレシン単位未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 バルプロ酸ナトリウムの条基原の項、性状の項、確認試験の項及び純度試験の項を次のように改める。

バルプロ酸ナトリウム

本品を乾燥したものは定量するとき、バルプロ酸ナトリウム（ $C_8H_{15}NaO_2$ ）98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすい。

本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 20) 5 mL に硝酸コバルト (II) 六水和物溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、ジエチルエーテル 5 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液の溶媒を留去し、残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液膜法により測定して得たスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- (3) 本品の水溶液 (1 → 10) はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし、希塩酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.10 g をギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) 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 2 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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、試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は、標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：145 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：バルプロ酸の保持時間が約 7 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バルプロ酸の保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 2 mL 及び *n*-吉草酸 8 μ L を量り、ギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) を加えて 10 mL とする。この液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、*n*-吉草酸、バルプロ酸の順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 mL を正確に量り、ギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 mL とする。この液 2 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸のピーク面積の相対標

準偏差は 5.0 % 以下である。

医薬品各条の部 バルプロ酸ナトリウムの条の次に次の二条を加える。

バルプロ酸ナトリウム錠

Sodium Valproate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するバルプロ酸ナトリウム (C₈H₁₅NaO₂ : 166.19) を含む。

製法 本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「バルプロ酸ナトリウム」0.5 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL に硝酸コバルト (II) 六水和物溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 7V/10 mL を加えて激しく振り混ぜた後、1 mL 中にバルプロ酸ナトリウム (C₈H₁₅NaO₂) 約 1 mg を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とし、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{バルプロ酸ナトリウム (C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 100) \end{aligned}$$

W_s : 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液 (1 → 50000)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、シンカーを使用し、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にバルプロ酸ナトリウム (C₈H₁₅NaO₂) 約 0.11 mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用バルプロ酸ナトリウムを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 56 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

バルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のバルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, バルプロ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 3000 段以上, 2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, バルプロ酸のピーク面積の相対標準偏差は, 1.5 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり, その質量を精密に量り, 粉末とする。バルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り, 移動相約 160 mL を加えてよく振り混ぜた後, 移動相を加えて正確に 200 mL とし, 遠心分離する。上澄液をろ過し, ろ液 20 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 試料溶液とする。別に定量用バルプロ酸ナトリウムを 105°C で 3 時間乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 移動相に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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バルプロ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

バルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 2$$

W_s : 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液 (1 \rightarrow 50000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液 (1:1)

流量: バルプロ酸の保持時間が約 6 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 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, バルプロ酸の順に溶出し, その分離度は 7 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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

面積に対するバルプロ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

バルプロ酸ナトリウムシロップ

Sodium Valproate Syrup

本品は定量するとき, 表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するバルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$: 166.19) を含む。

製法 本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり, シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「バルプロ酸ナトリウム」50 mg に対応する容量をとり, 水を加えて 10 mL とする。この液 5 mL に硝酸コバルト (II) 六水和物溶液 (1 \rightarrow 20) 1 mL を加え, 水浴上で加温するとき, 紫色の沈殿を生じる。
微生物限度 (4.05) 本品 1 mL 当たり, 総好気性微生物数の許容基準は 10^2 CFU, 総真菌数の許容基準は 10^1 CFU である。また, 大腸菌は認めない。

定量法 本品のバルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) 約 0.1 g に対応する容量を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 試料溶液とする。別に定量用バルプロ酸ナトリウムを 105°C で 3 時間乾燥し, その約 50 mg を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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バルプロ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

バルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 2$$

W_s : 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液 (1 \rightarrow 50000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液 (1:1)

流量: バルプロ酸の保持時間が約 6 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 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, バルプロ酸の順に溶出し, その分離度は 7 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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バルプロ酸のピーク面積の比の相対標準

偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 バレイショデンプンの条確認試験の項
(1) の目を次のように改める。

バレイショデンプン

確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液 (1:1) を加え、光学顕微鏡を用いて鏡検〈5.01〉するとき、通例、直径 30 ~ 100 μm、しばしば 100 μm 以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は 10 ~ 35 μm の大きさの円形の粒を認める。まれに 2 ~ 4 個の粒からなる複粒を認める。卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり、円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある。すべての粒子は顕著な層紋を認める。交叉した偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

同条純度試験の項 (3) の目の次に次の一目を加える。

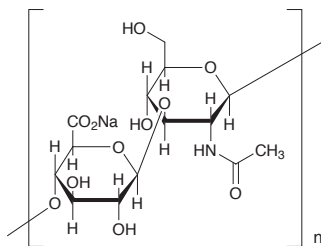
純度試験

◆(4) 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき、他のでんぷん粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。◆

医薬品各条の部 パントテン酸カルシウムの条の次に次の二条を加える。

精製ヒアルロン酸ナトリウム

Purified Sodium Hyaluronate



$(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$

[9067-32-7]

本品はニワトリのトサカ又は微生物より得られる D-グルクロン酸及び N-アセチル-D-グルコサミンの二糖単位からなるグリコサミノグリカンのナトリウム塩である。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヒアルロン酸ナトリウム $(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$ 90.0 ~ 105.5 % を含む。

本品は平均分子量として 50 万 ~ 120 万又は 150 万 ~ 390 万のヒアルロン酸のナトリウム塩からなる。

本品は平均分子量を表示する。

性状 本品は白色の粉末、粒又は繊維状の塊である。

本品は水にやや溶けにくく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 → 1000) はナトリウム塩の定性反応 (1) 〈1.09〉を呈する。

粘度〈2.53〉 本品を 0.2 mol/L 塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かした液の流下時間が 0.2 mol/L 塩化ナトリウム試液の流下時間の 2.0 ~ 2.4 倍となる量を精密に量り、0.2 mol/L 塩化ナトリウム試液に溶かして正確に 100 mL とし、試料溶液 (1) とする。試料溶液 (1) 16 mL、12 mL 及び 8 mL ずつを正確に量り、それぞれに 0.2 mol/L 塩化ナトリウム試液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液 (2)、試料溶液 (3) 及び試料溶液 (4) とする。試料溶液 (1)、試料溶液 (2)、試料溶液 (3) 及び試料溶液 (4) につき、0.2 mol/L 塩化ナトリウム試液の流下時間が 200 ~ 300 秒のウペローデ型粘度計を用いて $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で第 1 法により試験を行うとき、乾燥物に換算した極限粘度は、10.0 ~ 19.5 dL/g 又は 25.0 ~ 55.0 dL/g である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g を水 15 mL に溶かし、希硝酸 6 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱する。冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える (0.124 % 以下)。

(3) 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)。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

(5) たん白質 本品の乾燥物に換算したものの約 20 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 1.0 mL に溶かし、試料溶液とする。別にウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に 1000 mL とした液を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 1.0 mL にアルカリ性銅試液 (2) 5.0 mL を加えて直ちにかき混ぜ、室温に 10 分間放置した後、薄めたフォリン試液 (1 → 2) 0.5 mL を加えて直ちにかき混ぜ、室温に 30 分間放置する。これらの液につき、希水酸化ナトリウム試液 1.0 mL を用いて同様に操作したものを対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき、波長 750 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.05 % 以下)。

(6) 核酸 本品 0.10 g を水 50 mL に溶かした液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき、波長 260 nm における吸光度は 0.02 以下である。

(7) その他の酸性ムコ多糖 (ニワトリ由来の場合) 本品 0.25 g を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。長さ 6 cm のセルロースアセテート膜をあらかじめ pH 3.0 の 0.2 mol/L ピリジン・ギ酸緩衝液に浸漬する。この膜をとり、

ろ紙を用いて余分な緩衝液を除く。pH 3.0 の 0.2 mol/L ピリジン・ギ酸緩衝液を入れ、その蒸気で飽和させた電気泳動槽にこの膜を装着し、0.5 mA/cm で 1 分間通電する。その後、陰極から 1.5 cm の位置に試料溶液 2 μL を幅 1 cm に塗布する。次に 0.5 mA/cm の条件で 1 時間泳動する。泳動後、アルシアンブルー染色液に 10 ~ 20 分間浸漬して染色する。染色後、薄めた酢酸 (100) (3 → 100) で十分に脱色するとき、主バンド以外のバンドを認めない。

(8) 溶血性連鎖球菌 (微生物由来の場合) 本品 0.5 g を滅菌した生理食塩液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 0.5 mL をとり、2 枚の血液カンテン培地上に各々コンテージ棒で塗抹し、37°C で 48 時間培養するとき、溶血性コロニーを認めないか、認めることがあっても、そのコロニーを顕微鏡観察するとき連鎖球菌を認めない。

(9) 溶血性 (微生物由来の場合) 本品 0.40 g をとり、滅菌した生理食塩液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 0.5 mL をとり、1 % 血液浮遊液 0.5 mL を加えて混和し、37°C で 2 時間静置する。必要ならば毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離を行う。このとき、空試験と同様に赤血球が沈殿し、上澄液は澄明である。ただし、空試験は、滅菌した生理食塩液 0.5 mL 及び陽性対象として滅菌精製水 0.5 mL をとり、同様に操作する。

乾燥減量 (2.41) 15.0 % 以下 (0.1 g, 減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン (V), 60°C, 5 時間)。

微生物限度 (4.05) 本品 1 g 当たり、総好気性微生物数の許容基準は 10² CFU、総真菌数の許容基準は 10¹ CFU である。

平均分子量

(1) 表示平均分子量 50 万 ~ 120 万の場合

本品の平均分子量を次式により求めるとき、50 万 ~ 120 万である。ただし、 $[\eta]$ は、粘度の項の極限粘度を用いる。

$$\text{平均分子量} = \left(\frac{[\eta] \times 10^5}{36} \right)^{\frac{1}{0.78}}$$

(2) 表示平均分子量 150 万 ~ 390 万の場合

本品の平均分子量を次式により求めるとき、150 万 ~ 390 万である。ただし、 $[\eta]$ は、粘度の項の極限粘度を用いる。

$$\text{平均分子量} = \left(\frac{[\eta] \times 10^5}{22.8} \right)^{\frac{1}{0.816}}$$

定量法 本品約 50 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に D-グルクロノラクトン標準品を乾燥 (減圧・0.67 kPa 以下、シリカゲル、24 時間) し、その約 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 1 mL を正確に量り、あらかじめ氷水中で冷却した四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 5.0 mL に静かに加え、冷却しながらかき混ぜ、水浴中で 10 分間加熱した後、氷水中で冷やす。それぞれにカルバゾール試液 0.2 mL を正確に加えてよくかき混ぜ、水浴中で 15 分間加熱し、氷水中で室温まで冷却する。これらの液につき、水 1 mL を

正確に量り、同様に操作したものを対照にし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ヒアルロン酸ナトリウム [(C₁₄H₂₀NNaO₁₁)_n] の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2.2786$$

W_S : D-グルクロノラクトン標準品の秤取量 (mg)

貯法

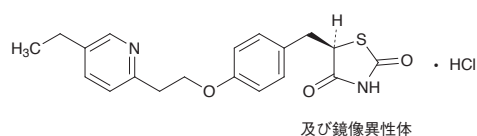
保存条件 遮光して、15°C 以下で保存する。

容器 気密容器。

ピオグリタゾン塩酸塩

Pioglitazone Hydrochloride

塩酸ピオグリタゾン



C₁₉H₂₀N₂O₅S · HCl : 392.90

(5*RS*)-5-[4-[2-(5-Ethylpyridin-2-yl)ethoxy]benzyl]thiazolidine-2,4-dione monohydrochloride [112529-15-4]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピオグリタゾン塩酸塩 (C₁₉H₂₀N₂O₅S · HCl) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品の *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 50000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピオグリタゾン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピオグリタゾン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 50 mg を硝酸 1 mL に溶かした後、希硝酸 4 mL を加えた液は、塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。ただし、灰化後、塩酸 3 mL の代わりに臭化水素酸 3 mL を用いる。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 20 mL に溶かし、移動相を加えて 100 mL とし、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 40 μ L 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、試料溶液のピオグリタゾンのピークに対する相対保持時間約 0.7、約 1.4 及び約 3.0 のピーク面積は、標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の 2/5 より大きくなく、試料溶液のピオグリタゾン及び上記のピーク以外のピーク的面積は、標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の 1/5 より小さい。また、ピオグリタゾンのピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピオグリタゾンの保持時間の約 4 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、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 40 μ L から得たピオグリタゾンのピーク面積が、標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：本品 50 mg をベンゾフェノンのメタノール溶液 (1 \rightarrow 750) 10 mL に溶かし、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 1 mL をとり、移動相を加えて 20 mL とする。この液 40 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ピオグリタゾン、ベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 40 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピオグリタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 0.2 % 以下 (0.5 g, 電量滴定法)。

ただし、陽極液は水分測定用陽極液 A を用いる。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びピオグリタゾン塩酸塩標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 50 mg ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えて溶かした後、メタノールを加えて 100 mL とする。これらの液 2 mL ずつをとり、それぞれに移動相を加えて 20 mL 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 20 μ L 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ピオグリタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ピオグリタゾン塩酸塩 ($C_{15}H_{20}N_2O_5S \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S)$$

W_S : 脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液 (1 \rightarrow 750)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：269 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液 (77 \rightarrow 10000)/アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (25 : 25 : 1)

流量：ピオグリタゾンの保持時間が約 7 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ピオグリタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L 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ピオグリタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 注射用ヒドララジン塩酸塩の条 pH の項の次に次の五項を加える。

注射用ヒドララジン塩酸塩

エンドトキシン (4.01) 5.0 EU/mg 未満。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

(T : 106.0 %)

不溶性異物 (6.06) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 ヒドロキシプロピルセルロースの条英名の項の次に次の項を加える。

ヒドロキシプロピルセルロース

[9004-64-2]

医薬品各条の部 低置換度ヒドロキシプロピルセルロースの条英名の項の次に次の項を加える。

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

[9004-64-2, ヒドロキシプロピルセルロース]

医薬品各条の部 ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウムの条乾燥減量の項を削り、基原の項、旋光度の項及び純度試験の項(5)の目を次のように改める。

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム ($C_{21}H_{26}Na_2O_6P$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +123 ~ +131° (脱水物に換算したもの 1 g, pH 7.0 のリン酸塩緩衝液, 100 mL, 100 mm)。

純度試験

(5) 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ、七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、 $20 \pm 1^\circ C$ で 30 分間放置する。これらの液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である。

遊離リン酸 (H_3PO_4) の含量 (%)

$$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 258.0$$

W : 脱水物に換算した本品の秤取量 (mg)

同条純度試験の項の次に次の一項を加える。

水分 (2.48) 5.0 % 以下 (30 mg, 電量滴定法)。

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 20 mg ずつを精密に量り、それぞれを移動相 50 mL に溶かした後、内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え、移動相を加えて 200 mL 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 20 μ L 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ヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム ($C_{21}H_{26}Na_2O_6P$) の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S)$$

W_S : 脱水物に換算したヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量 (mg)

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液 (3 → 5000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 7 μ m 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てんする。

カラム温度: 25 $^\circ C$ 付近の一定温度

移動相: pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (1 : 1)

流量: ヒドロコルチゾンリン酸エステルの保持時間が約 10 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロコルチゾンリン酸エステル、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L 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ヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 ピブメシリナム塩酸塩の条の次に次の一条を加える。

ピブメシリナム塩酸塩錠

Pivmecillinam Hydrochloride Tablets

塩酸ピブメシリナム錠

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0 % に対応するメシリナム ($C_{15}H_{26}N_3O_3S$: 325.43) を含む。

製法 本品は「ピブメシリナム塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ピブメシリナム塩酸塩」35 mg (力価) に対応する量を取り、アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) 4 mL に溶かし、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品 25 mg をアセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) 2 mL に溶かし、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 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにアセトン/水/酢酸 (100) 混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として、約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

水分 (2.48) 3.0 % 以下 (本品を粉末としたもの 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 40 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 50 mL とする。「ピブメシリナム塩酸塩」約 10 mg (力価) に対応する容量 V mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、孔径 0.45 μ m 以下のメンブ

ランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{メシリナム (C}_{15}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_3\text{S) の量 [mg(力価)]} \\ & = W_s \times (Q_T / Q_S) \times (25 / V) \end{aligned}$$

W_s : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液 (1 → 12500)

崩壊性 (6.09) 補助盤を使用して試験を行うとき、適合する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。「ピブメシリナム塩酸塩」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、移動相 50 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 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、移動相を加えて 50 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{メシリナム (C}_{15}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_3\text{S) の量 [mg(力価)]} \\ & = W_s \times (Q_T / Q_S) \times 5 \end{aligned}$$

W_s : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液 (1 → 12500)

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ヒプロメロースの条化学名の項を次のように改める。

ヒプロメロース

[9004-65-3]

医薬品各条の部 ヒプロメロースフタル酸エステル条化学名の項を次のように改める。

ヒプロメロースフタル酸エステル

[9050-31-1]

医薬品各条の部 ピペミド酸水和物の条乾燥減量の項を削り、基原の項、性状の項、純度試験の項 (1) 及び (2) の目を次のように改める。

ピペミド酸水和物

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピペミド酸 (C₁₁H₁₇N₃O₃: 303.32) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は微黄色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水又はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく、メタノールにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点: 約 250 °C (分解)。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、希硝酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希硝酸 13.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1.14) 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、希塩酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希塩酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

同条純度試験の項の次に次の一項を加える。

水分 (2.48) 14.5 ~ 16.0 % (20 mg, 電量滴定法)。

同条定量法の項を次のように改める。

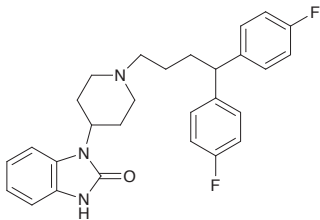
定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.33 mg C₁₁H₁₇N₃O₃

医薬品各条の部 ヒメクロモンの条の次に次の一条を加える。

ピモジド

Pimozide



$C_{28}H_{29}F_2N_3O$: 461.55

1-[1-[4,4-Bis(4-fluorophenyl)butyl]piperidin-4-yl]-
1,3-dihydro-2H-benzimidazol-2-one [2062-78-4]

本品は定量するとき、ピモジド ($C_{28}H_{29}F_2N_3O$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 25000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 (2.60) 216 ~ 220 °C

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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。ただし、硫酸は 5 mL を用いる (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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、試料溶液のピモジド以外のピークの面積は、標準溶液のピモジドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のピモジド以外のピークの合計面積は、標準溶液のピモジドのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外可視吸光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 10 cm のステンレス管に 3 μ m 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てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸アンモニウム 2.5 g 及び硫酸水素テト

ラプチルアンモニウム 8.5 g を水に溶かし、1000 mL とする。

移動相 B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 10 | 80 → 70 | 20 → 30 |
| 10 ~ 15 | 70 | 30 |

流量：毎分 2.0 mL

面積測定範囲：ピモジドの保持時間の 1.5 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、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たピモジドのピーク面積が、標準溶液のピモジドのピーク面積の 8 ~ 12 % になることを確認する。

システムの性能：本品 5 mg 及びメベンダゾール 2 mg をメタノールに溶かし、100 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メベンダゾール、ピモジドの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 70 mg を精密に量り、非水滴定用酢酸 25 mL に溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.231 mg $C_{28}H_{29}F_2N_3O$

貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 ファモチジン散の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ファモチジン散

Famotidine Powder

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 包をとり、内容物の全量を取り出し、ファモチジン ($C_8H_{15}N_7O_2S_3$) 10 mg 当たり水 10 mL を加え、よく振り混ぜ、次にメタノール 10 mL を加え、更によく振り混ぜた後、1 mL 中にファモチジン ($C_8H_{15}N_7O_2S_3$) 約 0.4 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ファモチジン ($C_8H_{15}N_7O_2S_3$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 250)$

W_s : 定量用ファモチジンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液
 (1 → 500) 5 mL に水を加えて 50 mL とする。

医薬品各条の部 ファロペネムナトリウム錠の条崩壊性の項を削り、製剤均一性の項の次に次の一項を加える。

ファロペネムナトリウム錠

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「ファロペネムナトリウム水和物」約 56 μ g (力価) を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 306 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ファロペネム ($C_{12}H_{15}NO_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 225$

W_s : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1 錠中のファロペネム ($C_{12}H_{15}NO_5S$) の表示量 [mg(力価)]

医薬品各条の部 シロップ用ファロペネムナトリウムの条製剤均一性の項の次に次の一項を加える。

シロップ用ファロペネムナトリウム

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品の表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5

mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 306 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ファロペネム ($C_{12}H_{15}NO_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= (W_s / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 225$

W_s : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のファロペネム ($C_{12}H_{15}NO_5S$) の表示量 [mg(力価)]

医薬品各条の部 フェニトイン散の条基原の項及び定量法の項を次のように改める。

フェニトイン散

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するフェニトイン ($C_{15}H_{12}N_2O_2$; 252.27) を含む。

定量法 本品のフェニトイン ($C_{15}H_{12}N_2O_2$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、メタノール 30 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理し、更に 10 分間振り混ぜた後、メタノールを加え、正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用フェニトインを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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フェニトインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フェニトイン ($C_{15}H_{12}N_2O_2$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_s : 定量用フェニトインの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液
 (1 → 25000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 258 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: メタノール/pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液混液 (11:9)

流量: フェニトインの保持時間が約 5 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 10 μ L につき、上記の条件

で操作するとき、フェニトイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 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、内標準物質のピーク面積に対するフェニトインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 フェニトイン錠の条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

フェニトイン錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するフェニトイン ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$:252.27) を含む。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フェニトイン」0.3 g に対応する量を取り、分液漏斗に入れ、希塩酸 1 mL 及び水 10 mL を加え、ジエチルエーテル 100 mL で 1 回、次に 25 mL ずつで 4 回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去し、残留物を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥する。残留物につき、「フェニトイン」の確認試験を準用する。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個を取り、水/アセトニトリル混液 (1:1) 3V/5 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理し、更に 10 分間振り混ぜた後、1 mL 中にフェニトイン ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) 約 1 mg を含む液となるように水/アセトニトリル混液 (1:1) を加え、正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

フェニトイン ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 25)$

W_s : 定量用フェニトインの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1 \rightarrow 25000)

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品 20 個以上を取り、その質量を精密に量り、めう製乳鉢を用いて粉末とする。フェニトイン ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) 30 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理し、更に 10 分間振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加え、正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用フェニトインを 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

10 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フェニトインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フェニトイン ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_s : 定量用フェニトインの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1 \rightarrow 25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：258 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：メタノール/pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液混液 (11:9)

流量：フェニトインの保持時間が約 5 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、フェニトイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 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、内標準物質のピーク面積に対するフェニトインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 フェノバルビタールの条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

フェノバルビタール

Phenobarbital

本品を乾燥したものは定量するとき、フェノバルビタール ($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

確認試験

(1) 本品の pH 9.6 ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液 (1 \rightarrow 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

医薬品各条の部 フェノバルビタール散 10% の条確認試験の項を次のように改める。

フェノバルビタール散 10%

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品 6 g をとり、エタノール 150 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で約 5 mL まで濃縮し、水約 50 mL を加えて析出した結晶をろ取し、この結晶を 105°C で 2 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとフェノバルビタールの参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

同条確認試験の項の次に次の二項を加える。

溶出性(6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80% 以上である。

本品約 0.3 g を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用フェノバルビタールを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液/水混液(2:1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フェノバルビタール ($C_{12}H_{12}N_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$$

W_S : 定量用フェノバルビタールの秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のフェノバルビタール ($C_{12}H_{12}N_2O_3$) の表示量 (mg)

粒度(6.03) 試験を行うとき、適合する。

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用フェノバルビタール

ールを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{フェノバルビタール } (C_{12}H_{12}N_2O_3) \text{ の量 (mg)} \\ = W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S : 定量用フェノバルビタールの秤取量 (mg)

医薬品各条の部 フェノールスルホンフタレイン注射液の条 pH の項の次に次の一項を加える。

フェノールスルホンフタレイン注射液

エンドトキシン(4.01) 7.5 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物(6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。
不溶性微粒子(6.07) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

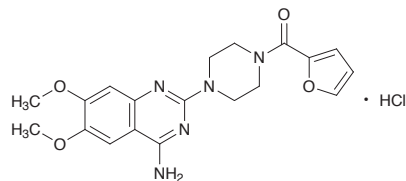
無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 プラゼパム錠の条の次に次の一条を加える。

プラゾシン塩酸塩

Prazosin Hydrochloride

塩酸プラゾシン



$C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$: 419.86

1-(4-Amino-6,7-dimethoxyquinazolin-2-yl)-

4-(2-furoyl)piperazine monohydrochloride [19237-84-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、プラゾシン塩酸塩 ($C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$) 97.0 ~ 103.0% を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に微黄白色になる。

融点: 約 270°C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところと同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g に水 5 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に酢酸 (100) を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 20 mg を移動相 20 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 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 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のプラゾシン以外のピークの面積は、標準溶液のプラゾシンのピーク面積の 2 倍より大きくない。また、試料溶液のプラゾシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプラゾシンのピーク面積の 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 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 3.484 g 及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシド 18 mL を水 900 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて pH 5.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とした液に、メタノール 1000 mL を加える。

流量：プラゾシンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：プラゾシンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μ L から得たプラゾシンのピーク面積が、標準溶液のプラゾシンのピーク面積の 35 ~ 65 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プラゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びプラゾシン塩酸塩標準品を乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノール/水混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL 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 10 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

プラゾシン塩酸塩 ($C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S : プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量 (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 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸 (100)/ジエチルアミン混液 (3500 : 1500 : 50 : 1)

流量：プラゾシンの保持時間が約 8 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プラゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

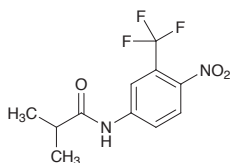
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

医薬品各条の部 フルスルチアミン塩酸塩の条の次に次の四
条を加える。

フルタミド

Flutamide



$C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$: 276.21

2-Methyl-N-[4-nitro-
3-(trifluoromethyl)phenyl] propanamide [13311-84-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルタミド
($C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、水
にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 50000) につき、
紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定
し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルタミ
ド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較
するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強
度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
品の参照スペクトル又はフルタミド標準品のスペクトルを比
較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の
強度の吸収を認める。

融点 (2.60) 109 ~ 113 °C

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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
(10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 40 mg をメタノール 50 mL に溶か
し、試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、次の条件で
液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。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、面積百分
率法によりそれらの量を求めるとき、フルタミド以外のピー
クの量は 0.3 % 以下である。また、フルタミド以外のピー
クの合計量は 0.5 % 以下である。

試験条件

カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
件を準用する。

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：230 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルタミドの保持
時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノー
ルを加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試

験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 2 mL
を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL と
する。この液 10 μL から得たフルタミドのピーク面
積が、システム適合性試験用溶液のフルタミドのピー
ク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL
につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フ
ルタミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下
である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V),
60 °C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g, 白金るつば)。

定量法 本品及びフルタミド標準品を乾燥し、その約 40
mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正
確に 25 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、
それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノー
ルを加えて 50 mL 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 10 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
ク高さに対するフルタミドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S
を求める。

フルタミド ($C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S : フルタミド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 テストステロンのメタノール溶液 (9 →
10000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 3.9 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に
10 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てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.05 mol/L リン酸二水素カリウム
試液混液 (7 : 4)

流量：フルタミドの保持時間が約 12 分になるように調
整する。

システム適合性

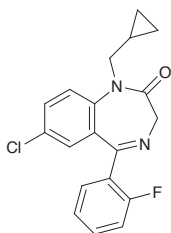
システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件
で操作するとき、フルタミド、内標準物質の順に溶出
し、その分離度は 2.0 以上である。

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、内標準物質のピーク
高さに対するフルタミドのピーク高さの比の相対標準
偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

フルトプラゼパム

Flutoprazepam

C₁₉H₁₆ClFN₂O : 342.79

7-Chloro-1-cyclopropylmethyl-5-(2-fluorophenyl)-

1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [25967-29-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルトプラゼパム (C₁₉H₁₆ClFN₂O) 99.0 % ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸エチルに溶けやすく、エタノール (99.5) 又は無水酢酸にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 200 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

融点 (2.60) 118 ~ 122 °C

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加え 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g を酢酸エチル 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 20 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 10 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。次に酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) 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以外のスポットは、標準溶液から得たスポットよりも濃くない。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.28 mg C₁₉H₁₆ClFN₂O

貯法 容器 密閉容器。

フルトプラゼパム錠

Flutoprazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0 % に対応するフルトプラゼパム (C₁₉H₁₆ClFN₂O : 342.79) を含む。

製法 本品は「フルトプラゼパム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フルトプラゼパム」10 mg に対応する量を取り、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL をとり、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) を加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm, 279 ~ 285 nm 及び 369 ~ 375 nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 60 mL を加えて 15 分間振り混ぜて崩壊させ、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、1 mL 中にフルトプラゼパム (C₁₉H₁₆ClFN₂O) 約 20 μg を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

フルトプラゼパム (C₁₉H₁₆ClFN₂O) の量 (mg)
= W_s × (A_T / A_S) × (V / 1000)

W_s : 定量用フルトプラゼパムの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 90 分間の溶出率は 70 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にフルトプラゼパム (C₁₉H₁₆ClFN₂O) 約 2.2 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用フルトプラゼパムを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に

100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

フルトプラゼパム ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$$

W_S : 定量用フルトプラゼパムの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のフルトプラゼパム ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルトプラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。フルトプラゼパム ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、移動相 60 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液を孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用フルトプラゼパムを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

フルトプラゼパム ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$$

W_S : 定量用フルトプラゼパムの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 230 nm)

カラム: 内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: メタノール/水混液 (3:1)

流量: フルトプラゼパムの保持時間が約 5 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルトプラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.5 以下である。

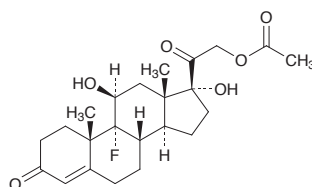
システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

フルドロコルチゾン酢酸エステル

Fludrocortisone Acetate

酢酸フルドロコルチゾン



$C_{23}H_{31}FO_6$: 422.49

9-Fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxypregn-4-ene-3, 20-dione 21-acetate [514-36-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルドロコルチゾン酢酸エステル ($C_{23}H_{31}FO_6$) 97.5 ~ 102.5 % を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトンにやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 220 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 10 mg をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法 (1.06) により得た検液はフッ化物の定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 \rightarrow 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{25}$: +131 ~ +138 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, アセトン, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 0.5 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 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステル以外のピークの面積は、標

準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルピーク面積の 1/4 より大きくない。また、試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は、標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（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 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン混液（13：7）

流量：フルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約 10 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フルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μ L から得たフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積が、標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 4.0 ~ 6.0 % になることを確認する。

システムの性能：本品及び酢酸ヒドロコルチゾン 2 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロコルチゾン酢酸エステル、フルドロコルチゾン酢酸エステルの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 1.0 % 以下 (1 g、減圧、100 $^{\circ}$ C、2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g、白金るつぼ)。

定量法 本品及びフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し、その約 25 mg ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 4 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノール (95) を加えて正確に 100 mL 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につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 238 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フルドロコルチゾン酢酸エステル ($C_{23}H_{31}FO_6$) の量 (mg)
= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S ：フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量 (mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

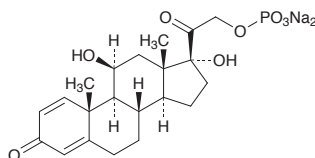
容器 密閉容器。

医薬品各条の部 プレドニゾロン酢酸エステルの条の次に次の一条を加える。

プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム

Prednisolone Sodium Phosphate

リン酸プレドニゾロンナトリウム



$C_{21}H_{27}Na_2O_8P$: 484.39

Disodium 11 β , 17, 21-trihydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione 21-phosphate [125-02-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム ($C_{21}H_{27}Na_2O_8P$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1.0 g を少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物を希硝酸 10 mL に溶かし、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、必要ならばろ過する。この液はリン酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かし、2 分間放置するとき、液は暗赤色を呈し、蛍光を發しない。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 50000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(5) (1) で得た液はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{25}$: +96 ~ +103 $^{\circ}$ (脱水物に換算したものの 1 g、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液、100 mL、100 mm)。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 9.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルト (II) の色の比較原液 3.0 mL、塩化鉄 (III) の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅 (II) の色の比較原液 2.4 mL の混液に薄めた塩酸 (1 \rightarrow 40) を加えて 10 mL とした液 2.5 mL をとり、薄めた塩酸 (1 \rightarrow 40) を加えて 100 mL とする。

(2) 重金属 (1.07) 本品 0.5 g をとり、第 3 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

(40 ppm 以下)。

(3) 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ で 30 分間放置する。これらの液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である。

遊離リン酸 (H_3PO_4) の量 (%)

$$= (1/W) \times (A_T/A_S) \times 257.8$$

W : 脱水物に換算した本品の秤取量 (mg)

(4) 類縁物質 本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 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 20 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、試料溶液のプレドニゾロンリン酸エステル以外のピークの面積は、標準溶液のプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。また、試料溶液のプレドニゾロンリン酸エステル以外のピークの合計面積は、標準溶液のプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の 2.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 245 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3 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てんする。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし 1000 mL とし、リン酸を加えて pH 2.5 に調整した液 1000 mL にアセトニトリル 250 mL を加える。

流量: プレドニゾロンリン酸エステルの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲: プレドニゾロンリン酸エステルの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 20 μL から得たプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積が、標準溶液のプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、プレドニゾロンリン酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プレドニゾロンリン

酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 8.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確にとり、アルカリ性ホスファターゼ試液 1 mL を加え、時々穏やかに振り混ぜながら 2 時間放置する。この液に 1-オクタノール 20 mL を正確に加え、激しく振り混ぜる。その後、遠心分離し、1-オクタノール層 10 mL を正確にとり、1-オクタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にプレドニゾロン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、1-オクタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 6 mL を正確にとり、水 2 mL にアルカリ性ホスファターゼ試液 1 mL を加え時々穏やかに振り混ぜながら 2 時間放置した液を加え、更に 1-オクタノール 14 mL を正確に加え、激しく振り混ぜる。以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、1-オクタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 245 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム ($\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NaO}_8\text{P}$) の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times 3 \times 1.3439$$

W_S : プレドニゾロン標準品の秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 プロカインアミド塩酸塩の条基原の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項及び乾燥減量の項を次のように改める。

プロカインアミド塩酸塩

本品を乾燥したものは定量するとき、プロカインアミド塩酸塩 ($\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすい。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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

(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 50 mg を移動相 100 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 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、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、試料溶液のプロカインアミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロカインアミドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長 270 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (9 : 1)

流量：プロカインアミドの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：プロカインアミドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たプロカインアミドのピーク面積が、標準溶液のプロカインアミドのピーク面積の 40 ~ 60 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロカインアミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロカインアミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 (2.41) 0.3 % 以下 (2 g, 105 °C, 4 時間)。

医薬品各条の部 プロカインアミド塩酸塩錠の条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

プロカインアミド塩酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$: 271.79) を含む。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1.5 g に対応する量を取り、水 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 0.2 mL に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 3V/5 mL を加え、超音波処理により完全に崩壊させた後、1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 約 2.5 mg を含む液となるように pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし、5 分間かき混ぜる。この液を遠心分離した後、上澄液 1 mL を正確に量り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 250 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 20)$$

W_s : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量 (mg)

同条溶出性の項及び定量法の項を次のように改める。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 30 mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 約 7 μ g を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロカインアミドを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.125 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 2)$$

W_s : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

定量法 本品 10 個をとり、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液約 300 mL を加え、超音波処理により完全に崩壊させる。これに pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 500 mL とし、5 分間かき混ぜる。この液を遠心分離した後、上澄液 V mL を正確に量り、1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 約 10 μ g を含む液となるように pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて V' mL とする。この液を孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸プロカインアミドを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、

pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれのプロカインアミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

プロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) の量 (mg)
 $= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 10)$

W_S : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長 270 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (9:1)

流量: プロカインアミドの保持時間が約 9 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロカインアミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロカインアミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 プロカインアミド塩酸塩注射液の条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

プロカインアミド塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$: 271.79) を含む。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」10 mg に対応する容量をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 5 mL とした液は芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」10 mg に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品は塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

エンドトキシン (4.01) 0.30 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 プロクロルペラジンマレイン酸塩錠の確認試験の項の次に次の二項を加える。

プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品 1 個をとり、薄めたリン酸 (1 \rightarrow 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 3V/5 mL を加えて崩壊するまで超音波処理した後、10 分間激しく振り混ぜる。次に、内標準溶液 V/20 mL を正確に加え、1 mL 中にプロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2 C_4H_4O_4$) 約 80 μ g を含む液となるように、薄めたリン酸 (1 \rightarrow 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 250)$$

W_S : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸 (1 \rightarrow 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 溶液 (1 \rightarrow 1000)

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 45 分間の溶出率は 75 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2 C_4H_4O_4$) 約 9 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 18 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2 C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$$

W_s : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のプロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2 C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、めのう製乳鉢を用いて粉末とする。プロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2 C_4H_4O_4$) 約 8 mg に対応する量を精密に量り、薄めたリン酸 (1 → 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜる。次に、内標準溶液 5 mL を正確に加え、薄めたリン酸 (1 → 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、薄めたリン酸 (1 → 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) に溶かし、正確に 25 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、薄めたリン酸 (1 → 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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プロクロルペラジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

プロクロルペラジンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2 C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (2 / 5)$$

W_s : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸 (1 → 500)/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 溶液 (1 → 1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 257 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: 薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 (1 → 2)/アセトニトリル混液 (11:9)

流量: プロクロルペラジンの保持時間が約 5 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロクロルペラジン、内標準物質の順に溶出し、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 μ L 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プロクロルペラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 プロゲステロンの条性状の項、確認試験の項、旋光度の項、融点の項、純度試験の項及び定量法の項を次のように改める。

プロゲステロン

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロゲステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロゲステロン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール (95) に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +184 ~ +194° (乾燥後, 0.2 g, エタノール (99.5), 10 mL, 100 mm)。

融点 (2.60) 128 ~ 133°C 又は 120 ~ 122°C

純度試験 類縁物質 本品 80 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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 5 μ L 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。次にジエチルエーテル/ジエチルアミン混液 (19:1) を展開溶媒として約 15 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以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

定量法 本品及びプロゲステロン標準品を乾燥し、その約 10 mg ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) に溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL 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につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

プロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_s)$

W_s : プロゲステロン標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 プロゲステロン注射液の条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

プロゲステロン注射液

本品は油性の注射液である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するプロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$: 314.46) を含む。

確認試験 本品 1 mL を量り、薄めたエタノール (9 → 10) 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、エタノール層を分取し、石油ベンジン 1 mL を加えて振り混ぜた後、エタノール層を試料溶液とする。別にプロゲステロン標準品約 5 mg を量り、エタノール (99.5) 1 mL に溶かし、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 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチルエーテル/ジエチルアミン混液 (19:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

無菌〈4.06〉 直接法により試験を行うとき、適合する。

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品につき、あらかじめ比重を測定する。約 1 mL に対応する質量を精密に量り、テトラヒドロフラン 2 mL を加えて混和した後、1 mL 中にプロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$) 約 0.5 mg を含む液となるようにエタノール (99.5) を加えて正確に V mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、エタノール (99.5) を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にプロゲステロン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、テトラヒドロフラン 2 mL に溶かし、エタノール (99.5) を加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、エタノール (99.5) を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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プロゲステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$$

W_s : プロゲステロン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 4000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 241 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 35 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (7:3)

流量: プロゲステロンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システムの適合性

システムの性能: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロゲステロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 9 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 5 μ L 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プロゲステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 フロセミド錠の条の次に次の一条を加える。

フロセミド注射液

Furosemide Injection

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するフロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$: 330.74) を含む。

製法 本品は「フロセミド」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「フロセミド」2.5 mg に対応する容量をとり、2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は、芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する。ただし、液は赤色~赤紫色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い「フロセミド」20 mg に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 2 mL をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 231 nm, 269 ~ 273 nm 及び 330 ~ 336 nm に吸収の極大を示す。

浸透圧比 別に規定する。

pH 別に規定する。

純度試験 本品の表示量に従い「フロセミド」40 mg に対応する容量を正確に量り、アセトン 30 mL を加えてよく振り

混ぜた後、アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 1.0 mL に水 3.0 mL を加えて水冷した後、希塩酸 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜ、1 分間放置する。この液にアミド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜ、3 分間放置した後、*N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩試液 1.0 mL を加え、よく振り混ぜ、5 分間放置する。この液につき、アセトン 1.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 530 nm における吸光度は 0.10 以下である。

エンドトキシン (4.01) 1.25 EU/mg 未満。

採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 本品のプロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) 約 20 mg に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にプロセミド標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S : プロセミド標準品の秤取量 (mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

医薬品各条の部 プロタミン硫酸塩注射液の条純度試験の項及びヘパリン結合性の項を削り、基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

プロタミン硫酸塩注射液

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の 92.0 ~ 108.0 % に対応する「プロタミン硫酸塩」を含む。また、表示量 1 mg 当たりヘパリン 100 単位以上に結合する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」1 mg に対応する容量をとり、水を加えて 2 mL とし、以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」5 mg に対応する容量をとり、水を加えて 1 mL とし、以下「プロタ

ミン硫酸塩」の確認試験 (2) を準用する。

同条 pH の項の次に次の一項を加える。

エンドトキシン (4.01) 6.0 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の四項を加える。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法

(1) たん白質量 本品の「プロタミン硫酸塩」約 10 mg に対応する容量を正確に量り、ケルダールフラスコに入れ、水浴上で空気を通じて蒸発乾固し、窒素定量法 (1.08) により試験を行い、窒素 (N:14.01) 0.24 mg をたん白質量 1 mg に換算してたん白質量を求める。

(2) ヘパリン結合性 「プロタミン硫酸塩」のヘパリン結合性を準用して試験を行い、たん白質量で除してたん白質 1 mg 当たりのヘパリン結合量を求める。ただし、(i) 試料溶液 (a) は次のとおりとする。

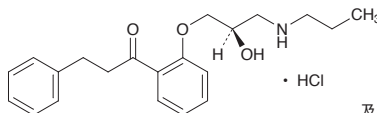
(i) 試料溶液 (a) 本品の「プロタミン硫酸塩」15.0 mg に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする操作を 3 回繰り返し、それぞれ試料溶液 (a_1)、(a_2) 及び (a_3) とする。

医薬品各条の部 プロテイン銀液の条の次に次の二条を加える。

プロパフェノン塩酸塩

Propafenone Hydrochloride

塩酸プロパフェノン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$: 377.90

1-{2-[(2*RS*)-2-Hydroxy-3-(propylamino)propoxy]phenyl}-3-phenylpropan-1-one monohydrochloride [34183-22-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール (99.5) に溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 20 mL に加温して溶かす。冷後、この液 3 mL に水を加えて 500 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g を水 20 mL に加温して溶かす。冷後、この液 10 mL に希硝酸 1 mL を加え、生じる沈殿をろ過する。ろ液は塩化物の定性反応 (2) 〈1.09〉を呈する。

融点〈2.60〉 172 ~ 175°C

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g を試験条件 1 の移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、フタル酸ジフェニルのメタノール溶液 (1 → 2000) 2.5 mL を加え、試験条件 1 の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、試験条件 1 及び試験条件 2 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、試料溶液のプロパフェノン以外のピーク面積は、標準溶液のプロパフェノンのピーク面積より大きくない。

試験条件 1

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：1-ノナンスルホン酸ナトリウム 4.6 g 及びリン酸 2.3 g を水に溶かし 1000 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 900 mL にアセトニトリル 600 mL を加える。

流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約 39 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フタル酸ジフェニルの保持時間の範囲

システム適合性 1

システムの性能：本品 12 mg 及び安息香酸イソプロピル 50 mg をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、試験条件 1 で操作するとき、プロパフェノン、安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、試験条件 1 で試験を 6 回繰り返すとき、プロパフェノンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

試験条件 2

検出器、カラム及びカラム温度は試験条件 1 を準用する。

移動相：1-デカンスルホン酸ナトリウム 7.33 g 及びリン酸 2.3 g を水に溶かし 1000 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 700 mL にアセトニトリル 700 mL を加える。

流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約 11 分になるように調整する。

面積測定範囲：フタル酸ジフェニルの保持時間からフタル酸ジフェニルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性 2

システムの性能：本品 12 mg 及び安息香酸イソプロピル 50 mg をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、試験条件 2 で操作するとき、プロパフェノン、安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度は 21 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、試験条件 2 で試験を 6 回繰り返すとき、プロパフェノンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かした後、無水酢酸 50 mL を加えて 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.90 mg C₂₁H₂₇NO₃ · HCl

貯法 容器 密閉容器。

プロパフェノン塩酸塩錠

Propafenone Hydrochloride Tablets

塩酸プロパフェノン錠

本品は定量するとき、表示量の 96.0 ~ 104.0 % に対応するプロパフェノン塩酸塩 (C₂₁H₂₇NO₃ · HCl : 377.90) を含む。

製法 本品は「プロパフェノン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「プロパフェノン塩酸塩」0.3 g に対応する個数をとり、水 60 mL を加え、加温しながら崩壊させる。冷後、遠心分離し、上澄液 3 mL に水を加えて 500 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm 及び 302 ~ 306 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A₁ 及び A₂ とするとき、A₁/A₂ は 2.30 ~ 2.55 である。

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 30 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させ、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、遠心分離する。プロパフェノン塩酸塩 (C₂₁H₂₇NO₃ · HCl) 約 6 mg に対応する容量の上澄液 V mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (10 / V)$

W_s : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量 (mg)

内標準溶液 安息香酸イソプロピルのメタノール溶液 (1
 → 200)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 75 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 約 67 μg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロパフェノンを 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 13 mg を精密に量り、水に溶かして正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 305 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 450$$

W_s : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のプロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

定量法 本品のプロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 1.5 g に対応する個数をとり、水/アセトニトリル混液 (1:1) 70 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させ、更に 5 分間よく振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロパフェノンを 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 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、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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プロパフェノンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times 50$

W_s : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量 (mg)

内標準溶液 安息香酸イソプロピルのメタノール溶液 (1
 → 200)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: 1-ノナンスルホン酸ナトリウム 4.6 g 及びリン酸 2.3 g を水に溶かし、1000 mL とし、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 900 mL にアセトニトリル 600 mL を加える。

流量: プロパフェノンの保持時間が約 8 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロパフェノン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 5 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、内標準物質のピーク面積に対するプロパフェノンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 プロピルチオウラシル錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

プロピルチオウラシル錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、溶出試験第 2 液 3V/4 mL を加え、錠剤が完全に崩壊するまで超音波処理した後、1 mL 中にプロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) 約 0.25 mg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 200)$$

W_s : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量 (mg)

同条溶出性の項及び定量法の項を次のように改める。

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用プロピルチオウラシルを 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、試験液に溶かして正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とす

る。以下定量法を準用する。

プロピルチオウラシル (C₇H₁₀N₂OS) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (1 / C) \times 90$$

W_s: 定量用プロピルチオウラシルの秤取量 (mg)

C: 1 錠中のプロピルチオウラシル (C₇H₁₀N₂OS) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プロピルチオウラシル (C₇H₁₀N₂OS) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、溶出試験第 2 液 150 mL を加え、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、溶出試験第 2 液を加えて正確に 200 mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用プロピルチオウラシルを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、溶出試験第 2 液に溶かして正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 274 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

プロピルチオウラシル (C₇H₁₀N₂OS) の量 (mg)

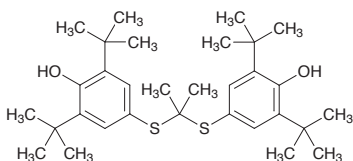
$$= W_s \times (A_T / A_s)$$

W_s: 定量用プロピルチオウラシルの秤取量 (mg)

医薬品各条の部 プロピレングリコールの条の次に次の一条を加える。

プロブコール

Probutcol



C₃₁H₄₈O₂S₂: 516.84

4,4'-[Propan-2,2-diylbis(sulfandiyl)]bis[2,6-bis(1,1-dimethylethyl)phenol] [23288-49-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロブコール (C₃₁H₄₈O₂S₂) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はテトラヒドロフランに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に淡黄色となる。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき、紫外

可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロブコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロブコール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 (2.60) 125 ~ 128 °C

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品 0.40 g をエタノール (99.5) 5 mL に溶かし、移動相を加えて 20 mL とし、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 50 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 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、試料溶液のプロブコールに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は、標準溶液のプロブコールのピーク面積より大きくなく、試料溶液のプロブコールに対する相対保持時間約 1.9 のピーク面積は、標準溶液のプロブコールのピーク面積の 25 倍より大きくない。また、試料溶液のプロブコール及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶液のプロブコールのピーク面積の 5 倍より大きくない。更に、試料溶液のプロブコール以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロブコールのピーク面積の 50 倍より大きくない。ただし、プロブコールに対する相対保持時間約 0.9 及び約 1.9 のピーク面積はそれぞれ感度係数 1.2 及び 1.4 を乗じて補正する。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からプロブコールの保持時間の約 3 倍の範囲。ただし、プロブコールに対する相対保持時間約 0.5 のピークを除く。

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 5 μL から得たプロブコールのピーク面積が、標準溶液のプロブコールのピーク面積の 14 ~ 26 % になることを確認する。

システムの性能: 試料溶液 1 mL に移動相を加えて 50 mL とする。この液 1 mL にフタル酸ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) の移動相溶液 (1 → 1000) 1 mL, エタノール (99.5) 5 mL 及び移動相を加えて 20 mL とする。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、フタル酸ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)、プロブコールの順に

溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロブコールのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 1 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びプロブコール標準品を乾燥し、その約 60 mg ずつを精密に量り、それぞれをテトラヒドロフラン 5 mL に溶かし、移動相を加えて正確に 50 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL 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 10 μ L 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プロブコールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロブコール ($C_{31}H_{48}O_5S_2$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S : プロブコール標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ビス (シス-3,3,5-トリメチルシクロヘキシル) 0.2 g をテトラヒドロフラン 1 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：242 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液 (93 : 7)

流量：プロブコールの保持時間が約 13 分になるように調整する。

システムの適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、プロブコールの順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L 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プロブコールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 フロプロピオンの条基原の項、性状の項、確認試験の項及び純度試験の項を次のように改める。

フロプロピオン

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フロプロピオン ($C_9H_{10}O_4$) 98.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄褐色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、

メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。

(2) 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のフロプロピオン以外のピークの面積は、標準溶液のフロプロピオンのピーク面積の 1/10 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：267 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：35 °C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/リン酸混液 (114 : 86 : 1)

流量：フロプロピオンの保持時間が約 3 分になるように調整する。

面積測定範囲：フロプロピオンの保持時間の約 7 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 10 mL とする。この液 20 μ L から得たフロプロピオンのピーク面積が、標準溶液のフロプロピオンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル 25 mg をアセトニトリル 30 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。この液 2.5 mL に試料溶液 2 mL を加え、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μ L につき、上記条件で操作するとき、フロプロピオン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フロプロピオンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 プロベネシド錠確認試験の項の次に次の一項を加える。

プロベネシド錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 30 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加え、時々振り混ぜながら超音波処理を行い、錠剤を完全に崩壊させた後、エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 3 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びエタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて 1 mL 中にプロベネシド (C₁₃H₁₉NO₃S) 約 15 μg を含む液となるように正確に V mL とし、試料溶液とする。別にプロベネシド標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.125 g を精密に量り、水 15 mL、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びエタノール (99.5) を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びエタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL にエタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

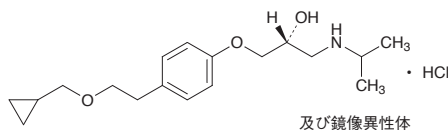
$$\begin{aligned} & \text{プロベネシド (C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_3\text{S) の量 (mg)} \\ & = W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 25) \end{aligned}$$

W_s: プロベネシド標準品の称取量 (mg)

医薬品各条の部 ベザフィブラート徐放錠の条の次に次の一項を加える。

ベタキソロール塩酸塩

Betaxolol Hydrochloride
塩酸ベタキソロール



C₁₈H₂₉NO₃ · HCl : 343.89
(2*RS*)-1-[4-[2-(Cyclopropylmethoxy)ethyl]phenoxy]-3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol monohydrochloride
[63659-19-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ベタキソロール塩酸塩 (C₁₈H₂₉NO₃ · HCl) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール

(99.5) 又は酢酸 (100) に溶けやすい。

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

本品の水溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 10000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) は塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

融点 (2.60) 114 ~ 117°C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 4 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 (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 (1.11) 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 I 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (10 : 3 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 1 時間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 3 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(5) 類縁物質 II 本品 0.10 g を移動相 50 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 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、試料溶液のベタキソロール以外のピーク面積は、標準溶液のベタキソロールのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のベタキソロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のベタキソロールのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 273 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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ヒルシリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: 1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 3.0 に調整し

た薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 (1 → 2)/アセトニトリル/メタノール混液 (26 : 7 : 7) 流量: バタキシロールの保持時間が約 9 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バタキシロールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 4 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たバタキシロールのピーク面積が, 標準溶液のバタキシロールのピーク面積の 14 ~ 26 % になることを確認する。

システムの性能: 本品 50 mg 及び 2-ナフトール 5 mg を移動相 200 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, バタキシロール, 2-ナフトールの順に溶出し, その分離度は 10 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, バタキシロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(6) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 酢酸 (100) 30 mL に溶かし, 無水酢酸 30 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.39 mg C₁₈H₂₉NO₃ · HCl

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 バタメタゾン錠の条製剤均一性の項を次のように改める。

バタメタゾン錠

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき, 適合する。

本品 1 個をとり, 1 mL 中にバタメタゾン (C₂₂H₂₉FO₃) 約 50 μg を含む液となるように水 V mL を加える。次に内標準溶液 2 V mL を正確に加え, 10 分間激しく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液を試料溶液とする。別にバタメタゾン標準品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し, その約 20 mg を精密に量り, アセトニトリルに溶かし, 正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 内標準溶液 20 mL を正確に加え, 更に水 5 mL を加え, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき, 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バタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

バタメタゾン (C₂₂H₂₉FO₃) の量 (mg)
= W_S × (Q_T / Q_S) × (V / 400)

W_S: バタメタゾン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液 (1 → 40000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

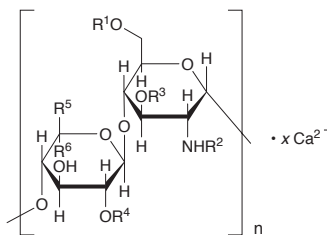
システムの性能: 標準溶液 20 μL につき, 上記の条件で操作するとき, バタメタゾン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 10 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 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バタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 ベンジピン塩酸塩錠の条の次に次の一条を加える。

ヘパリンカルシウム

Heparin Calcium



R¹, R³, R⁴ = SO₃⁻ 又は H
R² = SO₃⁻ 又は —C(=O)CH_3
R⁵ = CO₂⁻, R⁶ = H
又は
R⁵ = H, R⁶ = CO₂⁻

[37270-89-6]

本品は, 健康な食用ブタの腸粘膜から得た D-グルコサミン及びウロン酸 (L-イズロン酸又は D-グルクロン酸) の二糖単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのカルシウム塩である。

本品は, 血液の凝固を遅延する作用を有する。本品は, 1 mg 中 150 ヘパリン単位以上を含む。

本品は定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 表示単位の 90 ~ 110 % を含み, また, カルシウム (Ca : 40.08) 8.0 ~ 12.0 % を含む。

性状 本品は白色~帯灰褐色の粉末又は粒である。

本品は水に溶けやすく, エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 10 mg を水 5 mL に溶かした液に 1 mol/L 塩酸試液 0.1 mL 及びトルイジンブルー O 溶液 (1 →

20000) 5 mL を加えるとき、液は紫色～赤紫色を呈する。

(2) 本品 50 mg を水 5 mL に溶かした液は、カルシウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 20 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 400 nm における吸光度は 0.05 以下である。

(2) 塩化物 (1.03) 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 重金属 (1.07) 本品 0.5 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 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(4) バリウム 本品 30 mg を水 3.0 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え、10 分間放置するとき、液は混濁しない。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

(6) 総窒素 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、窒素定量法 (1.08) により試験を行うとき、窒素 (N: 14.01) の量は 3.0 % 以下である。

(7) たん白質 (4) の試料溶液 1.0 mL にトリクロロ酢酸溶液 (1 → 5) 5 滴を加えるとき、液は沈殿又は混濁を生じない。

(8) 過硫酸化コンドロイチン硫酸 本品 20 mg を核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₄ の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液 (1 → 10000) 0.60 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₄ を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (2.21) プロトン共鳴周波数 400 MHz 以上の装置 (1) を用いる方法により¹H を測定するとき、 δ 2.13 ~ 2.23 ppm に過硫酸化コンドロイチン硫酸の N-アセチル基に由来するシグナルを認めない。

試験条件

温度: 25 °C

スピニング: オフ

データポイント数: 32,768

スペクトル範囲: DHO のシグナルを中心に ± 6.0 ppm
パルス角: 90°

繰り返しパルス待ち時間: 20 秒

ダミーキャン: 4 回

積算回数: ヘパリンの N-アセチル基のプロトンのシグナルの S/N 比が 200 以上得られる回数

ウィンドウ関数: 指数関数 (Line broadening factor = 0.2 Hz)

システム適合性

過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品 0.10 mg を核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₄ の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液 (1 → 10000) 0.60 mL に溶かし標準溶液とする。標準溶液 0.60 mL にヘパリンカルシウム約

20 mg を溶かし、システム適合性試験用溶液とする。この液につき、上記の条件で操作するとき、 δ 2.02 ~ 2.06 ppm にヘパリンの N-アセチル基に由来するシグナル、及び δ 2.13 ~ 2.23 ppm に過硫酸化コンドロイチン硫酸の N-アセチル基に由来するシグナルを認める。

乾燥減量 (2.41) 8 % 以下 (50 mg, 減圧, 60 °C, 3 時間)。
エンドトキシン (4.01) 0.0030 EU/ヘパリン単位未満。

定量法

(1) ヘパリン

(i) 基質液 N-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル (γ -OR) -グリシル-L-アルギニル-p-ニトロアニリド塩酸塩 15 mg を水 20 mL に溶解する。

(ii) 活性化血液凝固 X 因子液 ウシ由来活性化血液凝固 X 因子を水に溶かし、1 mL 中に 0.426 単位を含む液を調製する。

(iii) 緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.06 g を水 750 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.4 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

(iv) 反応停止液 酢酸 (100) 20 mL に水を加え、40 mL とする。

(v) ヘパリン標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品を生理食塩液に溶かし、1 mL 中に 10 単位を含むように調製した液 100 μ L に緩衝液を加えて正確に 5 mL とし、標準原液とする。次の表に従い、標準原液にアンチトロンビン III 試液、ヒト正常血漿及び緩衝液を加え、ヘパリン標準溶液 (1)、ヘパリン標準溶液 (2)、ヘパリン標準溶液 (3)、ヘパリン標準溶液 (4) 及びヘパリン標準溶液 (5) を調製する。

| No. | ヘパリン標準溶液 | 緩衝液 (μ L) | アンチトロンビン III 試液 (μ L) | ヒト正常血漿 (μ L) | 標準原液 (μ L) |
|-----|----------------|----------------|----------------------------|-------------------|-----------------|
| | ヘパリン濃度 (単位/mL) | | | | |
| (1) | 0 | 800 | 100 | 100 | 0 |
| (2) | 0.02 | 700 | 100 | 100 | 100 |
| (3) | 0.04 | 600 | 100 | 100 | 200 |
| (4) | 0.06 | 500 | 100 | 100 | 300 |
| (5) | 0.08 | 400 | 100 | 100 | 400 |

(vi) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、生理食塩液に溶かし、1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を調製する。この液 100 μ L にアンチトロンビン III 試液 100 μ L、ヒト正常血漿 100 μ L 及び緩衝液 700 μ L を加え、試料溶液とする。

(vii) 操作法 試験管に試料溶液 400 μ L を入れ、37 °C で 4 分間加温する。これに活性化血液凝固 X 因子液 200 μ L を加えてよく混和し、37 °C で正確に 30 秒間加温した後、あらかじめ 37 °C に加温した基質液 400 μ L を加えてよく混和する。37 °C で正確に 3 分間加温した後、反応停止液 600 μ L を加え、直ちに混和する。この液につき、試料溶液 400 μ L に反応停止液 600 μ L 及び水 600 μ L を加えて混和したものを対照とし、紫外可視吸光

度測定法〈2.24〉により波長 405 nm における吸光度を測定する。ヘパリン標準溶液 (1), ヘパリン標準溶液 (2), ヘパリン標準溶液 (3), ヘパリン標準溶液 (4) 及びヘパリン標準溶液 (5) を試料溶液と同様に操作して, 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 405 nm における吸光度を測定する。

(viii) 計算法 ヘパリン標準溶液のヘパリン濃度と吸光度から検量線を作成し, 試料溶液のヘパリン濃度 C を求め, 次式により本品 1 mg 中のヘパリン単位を計算する。

本品 1 mg 中のヘパリン単位 = $C \times 10 \times (b/a)$

a : 本品の秤取量 (mg)

b : 本品を生理食塩液に溶かし, 1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を製したときの全容量 (mL)

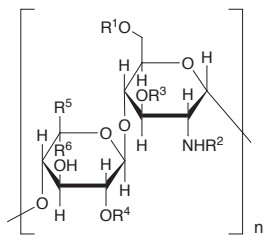
(2) カルシウム 本品約 50 mg を精密に量り, 水 20 mL に溶かし, 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え, 時々振り混ぜながら, 3 ~ 5 分間放置した後, NN 指示薬 0.1 g を加え, 直ちに 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する。ただし, 滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
= 0.4008 mg Ca

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ヘパリンナトリウムの条英名の項の次に次の二項を加える。

ヘパリンナトリウム



$R^1, R^3, R^4 = \text{SO}_3\text{Na}$ 又は H

$R^2 = \text{SO}_3\text{Na}$ 又は $\text{C}(=\text{O})\text{CH}_3$

$R^5 = \text{CO}_2\text{Na}, R^6 = \text{H}$
又は
 $R^5 = \text{H}, R^6 = \text{CO}_2\text{Na}$

[9041-08-1]

同条基原の項を次のように改める。

本品は, 健康な食用獣の肝, 肺又は腸粘膜から得た D-グルコサミン及びウロン酸 (L-イズロン酸又は D-グルクロン酸) の二糖単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのナトリウム塩である。本品は, 血液の凝固を遅延する作用がある。肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上,

腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含む。

本品は定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 表示単位の 90 ~ 110 % を含む。

本品は原料に用いた器官名を表示する。

医薬品各条の部 注射用ホスホマイシンナトリウムの条確認試験の項 (2) の目及び水分の項を次のように改める。

注射用ホスホマイシンナトリウム

確認試験

(2) 本品の水溶液 (1 → 250) 2 mL に過塩素酸 1 mL 及び 0.1 mol/L 過ヨウ素酸ナトリウム溶液 2 mL を加え, 水浴中で 10 分間加熱する。冷後, 七モロブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 1 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて 30 分間放置するとき, 液は青色を呈する。

水分〈2.48〉 4.0 % 以下 (0.1 g, 電量滴定法)。

医薬品各条の部 ミノサイクリン塩酸塩の条の次に次の一条を加える。

ミノサイクリン塩酸塩錠

Minocycline Hydrochloride Tablets

塩酸ミノサイクリン錠

本品は定量するとき, 表示された力価の 90.0 ~ 110.0 % に対応するミノサイクリン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7$: 457.48) を含む。

製法 本品は「ミノサイクリン塩酸塩」をとり, 錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし, 表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」10 mg (力価) に対応する量を取り, 塩酸のメタノール溶液 (19 → 20000) 625 mL を加えてよく振り混ぜた後, ろ過する。ろ液につき, 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 221 ~ 225 nm, 261 ~ 265 nm 及び 354 ~ 358 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本操作は, 試料溶液を調製した後, 速やかに試験を行う。本品 5 個以上をとり, 粉末とする。表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」50 mg (力価) に対応する量を取り, 移動相 60 mL を加えて激しく振り混ぜた後, 移動相を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し, 上澄液を試料溶液とする。試料溶液 20 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, 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりミノサイクリンに対する相対保持時間約 0.83 のエビミノサイクリンの量を求めるとき, 2.0 % 以下である。

試験条件

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

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からミノサイクリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。
 検出の確認：試料溶液 2 mL に移動相を加えて 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μ L から得たミノサイクリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液 20 μ L から得たミノサイクリンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 (2.48) 12.0 % 以下 (本品を粉末としたもの 0.5 g、容量滴定法、逆滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 60 mL を加えて 15 分間超音波処理した後、1 mL 中に「ミノサイクリン塩酸塩」約 0.5 mg (力価) を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_s : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「ミノサイクリン塩酸塩」約 9 μ g (力価) を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にミノサイクリン塩酸塩標準品約 30 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 348 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$) の表示量に対する溶出率 (%)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_s : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1 錠中のミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$) の表示量 [mg(力価)]

定量法 本品の「ミノサイクリン塩酸塩」約 1 g (力価) に対応する個数をとり、移動相 120 mL を加えて 15 分間超音波処理した後、移動相を加えて正確に 200 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にミノサ

イクリン塩酸塩標準品約 25 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times 40$

W_s : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

検出器、カラム、カラム温度及び流量は「ミノサイクリン塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

移動相：シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (7 → 250)/ N,N -ジメチルホルムアミド/0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液 (11 : 5 : 4) にテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて pH 6.5 に調整する。

システム適合性

システムの性能：塩酸ミノサイクリン 50 mg を水 25 mL に溶かす。この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱した後、水を加えて 25 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エピミノサイクリン、ミノサイクリンの順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 注射用ミノサイクリン塩酸塩の条定量法の項を次のように改める。

注射用ミノサイクリン塩酸塩

定量法 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「ミノサイクリン塩酸塩」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にミノサイクリン塩酸塩標準品約 25 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$) の量 [mg(力価)]
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times 4$

W_s : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

検出器、カラム、カラム温度及び流量は「ミノサイクリン塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

移動相：シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（7 → 250）/N,N-ジメチルホルムアミド/0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液（11：5：4）にテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて pH 6.5 に調整する。

システム適合性

システムの性能：塩酸ミノサイクリン 50 mg をとり、水に溶かし 25 mL とする。この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱した後、水を加えて 25 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エピミノサイクリン、ミノサイクリンの順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 メチルセルロースの条化学名の項を次のように改める。

メチルセルロース

[9004-65-5]

医薬品各条の部 メピバカイン塩酸塩注射液の条基原の項、性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

メピバカイン塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するメピバカイン塩酸塩 ($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$; 282.81) を含む。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「メピバカイン塩酸塩」20 mg に対応する容量をとり、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後、ヘキサン 20 mL で抽出する。ヘキサン抽出液 8 mL をとり、1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後、水層につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 265 nm 及び 270 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

同条確認試験の項の次に次の二項を加える。

pH 別に規定する。

エンドトキシン (4.01) 0.6 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品のメピバカイン塩酸塩 ($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$) 約 40 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸メピバカインを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし、内標準溶液 4 mL を正確に加え、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L 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メピバカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メピバカイン塩酸塩 } (C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl) \text{ の量 (mg)} \\ & = W_s \times (Q_T / Q_S) \end{aligned}$$

W_s : 定量用塩酸メピバカインの秤取量 (mg)

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液 (1 → 4000)

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 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 10 μ m 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てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.88 g を pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (11：9) 1000 mL に溶かす。

流量：メピバカインの保持時間が約 6 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メピバカイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L 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メピバカインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

医薬品各条の部 メロペネム水和物の条の次に次の一条を加える。

注射用メロペネム

Meropenem for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0 % に対応するメロペネム ($C_{17}H_{25}N_3O_5S$; 383.46) を含む。

製法 本品は「メロペネム水和物」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の

臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき、波数 3410 cm^{-1} , 1750 cm^{-1} , 1655 cm^{-1} , 1583 cm^{-1} 及び 1391 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH (2.54) 本品の表示量に従い「メロペネム水和物」0.25 g (力価) に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 7.3 ~ 8.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品の表示量に従い「メロペネム水和物」1.0 g (力価) に対応する量を取り、水 20 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルト (II) の色の比較原液 0.3 mL 及び塩化鉄 (III) の色の比較原液 1.2 mL に薄めた塩酸 (1 → 40) 18.5 mL を加える。

(2) 類縁物質 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 9.5 ~ 12.0 % (0.1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

エンドトキシン (4.01) 0.12 EU/mg (力価) 未滿。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「メロペネム水和物」約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にメロペネム標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液を加えて 100 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メロペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メロペネム (C}_{17}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_5\text{S) の量 [mg(力価)]} \\ & = W_S \times (Q_T / Q_S) \end{aligned}$$

W_S : メロペネム標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 ベンジルアルコールの pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 300)

試験条件

「メロペネム水和物」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能は「メロペネム水和物」の定量法のシステム適合性を準用する。

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メロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

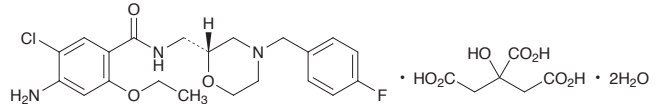
貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる。

医薬品各条の部 *l*-メントールの条の次に次の二条を加える。

モサプリドクエン酸塩水和物

Mosapride Citrate Hydrate

クエン酸モサプリド



及び鏡像異性体

$\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{ClFN}_3\text{O}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 2\text{ H}_2\text{O} : 650.05$

4-Amino-5-chloro-2-ethoxy-*N*-{[(2*R*S)-

4-(4-fluorobenzyl)morpholin-2-yl]methyl}benzamide

monocitrate dihydrate [636582-62-2]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、モサプリドクエン酸塩 ($\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{ClFN}_3\text{O}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$; 614.02) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミド又は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 50000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 10) はクエン酸塩の定性反応 (1) (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g を白金るつばにとり、第 4 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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、試料溶液のモサプリドに対する相対保持時間約 0.47 のピーク面積は、標準溶液のモサプリドのピーク面積の 3 倍より大きくなく、モサプリド及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶液のモサプリドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のモサプリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のモサプリドのピーク面積の 5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：274 nm）
 カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 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てんする。
 カラム温度：40℃ 付近の一定温度
 移動相 A：クエン酸三ナトリウム二水和物 8.82 g を
 水 800 mL に溶かし，希塩酸を加えて pH 4.0 に調
 整した後，水を加えて 1000 mL とする。
 移動相 B：アセトニトリル
 移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次
 のよ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 ~ 35 | 80 → 45 | 20 → 55 |

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後 35 分まで
 システム適合性

検出の確認：標準溶液 4 mL を正確に量り，メタノール
 を加えて正確に 20 mL とする。この液 5 μL から得たモサ
 プリドのピーク面積が，標準溶液のモサ
 プリドのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認
 する。

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件
 で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及び
 シンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，1.5
 以下である。

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，モサプリドのピーク
 面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 5.0 ~ 6.5 % (0.5 g，容量滴定法，逆滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g，白金るつぼ)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸 (100) 70 mL
 に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差
 滴定法)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 61.40 mg $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 密閉容器。

モサプリドクエン酸塩錠

Mosapride Citrate Tablets

クエン酸モサプリド錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応
 するモサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$;
 614.02) を含む。

製法 本品は「モサプリドクエン酸塩水和物」をとり，錠剤
 の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従いモサプリドクエン酸塩
 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) 10 mg に対応する量を取り，希酢
 酸 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過する。ろ液
 5 mL にドラーゲンドルフ試液 0.3 mL を加えるとき，だ
 いたい色の沈殿を生じる。

(2) 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法
 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき，波長 271 ~
 275 nm 及び 306 ~ 310 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 20 個以上をとり，粉末とする。表
 示量に従いモサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$)
 10 mg に対応する量を取り，水 1 mL を加えて潤す。更に，
 メタノール 9 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，遠心分
 離し，上澄液を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量
 り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 2
 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 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，試料溶液のモサプリドに対する相対保
 持時間約 0.60 及び約 0.85 のピーク面積は，標準溶液のモ
 サプリドのピーク面積より大きくなく，モサプリド及び上記
 のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のモサプリドのピ
 ーク面積の 2/5 より大きくない。また，試料溶液のモサプ
 リド以外のピークの合計面積は，標準溶液のモサプリドのピ
 ーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相 A，移動相 B 及
 び流量は「モサプリドクエン酸塩水和物」の純度試験
 (2) の試験条件を準用する。

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次
 のよ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 ~ 40 | 85 → 45 | 15 → 55 |

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後 40 分まで
 システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノール
 を加えて正確に 25 mL とする。この液 10 μL から得たモサ
 プリドのピーク面積が，標準溶液のモサ
 プリドのピーク面積の 3.0 ~ 5.0 % になることを確認
 する。

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件
 で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及び
 シンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，1.5
 以下である。

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，モサプリドのピーク
 面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき，
 適合する。

本品 1 個をとり，水 5 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊

させる。次にメタノール 20 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 V mL を正確に量り、1 mL 中にモサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) 約 20 μ g を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

モサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 50)$

W_s : 脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量 (mg)

溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にモサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) 約 2.8 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用クエン酸モサプリド (別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 30 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 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 50 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のモサプリドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

モサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$$

W_s : 脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のモサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 274 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: クエン酸三ナトリウム二水和物 8.82 g を水 800 mL に溶かし、希塩酸を加えて pH 3.3 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 240 mL にメタノール 90 mL 及びアセトニトリル 70 mL を加える。

流量: モサプリドの保持時間が約 9 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、モサプリドのピークの理論段数及び

シンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、モサプリドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。モサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) 約 10 mg に対応する量を精密に量り、水 2 mL を加えて潤す。次にメタノール 70 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用クエン酸モサプリド (別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 53 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 273 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

モサプリドクエン酸塩 ($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_s : 脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 モルヒネ塩酸塩錠の条製剤均一性の項の次に次の一項を加える。

モルヒネ塩酸塩錠

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ (別途「モルヒネ塩酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のモルヒネのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

モルヒネ塩酸塩水和物 ($C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_5 \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36 \times 1.168$$

W_5 : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のモルヒネ塩酸塩水和物 ($C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$) の表示量 (mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 25 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, モルヒネのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 5000 段以上, 2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 25 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, モルヒネのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

医薬品各条の部 モルヒネ塩酸塩注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

モルヒネ塩酸塩注射液

エンドトキシン (4.01) 1.5 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき, 適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき, 適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき, 適合する。

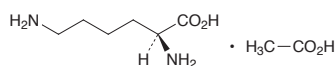
医薬品各条の部 L-リジン塩酸塩の条の次に次の一条を加える。

L-リジン酢酸塩

L-Lysine Acetate

酢酸 L-リジン

L-リジン酢酸塩



$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$: 206.24

(2S)-2,6-Diaminohexanoic acid monoacetate

[57282-49-2]

本品を乾燥したものは定量するとき, L-リジン酢酸塩 ($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, 特異なにおいがあり, わずかに酸味がある。

本品は水に極めて溶けやすく, ギ酸に溶けやすく, エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は潮解性である。

確認試験

(1) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) は酢酸塩の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +8.5 ~ +10.0° (乾燥後, 2.5 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 塩化物 (1.03) 本品 0.5 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (1.14) 本品 0.6 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム (1.02) 本品 0.25 g をとり, 試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり, 第 4 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) 鉄 (1.10) 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により検液を調製し, A 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品約 0.5 g を精密に量り, 塩酸 0.5 mL 及び水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 0.02 mol/L 塩酸を加えて正確に 50 mL とし, 試料溶液とする。別に L-アスパラギン酸, L-トレオニン, L-セリン, L-グルタミン酸, グリシン, L-アラニン, L-バリン, L-シスチン, L-メチオニン, L-イソロイシン, L-ロイシン, L-チロジン, L-フェニルアラニン, L-リジン塩酸塩, 塩化アンモニウム, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物及び L-アルギニンをそれぞれ 2.5 mmol に対応する量を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし, 正確に 1000 mL とし, 標準原液とする。この液 5 mL を正確に量り, 0.02 mol/L 塩酸を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, 0.02 mol/L 塩酸を加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たピークの高さから試料溶液 1 mL に含まれるリジン以外のアミノ酸の質量を求め, その質量百分率を算出するとき, リジン以外の各アミノ酸の量は 0.1 % 以下である。

試験条件

検出器: 可視吸光度計 (測定波長: 570 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 8 cm のステンレス管に 3 μ m のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体

クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (Na 型) を充てんする。

カラム温度：57℃ 付近の一定温度

反応槽温度：130℃ 付近の一定温度

反応時間：約 1 分

移動相：移動相 A, 移動相 B, 移動相 C, 移動相 D 及び移動相 E を次の表に従って調製し、それぞれにカプリル酸 0.1 mL を加える。

| | 移動相 A | 移動相 B | 移動相 C | 移動相 D | 移動相 E |
|-------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| クエン酸一水和物 | 19.80 g | 22.00 g | 12.80 g | 6.10 g | — |
| クエン酸三ナトリウム 二水和物 | 6.19 g | 7.74 g | 13.31 g | 26.67 g | — |
| 塩化ナトリウム | 5.66 g | 7.07 g | 3.74 g | 54.35 g | — |
| 水酸化ナトリウム | — | — | — | — | 8.00 g |
| エタノール (99.5) | 260 mL | 20 mL | 4 mL | — | 100 mL |
| チオジグリコール | 5 mL | 5 mL | 5 mL | — | — |
| ベンジルアルコール | — | — | — | 5 mL | — |
| ラウロマクロゴール 溶液 (1 → 4) | 4 mL | 4 mL | 4 mL | 4 mL | 4 mL |
| 水 | 適量 | 適量 | 適量 | 適量 | 適量 |
| 全量 | 2000 mL | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL | 1000 mL |

移動相の切り換え：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アスパラギン酸、トレオニン、セリン、グルタミン酸、グリシン、アラニン、バリン、シスチン、メチオニン、イソロイシン、ロイシン、チロジン、フェニルアラニン、リジン、アンモニア、ヒスチジン、アルギニンの順に溶出し、イソロイシンとロイシンの分離度が 1.2 以上になるように、移動相 A, 移動相 B, 移動相 C, 移動相 D, 移動相 E を順次切り換える。

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 407 g を水に溶かし、酢酸 (100) 245 mL, 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL 及び水を加えて 2000 mL とし、10 分間窒素を通じ、(I) 液とする。別に 1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL にニンヒドリン 77 g を加え、5 分間窒素を通じた後、水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え、30 分間窒素を通じる。この液 12 容量に (I) 液 13 容量を加える。

移動相流量：毎分 0.32 mL

反応試薬流量：毎分 0.30 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、グリシンとアラニンの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、標準溶液中の各アミノ酸のピーク高さの相対標準偏差は 5.0 % 以下であり、保持時間の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 (2.41) 0.3 % 以下 (1 g, 80℃, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、ギ酸

3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.31 mg C₆H₁₄N₂O₂ · C₂H₄O₂

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 リドカイン注射液の条発熱性物質の項を削り、確認試験の項の次に次の一項を加える。

リドカイン注射液

エンドトキシン (4.01) 1.0 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 硫酸亜鉛水和物の条性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

硫酸亜鉛水和物

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。

本品は乾燥空气中で風解する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 20) は亜鉛塩の定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) は硫酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

pH (2.54) 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.4 ~ 6.0 である。

同条純度試験の項 (1) の目を次のように改める。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

同条純度試験の項の次に次の一項を加える。

乾燥減量 (2.41) 35.5 ~ 38.5 % (1 g, 105℃, 3 時間)。

医薬品各条の部 リンコマイシン塩酸塩水和物の項の次に次の一条を加える。

リンコマイシン塩酸塩注射液

Lincomycin Hydrochloride Injection

塩酸リンコマイシン注射液

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0 % に対応するリンコマイシン ($C_{18}H_{34}N_2O_6S$: 406.54) を含む。

製法 本品は「リンコマイシン塩酸塩水和物」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「リンコマイシン塩酸塩水和物」30 mg (力価) に対応する容量をとり、水 30 mL を加えて試料溶液とする。別にリンコマイシン塩酸塩標準品 10 mg (力価) を水 10 mL に溶かし、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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸アンモニウム 150 g を水 800 mL に溶かし、アンモニア水 (28) を加えて pH 9.6 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 80 mL に 2-プロパノール 40 mL 及び酢酸エチル 90 mL を加えて振り混ぜ、上層を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに過マンガン酸カリウム溶液 (1 → 1000) を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

pH (2.54) 3.5 ~ 5.5

エンドトキシン (4.01) 0.50 EU/mg (力価) 未満。

採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 本品の「リンコマイシン塩酸塩水和物」約 0.3 g (力価) に対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に 30 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にリンコマイシン塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 20 mL とし、標準溶液とする。以下「リンコマイシン塩酸塩水和物」の定量法を準用する。

リンコマイシン ($C_{18}H_{34}N_2O_6S$) の量 [mg(力価)]

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times 15$$

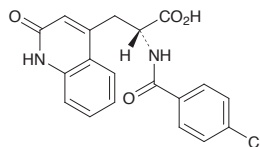
W_s : リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

貯法 容器 密封容器。

医薬品各条の部 レナンピシリン塩酸塩の条の次に次の二条を加える。

レバミピド

Rebamipide



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{15}ClN_2O_4$: 370.79

(2RS)-2-(4-Chlorobenzoylamino)-3-(2-oxo-1,2-dihydroquinolin-4-yl)propanoic acid [90098-04-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、レバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末であり、味は苦い。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

融点: 約 291 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (7 → 1000000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 0.5 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に *N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(3) レバミピド *m*-クロロ異性体 本品 40 mg を水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) に溶かして 100 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) を加えて正確に 20 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。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、試料溶液のレバミピドに対する相対保持時間約 0.95 のレバミピド *m*-クロロ異性体のピーク面積は標準溶液のレバミピドのピーク面積の 3/8 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：222 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：25℃ 付近の一定温度

移動相：pH 6.2 のリン酸塩緩衝液 300 mL に水 750 mL を加える。この液 830 mL にアセトニトリル 170 mL を加える。

流量：レバミピドの保持時間が約 20 分になるように調整する。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) を加えて正確に 25 mL とする。この液 10 μL から得たレバミピドのピーク面積が標準溶液のレバミピドのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 1 mL をとり、水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) を加えて 100 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、レバミピドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 11000 段以上、1.2 以下である。

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、レバミピドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(4) 類縁物質 (3) の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、試料溶液のレバミピドに対する相対保持時間約 0.5 のレバミピド *o*-クロロ異性体及び相対保持時間約 0.7 のレバミピド脱ベンゾイル体のピーク面積は、標準溶液のレバミピドのピーク面積の 3/8 より大きくなく、試料溶液のレバミピド及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶液のレバミピドのピーク面積の 1/4 より大きくない。また、試料溶液のレバミピド以外のピークの合計面積は、標準溶液のレバミピドのピーク面積より大きくない。ただし、レバミピド *o*-クロロ異性体のピーク面積は、感度係数 1.4 を乗じた値とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 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てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：1-デカンソルホン酸ナトリウム 2.44 g を水 1000 mL に溶かした液にメタノール 1000 mL 及びリン酸 10 mL を加える。

流量：レバミピドの保持時間が約 12 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レバミピドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 μL から得たレバミピドのピーク面積が標準溶液のレバミピドのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：4-クロロ安息香酸 20 mg をメタノールに溶かして 50 mL とする。この液及び試料溶液 5 mL ずつをとり、水/pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (7:7:6) を加えて 50 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、レバミピド、4-クロロ安息香酸の順に溶出し、その分離度は 8 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、レバミピドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 3.0 % 以下 (1 g, 105℃, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定 (2.50) する（指示薬：フェノールレッド試液 2 滴）。ただし、終点は液の微黄色が無色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL
= 37.08 mg C₁₉H₁₅ClN₂O₄

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

レバミピド錠

Rebamipide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するレバミピド (C₁₉H₁₅ClN₂O₄: 370.79) を含む。

製法 本品は「レバミピド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「レバミピド」30 mg に対応する量を取り、メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (9:1) 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用レバミピド 30 mg をメタノール/アンモニア水 (28) 混液 (9:1) 5 mL に溶かし、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 5 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。次に酢酸エチル/メタノール/ギ酸混液 (75:25:2) を展開溶

媒として約 10 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及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水 10 mL を加えて 10 分間よく振り混ぜた後、内標準溶液 10 mL を正確に加え、 N,N -ジメチルホルムアミド 10 mL を加えて 5 分間よく振り混ぜた後、 N,N -ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。この液を遠心分離し、レバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) 3 mg に対応する上澄液 V mL をとり、 N,N -ジメチルホルムアミド 20 mL を加え、水を加えて 50 mL とする。この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 1 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用レバミピドを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、 N,N -ジメチルホルムアミドに溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、 N,N -ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。この液 1.5 mL をとり、 N,N -ジメチルホルムアミド 20 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

レバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (3 / 2V)$$

W_s : 定量用レバミピドの秤取量 (mg)

内標準溶液 アセトアニリドの N,N -ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 150)

溶出性 (6.10) 試験液に薄めた pH 6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 (1 → 4) 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にレバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) 約 22 μg を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用レバミピドを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、 N,N -ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試験液を加え、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照液として紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 326 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

レバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$$

W_s : 定量用レバミピドの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のレバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) の表示量 (mg)

定量法 本品 10 個をとり、内標準溶液 $V/5$ mL を正確に加え、更に N,N -ジメチルホルムアミド 50 mL を加え、

超音波処理により崩壊させる。この液を 5 分間振り混ぜた後、1 mL 中にレバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) 約 10 mg を含む液となるように N,N -ジメチルホルムアミドを加えて V mL とする。この液を遠心分離した後、上澄液 5 mL をとり、 N,N -ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。更にこの液 2 mL をとり、 N,N -ジメチルホルムアミド 20 mL を加え、水を加えて 50 mL とする。必要ならば孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、試料溶液とする。別に定量用レバミピドを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、 N,N -ジメチルホルムアミドに溶かし、内標準溶液 2 mL を正確に加え、 N,N -ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とする。この液 2 mL をとり、 N,N -ジメチルホルムアミド 20 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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レバミピドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

レバミピド ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 100)$$

W_s : 定量用レバミピドの秤取量 (mg)

内標準溶液 アセトアニリドの N,N -ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 20)

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 15 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てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: pH 6.2 のリン酸塩緩衝液 300 mL に水 750 mL を加えた液 830 mL をとり、アセトニトリル 170 mL を加える。

流量: レバミピドの保持時間が約 20 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、レバミピドの順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 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レバミピドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

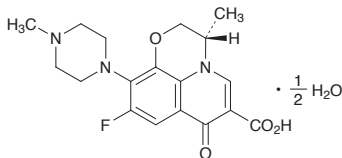
貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 レボドバの条の次に次の一条を加える。

レボフロキサシン水和物

Levofloxacin Hydrate

レボフロキサシン



$C_{18}H_{20}FN_3O_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$: 370.38

(3S)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-1-yl)-

7-oxo-2,3-dihydro-7H-pyrido[1,2,3-de][1,4]benzoxazine-6-carboxylic acid hemihydrate [138199-71-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、レボフロキサシン ($C_{18}H_{20}FN_3O_4$: 361.37) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は淡黄白色～黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品は光によって徐々に暗淡黄白色になる。

融点：約 226 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 150000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -92 ~ -99° (脱水物に換算したものの 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 4 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品 50 mg を水/メタノール混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 mL とする。更にこの液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。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、試料溶液のレボフロキサシンに対する相対保持時間約 1.2 のピーク面積は、標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の 2/5 より大きくなく、試料溶液のレボフロキサシン及びレボフロキサシンに対する相対保持時間約 1.2 のピーク以外のピーク面積は、標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の 1/5 より

大きくない。また、試料溶液のレボフロキサシン及びレボフロキサシンに対する相対保持時間約 1.2 のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の 3/10 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：340 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：45 °C 付近の一定温度

移動相：L-バリン 1.76 g, 酢酸アンモニウム 7.71 g 及び硫酸銅 (II) 五水和物 1.25 g を水に溶かし、1000 mL とした液にメタノール 250 mL を加える。流量：レボフロキサシンの保持時間が約 22 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レボフロキサシンの保持時間の約 2 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、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たレボフロキサシンのピーク面積が、標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の 4 ~ 6 % になることを確認する。

システムの性能：オフロキサシン 10 mg を水/メタノール混液 (1 : 1) 20 mL に溶かす。この液 1 mL を量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて 10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レボフロキサシンとレボフロキサシンに対する相対保持時間約 1.2 のピークの分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、レボフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 2.1 ~ 2.7 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.14 mg $C_{18}H_{20}FN_3O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 ロキタマイシン錠の条貯法の項の次に次の一項を加える。

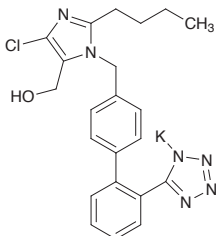
ロキタマイシン錠

有効期間 製造後 24 箇月。

医薬品各条の部 ロキタマイシン錠の条の次に次の一条を加える。

ロサルタンカリウム

Losartan Potassium



$C_{22}H_{22}ClKN_6O$:461.00

Monopotassium 5-{[4'-(2-butyl-4-chloro-5-hydroxymethyl-1H-imidazol-1-yl)methyl]biphenyl-2-yl}-1H-tetrazol-1-ide [124750-99-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ロサルタンカリウム ($C_{22}H_{22}ClKN_6O$) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすい。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロサルタンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロサルタンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品はカリウム塩の定性反応 (1) (1.09) を呈する。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 30 mg をメタノール 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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、試料溶液の溶媒のピーク及びロサルタン以外のピーク面積は、標準溶液のロサルタンのピーク面積の 1/10 より大きくない。また試料溶液のロサルタン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロサルタンのピーク面積の 3/10 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸 (1 → 1000)

移動相 B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のよ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 ~ 25 | 75 → 10 | 25 → 90 |
| 25 ~ 35 | 10 | 90 |

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：試料溶液注入後 35 分間

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たロサルタンのピーク面積が、標準溶液のロサルタンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロサルタンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.3 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロサルタンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 0.5 % 以下 (0.25 g、容量滴定法、直接滴定)。

定量法 本品及びロサルタンカリウム標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 25 mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL 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 10 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のロサルタンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ロサルタンカリウム ($C_{22}H_{22}ClKN_6O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S)$$

W_s : 脱水物に換算したロサルタンカリウム標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 → 1000)/アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量：ロサルタンの保持時間が約 6 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ロサルタンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5500 段以上、1.4 以下である。

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、ロサルタンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

医薬品各条の部 ワルファリンカリウム錠の条製剤均一性の項の次に次の一項を加える。

ワルファリンカリウム錠

溶出性 〈6.10〉 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、0.5 mg 錠、1 mg 錠及び 2 mg 錠の 15 分間の溶出率及び 5 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にワルファリンカリウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4$) 約 0.56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にワルファリンカリウム標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 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〉 により試験を行い、それぞれの液のワルファリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ワルファリンカリウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 4)$$

W_S : ワルファリンカリウム標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のワルファリンカリウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：283 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：35 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/リン酸混液 (700 : 300 : 1)

流量：ワルファリンの保持時間が約 6 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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、ワルファリンのピークの理論段数

医薬品各条（生薬等） 改正事項

医薬品各条の部 ウコンの条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

ウコン

本品はウコン *Curcuma longa* Linné (*Zingiberaceae*) の根茎をそのまま又はコルク層を除いたものを、通例、湯通ししたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）1.0～5.0%を含む。

確認試験

(1) 本品の粉末 0.5 g にメタノール 20 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、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 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (70:30:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、 R_f 値 0.4 付近に黄色のスポットを認める。

(2) 本品の粉末 0.2 g にメタノール/酢酸 (100) 混液 (99:1) 25 mL を加えて 20 分間振り混ぜ、遠心分離する。上澄液につき、成分含量測定法を準用して試験を行い、クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積を測定するとき、クルクミンのピーク面積はデメトキシクルクミンのピーク面積より大きく、ビスデメトキシクルクミンのピーク面積の 0.69 倍より大きい。

同条エキス含量の項の次に次の一項を加える。

成分含量測定法 本品の粉末約 0.2 g を精密に量り、メタノール/酢酸 (100) 混液 (99:1) 25 mL を加えて 20 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、メタノール/酢酸 (100) 混液 (99:1) 25 mL を加えて同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用クルクミン約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。試料溶液のクルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積 A_{TC} 、 A_{TD} 及び A_{TB} 並びに標準溶液のクルクミンのピーク面積 A_S を測定する。

総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）の量 (mg)

$$= W_S \times \{(A_{TC} + A_{TD} + A_{TB} \times 0.69) / A_S\} \times (1/5)$$

W_S : 成分含量測定用クルクミンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (56:43:1)

流量：毎分 1.0 mL（クルクミンの保持時間約 11 分）

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 5 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ビスデメトキシクルクミン、デメトキシクルクミン、クルクミンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クルクミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

医薬品各条の部 ウコン末の条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

ウコン末

本品は「ウコン」を粉末としたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）1.0～5.0%を含む。

確認試験

(1) 本品 0.5 g にメタノール 20 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、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 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (70:30:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、 R_f 値 0.4 付近に黄色のスポットを認める。

(2) 本品 0.2 g にメタノール/酢酸 (100) 混液 (99:1) 25 mL を加えて 20 分間振り混ぜ、遠心分離する。上澄液につき、成分含量測定法を準用して試験を行い、クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積を測定するとき、クルクミンのピーク面積はデメトキシクルクミンのピーク面積より大きく、ビスデメトキシクルクミンのピーク面積の 0.69 倍より大きい。

同条エキス含量の項の次に次の一項を加える。

成分含量測定法 本品約 0.2 g を精密に量り、メタノール/酢酸 (100) 混液 (99:1) 25 mL を加えて 20 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、メタノール/酢酸 (100) 混液 (99:1) 25 mL を加えて同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用クルクミン約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料溶液のクルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積 A_{TC} 、 A_{TD} 及び A_{TB} 並びに標準溶液のクルクミンのピーク面積 A_S を測定する。

総クルクミノイド (クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン) の量 (mg)

$$= W_s \times \{(A_{TC} + A_{TD} + A_{TB} \times 0.69) / A_S\} \times (1/5)$$

W_s : 成分含量測定用クルクミンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 245 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (56:43:1)

流量: 毎分 1.0 mL (クルクミンの保持時間約 11 分)

システム適合性

システムの性能: 成分含量測定用クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 5 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ビスデメトキシクルクミン、デメトキシクルクミン、クルクミンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クルクミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

医薬品各条の部 オウギの条生葉の性状の項の次に次の一項を加える。

オウギ

確認試験 本品の粉末 1 g を共栓遠心沈殿管に入れ、水酸化カリウム試液 5 mL 及びアセトニトリル 5 mL を加え、密栓して 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アストラガロシド IV 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし、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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (20:5:4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 °C で 5 分間加熱した後、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

医薬品各条の部 オウセイの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

オウセイ

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ガジュツの条の次に次の一条を加える。

カッコウ

Pogostemon Herb

POGOSTEMONI HERBA

藿香 広藿香

本品は *Pogostemon cablin* Benthams (*Labiatae*) の地上部である。

生葉の性状 本品は茎及びこれに対生した葉からなる。葉はしわがよって縮み、水に浸してしわを伸ばすと、卵形～卵状長だ円形を呈し、長さ 2.5 ~ 10 cm, 幅 2.5 ~ 7 cm, 辺縁に鈍きよ歯があり、基部は広いくさび形で葉柄を付ける。葉の上面は暗褐色、下面は灰褐色を呈し、両面に密に毛がある。茎は方柱形、中実で、表面は灰緑色を呈し、灰白色～黄白色の毛があり、髄は大きく、類白色で海綿状を呈する。ルーベ視するとき、毛、腺毛及び腺りんを認める。

本品は特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品の葉柄の横切片を鏡検 (5.01) するとき、向軸面中央は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部の維管束は 2 群に分かれる。葉身主脈部の横切片を鏡検 (5.01) するとき、主脈の向軸面は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部には扇状に配列した維管束がある。茎の横切片を鏡検 (5.01) するとき、表皮の内側に数細胞層の厚角組織が認められる。ときに表皮下にコルク層が発達することがある。皮層の内側には並立維管束が環状に配列し、師部の外側に師部繊維群が認められる。皮層の柔細胞中に油滴が、髄の柔細胞中にシユウ酸カルシウムの針晶、単晶又は柱状晶が認められる。

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 5 mL を加え、3

分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液につき、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 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で加熱するとき、 R_f 値 0.4 付近に赤色のスポットを認める。

乾燥減量〈5.01〉 15.0 % 以下 (6 時間)。

灰分〈5.01〉 13.0 % 以下。

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0 % 以下。

精油含量〈5.01〉 本品の粉末 50.0 g をとり、試験を行うとき、その量は 0.3 mL 以上である。ただし、あらかじめプラスチック内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え、試験を行う。

医薬品各条の部 葛根湯エキスの条基原の項を次のように改める。

葛根湯エキス

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、総アルカロイド〔エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO$: 165.23) 及びプソイドエフェドリン ($C_{10}H_{15}NO$: 165.23)] 9 ~ 27 mg (マオウ 3 g の処方)、12 ~ 36 mg (マオウ 4 g の処方)、ペオニフロリン ($C_{23}H_{25}O_{11}$: 480.46) 14 ~ 56 mg (シャクヤク 2 g の処方)、21 ~ 84 mg (シャクヤク 3 g の処方) 及びグリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 19 ~ 57 mg を含む。

医薬品各条の部 カノコソウの条純度試験の項を次のように改める。

カノコソウ

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 カノコソウ末の条純度試験の項を次のように改める。

カノコソウ末

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり、第 4 法により検

液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 キョウニンの条基原の項を次のように改める。

キョウニン

本品はホンアンズ *Prunus armeniaca* Linné 又はアンズ *Prunus armeniaca* Linné var. *ansu* Maximowicz (*Rosaceae*) の種子である。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、アミグダリン 2.0% 以上を含む。

同条純度試験の項の次に次の二項を加える。

乾燥減量〈5.01〉 7.0 % 以下。

成分含量測定法 本品をすりつぶし、その約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (9 \rightarrow 10) 40 mL を加え、直ちに還流冷却器を付けて水浴上で、30 分間加熱し、冷後、ろ過し、薄めたメタノール (9 \rightarrow 10) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とした後、ろ過し、試料溶液とする。別に成分含量測定用アミグダリンをデシケーター (シリカゲル) で 24 時間以上乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のアミグダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アミグダリンの量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S : 成分含量測定用アミグダリンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (5:1)

流量: 毎分 0.8 mL (アミグダリンの保持時間約 12 分)

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

医薬品各条の部 ゴシツの条の次に次の一条を加える。

牛車腎気丸エキス

Goshajinkigan Extract

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、ロガニン 4 ~ 16 mg, ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$: 480.46) 6 ~ 18 mg 及び総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として、又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.2 mg 以上 (プシ末 1 の処方)、総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (プシ末 2 の処方) を含む。

製法 「ジオウ」5 g, 「サンシュユ」3 g, 「サンヤク」3 g, 「タクシャ」3 g, 「ブクリョウ」3 g, 「ボタンビ」3 g, 「ケイヒ」1 g, 「プシ末」のプシ末1 又は「プシ末」のプシ末2 1 g, 「ゴシツ」3 g 及び「シャゼンシ」3 g の生薬をとり、エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする。

性状 本品は褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで、わずかににおいがあり、味は酸味がある。

確認試験

(1) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは 3.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、メタノール 30 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液につき、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 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/メタノール/1-ブタノール混液 (1:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱した後、放冷するとき、 R_f 値 0.6 付近に暗緑色のスポットを認める (ジオウ)。

(2) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ロガニン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 10 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 2 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (サンシュユ)。

(3) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アリソール A 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層ク

ロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (10:10:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱した後、放冷するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (タクシャ)。

(4) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジエチルエーテル混液 (5:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ボタンビ)。

(5) 次の (i) 又は (ii) により試験を行う (ケイヒ)。

(i) 乾燥エキス 10 g (軟エキスは 30 g) を 300 mL の硬質ガラスフラスコに入れ、水 100 mL 及びシリコン樹脂 1 mL を加えた後、精油定量器を装着し、定量器の上端に還流冷却器を付け、加熱し、沸騰させる。定量器の目盛り管には、あらかじめ水を基準線まで入れ、更にヘキサン 2 mL を加える。1 時間加熱還流した後、ヘキサン層 1 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 (E)-シンナムアルデヒド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 50 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジエチルエーテル/メタノール混液 (15:5:1) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

(ii) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ヘキサン 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 (E)-2-メトキシシンナムアルデヒド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のス

ポットは、標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。

(6) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にアセトニトリル 1 mL を加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ブシ末)。

(7) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用シャゼンシの粉末 0.3 g をとり、メタノール 1 mL を加え、水浴上で 3 分間加温する。冷後、遠心分離し、上澄液を標準溶液とする。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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (10:10:3:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得たこい青のスポット (R_f 値 0.3 付近) と色調及び R_f 値が等しい (シャゼンシ)。

(8) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ゴシツ 2 g をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を標準溶液とする。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 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水混液 (4:4:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た暗い赤のスポット (R_f 値 0.4 付近) と色調及び R_f 値が等しい (ゴシツ)。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは乾燥物として 1.0 g に対応する量) をとり、エキス剤 (4) により検液を調製し、試験を行う (30 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 乾燥エキス 0.67 g (軟エキスは乾燥物

として 0.67 g に対応する量) をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (3 ppm 以下)。

(3) ブシジエステルアルカロイド (アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチン) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは乾燥物として 1.0 g に対応する量) を正確に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜる。これを遠心分離し、上層を除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を除く。水層にアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層はアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) 10 mL を正確に加えて溶かし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 1 mL を正確に量り、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μ L 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) により試験を行うとき、試料溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さは、それぞれ標準溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：アコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンは 231 nm、ジェサコニチンは 254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183:17)

流量：毎分 1.0 mL (メサコニチンの保持時間約 31 分)

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μ L につき、検出器の測定波長を 254 nm とし、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、検出器の測定波長を 231 nm とし、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

乾燥減量 (2.41) 乾燥エキス 9.0 % 以下 (1 g, 105°C, 5 時間)。

軟エキス 66.7 % 以下 (1 g, 105°C, 5 時間)。

灰分 (5.01) 換算した乾燥物に対し、9.0 % 以下。

定量法

(1) ログニン 乾燥エキス約 0.5 g (軟エキスは乾燥物として約 0.5 g に対応する量) を精密に量り、薄めたメタノ

ール (1 → 2) 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用ロガニンをデシケーター (シリカゲル) で 24 時間以上乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かして正確に 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) により試験を行い、それぞれの液のロガニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ロガニンの量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/2)$$

W_S : 成分含量測定用ロガニンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 238 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 50 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/メタノール混液 (55:4:1)

流量: 毎分 1.2 mL (ロガニンの保持時間約 25 分)

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ロガニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

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、ロガニンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(2) ペオニフロリン 乾燥エキス約 0.5 g (軟エキスは乾燥物として約 0.5 g に対応する量) を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にペオニフロリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かして正確に 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) により試験を行い、それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$) の量 (mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/2)$$

W_S : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 232 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 20 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液 (850:150:1)

流量: 毎分 1.0 mL (ペオニフロリンの保持時間約 9

分)

システム適合性

システムの性能: ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール (1 → 2) に溶かして 10 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アルビフロリン、ペオニフロリンの順に溶出し、その分離度は 2.5 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、ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(3) 総アルカロイド 乾燥エキス約 1 g (軟エキスは乾燥物として約 1 g に対応する量) を精密に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を取り除く。水層にアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層は、アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を除去した後、残留物にプシロリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 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) により試験を行い、それぞれの液のベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒバコニン、14-アニソイルアコニンの各ピーク面積、 A_{TM} 及び A_{SM} 、 A_{TH} 及び A_{SH} 、 A_{TA} 及び A_{SA} を測定する。

ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量 (mg)

$$= C_{SM} \times (A_{TM} / A_{SM}) \times 10$$

ベンゾイルヒバコニン塩酸塩の量 (mg)

$$= C_{SH} \times (A_{TH} / A_{SH}) \times 10$$

14-アニソイルアコニン塩酸塩の量 (mg)

$$= C_{SA} \times (A_{TA} / A_{SA}) \times 10$$

C_{SM} : 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SH} : 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒバコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SA} : 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニンの濃度 (mg/mL)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: ベンゾイルヒバコニン及びベンゾイルメサコニンは 231 nm, 14-アニソイルアコニンは 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（183：17）

流量：毎分 1.0 mL（ベンゾイルメサコニンの保持時間約 15 分）

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5 % 以下である。

貯 法 容 器 気密容器。

医薬品各条の部 コロンボの条純度試験の項を次のように改める。

コロンボ

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(2) ヒ素〈1.11〉本品の粉末 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。

医薬品各条の部 コロンボ末の条純度試験の項を次のように改める。

コロンボ末

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(2) ヒ素〈1.11〉本品 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。

医薬品各条の部 サイコの条確認試験の項（2）の目を次のように改める。

サイコ

確認試験

(2) 本品の粉末 1.0 g にメタノール 10 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィ

ー用サイコサポニン a 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た灰褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しく、その上側に近接した黄赤色のスポットを認める。

医薬品各条の部 サンシュユの条基原の項を次のように改める。

サンシュユ

本品はサンシュユ *Cornus officinalis* Siebold et Zuccarini (*Cornaceae*) の偽果の果肉である。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、ロガニン 0.4 % 以上を含む。

同条エキス含量の項の次に次の一項を加える。

成分含量測定法 本品（別途乾燥減量〈5.01〉を測定しておく）を細切以下にし、その約 1 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、薄めたメタノール（1 \rightarrow 2）30 mL を加えて 20 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は薄めたメタノール（1 \rightarrow 2）30 mL を加えて、更に 2 回、同様に操作する。全抽出液を合わせ、薄めたメタノール（1 \rightarrow 2）を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用ロガニンをデシケーター（シリカゲル）中で 24 時間乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール（1 \rightarrow 2）に溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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〉により試験を行い、それぞれの液のロガニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ロガニンの量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S)$

W_s ：成分含量測定用ロガニンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液（55：4：1）

流量：ロガニンの保持時間が約 25 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ログニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ログニンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

医薬品各条の部 サンショウの条灰分の項を次のように改める。

サンショウ

灰分〈5.01〉 8.0 % 以下。

医薬品各条の部 サンショウ末の条灰分の項を次のように改める。

サンショウ末

灰分〈5.01〉 8.0 % 以下。

医薬品各条の部 シゴカの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

シゴカ

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 シコンの条純度試験の項を次のように改める。

シコン

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ショウズクの条日本名別名の項を次のように改める。

ショウズク

小豆蔻

小豆蔻

医薬品各条の部 シンイの条の次に次の一条を加える。

真武湯エキス

Shimbuto Extract

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、ペオニフロリン ($C_{20}H_{26}O_{11}$: 480.46) 26 ~ 78 mg, [6]-ギンゲロール 0.5 ~ 2.0 mg (ショウキョウ 0.8 g の処方), 0.6 ~ 2.4 mg (ショウキョウ 1 g の処方), 0.9 ~ 3.6 mg (ショウキョウ 1.5 g の処方) 及び総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として) 0.7 mg 以上 (ブシ 1, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として, 又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒバコニン塩酸塩として) 0.2 mg 以上 (ブシ末 1, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒバコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (ブシ末 2, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として, 又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒバコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (ブシ末 1, 0.5 g の処方) を含む。

製法 「ブクリョウ」5 g, 「シャクヤク」3 g, 「ビャクジュツ」3 g, 「ショウキョウ」1 g 及び「ブシ」のブシ1 1 g, 又は「ブクリョウ」5 g, 「シャクヤク」3 g, 「ソウジュツ」3 g, 「ショウキョウ」1 g 及び「ブシ末」のブシ末1 1 g, 又は「ブクリョウ」5 g, 「シャクヤク」3 g, 「ビャクジュツ」3 g, 「ショウキョウ」0.8 g 及び「ブシ末」のブシ末2 1 g, 又は「ブクリョウ」4 g, 「シャクヤク」3 g, 「ソウジュツ」3 g, 「ショウキョウ」1.5 g 及び「ブシ末」のブシ末1 0.5 g の生薬をとり、エキス剤の製法により乾燥エキスとする。

性状 本品は淡黄褐色～褐色の粉末で、特異なおいがあり、味は辛く、苦い。

確認試験

(1) 本品 2.0 g をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にペオニフロリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液 (20:3:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、

105℃で5分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(シヤクヤク)。

(2) (ビヤクジュツ配合処方) 本品1.0gをとり、水10mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ1mgをメタノール2mLに溶かし、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5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱した後、紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい(ビヤクジュツ)。

(3) (ソウジュツ配合処方) 本品2.0gをとり、水10mLを加えて振り混ぜた後、ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる。ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後、ろ過する。減圧でろ液の溶媒を留去した後、残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とする。この液につき、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20μL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。次にヘキサン/アセトン混液(7:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、 R_f 値0.4付近に暗紫色のスポットを認める。また、このスポットは、噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱した後、放冷するとき、帯緑褐色を呈する(ソウジュツ)。

(4) 本品1.0gをとり、水10mLを加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし、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10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105℃で5分間加熱した後、放冷するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ショウキョウ)。

(5) 本品3.0gをとり、ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え、10分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にアセトニトリル1mLを加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン1mg

をエタノール(99.5)10mLに溶かし、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20μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ブシ又はブシ末)。

純度試験

- (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、エキス剤(4)により検液を調製し、試験を行う(30ppm以下)。
- (2) ヒ素(1.11) 本品0.67gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(3ppm以下)。
- (3) ブシジエステルアルカロイド(アコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチン) 本品1.0gを正確に量り、ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後、0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜる。これを遠心分離し、上層を除いた後、ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し、上層を除く。水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層はアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて、更にこの操作を2回行う。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(1:1)10mLを正確に加えて溶かし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1mLを正確に量り、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液40μL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)により試験を行うとき、試料溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さは、それぞれ標準溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：アコニチン、ヒパコニチン及びメサコニチンは231nm、ジェサコニチンは254nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm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てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液(183:17)

流量：毎分1.0mL(メサコニチンの保持時間約31分)

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLにつき、検出器の測定波長を254nmとし、上記の条件で操作するとき、メサコニ

チン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、検出器の測定波長を 231 nm とし、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5% 以下である。

乾燥減量〈2.41〉 7.0% 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

灰分〈5.01〉 10.0% 以下。

定量法

(1) ペオニフロリン 本品約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にペオニフロリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) に溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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〉により試験を行い、それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$$

W_s : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：232 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：20 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液 (850 : 150 : 1)

流量：毎分 1.0 mL (ペオニフロリンの保持時間約 9 分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルピフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) に溶かして 10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アルピフロリン、ペオニフロリンの順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(2) [6]-ギンゲロール 本品約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (7 \rightarrow 10) 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用 [6]-ギンゲロール約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の [6]-ギンゲロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

[6]-ギンゲロールの量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_s : 成分含量測定用 [6]-ギンゲロールの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：282 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液 (620 : 380 : 1)

流量：毎分 1.0 mL ([6]-ギンゲロールの保持時間約 15 分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、[6]-ギンゲロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、[6]-ギンゲロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(3) 総アルカロイド 本品約 1 g を精密に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を取り除く。水層にアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層は、アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物をブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 10 mL とし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの各ピーク面積、 A_{TM} 及び A_{SM} 、 A_{TH} 及び A_{SH} 、 A_{TA} 及び A_{SA} を測定する。

ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量 (mg)

$$= C_{SM} \times (A_{TM} / A_{SM}) \times 10$$

ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量 (mg)

$$= C_{SH} \times (A_{TH} / A_{SH}) \times 10$$

14-アニソイルアコニン塩酸塩の量 (mg)

$$= C_{SA} \times (A_{TA} / A_{SA}) \times 10$$

C_{SM} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SH} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SA} : 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニンの濃度 (mg/mL)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは 231 nm, 14-アニソイルアコニンは 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183:17)

流量: 毎分 1.0 mL (ベンゾイルメサコニンの保持時間約 15 分)

システム適合性

システムの性能: 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 5000 段以上, 1.5 以下である。

システムの再現性: 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ベンゾイルメサコニン, ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 セネガの条純度試験の項を次のように改める。

セネガ

純度試験

- (1) 茎 本品は茎 2.0 % 以上を含まない。
- (2) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.40 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下)。

(4) 異物 (5.01) 本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない。

医薬品各条の部 セネガ末の条純度試験の項を次のように改める。

セネガ末

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 0.40 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下)。

(3) 異物 本品を鏡検 (5.01) するとき, 石細胞, でんぷん粒又はシュウ酸カルシウムの結晶を認めない。

医薬品各条の部 センコツの条純度試験の項を次のように改める。

センコツ

純度試験

(1) 葉柄 本品は葉柄 3.0 % 以上を含まない。

(2) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり, 第 3 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (5 ppm 以下)。

(4) 異物 (5.01) 本品は葉柄以外の異物 1.0 % 以上を含まない。

医薬品各条の部 ソヨウの条精油含量の項を削り、基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

ソヨウ

本品はシソ *Perilla frutescens* Britton var. *acuta* Kudo 又はチリメンジソ *Perilla frutescens* Britton var. *crispa* Decaisne (*Labiatae*) の葉及び枝先である。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し, ペリラルデヒド 0.08 % 以上を含む。

確認試験 本品の粉末 0.6 g にジエチルエーテル 10 mL を加え, 15 分間振り混ぜた後, ろ過し, ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ペリラルデヒド 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし, 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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。

次にヘキサン/酢酸エチル混液 (3:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105℃ で 2 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

同条酸不溶性灰分の項の次に次の一項を加える。

成分含量測定法 新たに調製した本品の粉末約 0.2 g を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、メタノール 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更にメタノール 20 mL を加え、同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用ベリルアルデヒド約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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) により試験を行い、それぞれの液のベリルアルデヒドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ベリルアルデヒドの量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_s : 成分含量測定用ベリルアルデヒドの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (13:7)

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：(E)-アサロン 1 mg を標準溶液に溶かして 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベリルアルデヒド、(E)-アサロンの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベリルアルデヒドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

医薬品各条の部 大黃甘草湯エキスの条基原の項を次のように改める。

大黃甘草湯エキス

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、センノシド A ($C_{42}H_{38}O_{20}$: 862.74) 3.5 mg 以上及びグリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 9 ~ 27 mg (カンゾウ 1 g の処方)、18 ~ 54 mg (カンゾウ 2 g の処方) を含む。

医薬品各条の部 トウニンの条基原の項を次のように改める。

トウニン

本品はモモ *Prunus persica* Batsch 又は *Prunus persica* Batsch var. *dauriana* Maximowicz (*Rosaceae*) の種子である。

本品は換算した生葉の乾燥物に対し、アミグダリン 1.2 % 以上を含む。

同条純度試験の項の次に次の二項を加える。

乾燥減量 (5.01) 8.0% 以下。

成分含量測定法 本品をすりつぶし、その約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (9 → 10) 40 mL を加え、直ちに還流冷却器を付けて水浴上で、30 分間加熱し、冷後、ろ過し、薄めたメタノール (9 → 10) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とした後、ろ過し、試料溶液とする。別に成分含量測定用アミグダリンをデシケーター (シリカゲル) で 24 時間以上乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のアミグダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アミグダリンの量 (mg) = $W_s \times (A_T / A_S) \times 2$

W_s : 成分含量測定用アミグダリンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度：45℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (5:1)

流量：毎分 0.8 mL (アミグダリンの保持時間約 12 分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

医薬品各条の部 トウニン末の条基原の項を次のように改める。

トウニン末

本品は「トウニン」を粉末としたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、アミグダリン 1.2 % 以上を含む。

同条酸不溶性灰分の項の次に次の一項を加える。

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (9 → 10) 40 mL を加え、直ちに還流冷却器を付けて水浴上で、30 分間加熱し、冷後、ろ過し、薄めたメタノール (9 → 10) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とした後、ろ過し、試料溶液とする。別に成分含量測定用アミグダリンをデシケーター (シリカゲル) で 24 時間以上乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のアミグダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{アミグダリンの量 (mg)} = W_s \times (A_T / A_S) \times 2$$

W_s : 成分含量測定用アミグダリンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 45°C 付近の一定温度

移動相: 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (5:1)

流量: 毎分 0.8 mL (アミグダリンの保持時間約 12 分)

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

医薬品各条の部 ニガキ末の条の次に次の一条を加える。

ニクズク

Nutmeg

MYRISTICAE SEMEN

肉豆蔻

肉豆蔻

本品はニクズク *Myristica fragrans* Houttuyn (*Myristi-*

caceae) の種子で、通例、種皮を除いたものである。

生薬の性状 本品は卵球形～長球形で、長さ 1.5 ~ 3.0 cm, 径 1.3 ~ 2.0 cm である。外面は灰褐色を呈し、縦に走る広くて浅いみぞと網目よりの細かいしわがある。通例、一端には灰白色～灰黄色のわずかに突出したへそがあり、他端には灰褐色～暗褐色のわずかにくぼんだ合点がある。切面は暗褐色の薄い外胚乳が淡黄白色～淡褐色の内胚乳に不規則に入り込んで、大理石のような模様を呈する。

本品は特異な強いにおいがあり、味は辛くてわずかに苦い。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、外胚乳は外層と内層からなり、外層は暗赤褐色の内容物を含む柔組織からなる。内層は赤褐色の内容物を含む柔組織からなり、大型の油細胞が多数認められるほか、ところどころに維管束が認められる。内胚乳の柔細胞中に単粒又は複粒のでんぷん粒及びアリューロン粒が認められる。

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ミスチシン 2 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし、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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。乾燥減量〈5.01〉 16.0 % 以下 (6 時間)。

灰分〈5.01〉 2.5 % 以下。

精油含量〈5.01〉 本品の粉末 10.0 g をとり、試験を行うとき、その量は 0.5 mL 以上である。

医薬品各条の部 バクモンドウの条の次に次の一条を加える。

八味地黄丸エキス

Hachimijiogan Extract

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、ロガニン 4 ~ 16 mg, ペオニフロリン ($C_{20}H_{28}O_{11}$: 480.46) 6 ~ 18 mg (ボタンピ 3 g の処方), 5 ~ 15 mg (ボタンピ 2.5 g の処方) 及び総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として) 0.7 mg 以上 (プシ 1, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として), 又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒバコニン塩酸塩として) 0.2 mg 以上 (プシ末 1, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒバコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (プシ末 2, 1 g の処方), 総アルカロイド (ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び 14-アニソイルアコニン塩酸塩として), 又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒバコニン塩酸塩として) 0.1 mg 以上 (プシ末 1, 0.5 g の処方) を含む。

製法 「ジオウ」5 g, 「サンシュユ」3 g, 「サンヤク」3 g, 「タクシャ」3 g, 「ブクリョウ」3 g, 「ボタンピ」3 g, 「ケイヒ」1 g 及び「ブシ」のブシ1, 「ブシ末」のブシ末1 又は「ブシ末」のブシ末2 1 g, 又は「ジオウ」6 g, 「サンシュユ」3 g, 「サンヤク」3 g, 「タクシャ」3 g, 「ブクリョウ」3 g, 「ボタンピ」2.5 g, 「ケイヒ」1 g 及び「ブシ末」のブシ末1.05 g の生薬をとり、エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする。

性状 本品は灰褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで、特異なにおいがあり、味はやや苦く、酸味がある。

確認試験

(1) 乾燥エキス 1.0 g (軟エキスは 3.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、メタノール 30 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液につき、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 5 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/メタノール/1-ブタノール混液 (1:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱した後、放冷するとき、 R_f 値 0.6 付近に暗緑色のスポットを認める (ジオウ)。

(2) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ロガニン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 10 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 2 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (サンシュユ)。

(3) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アリソール A 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (10:10:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱した後、放冷するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (タクシャ)。

(4) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別

に薄層クロマトグラフィー用ベオノール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジエチルエーテル混液 (5:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得ただいたい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい (ボタンピ)。

(5) 次の (i) 又は (ii) により試験を行う (ケイヒ)。

(i) 乾燥エキス 10 g (軟エキスは 30 g) を 300 mL の硬質ガラスフラスコに入れ、水 100 mL 及びシリコン樹脂 1 mL を加えた後、精油定量器を装着し、定量器の上端に還流冷却器を付け、加熱し、沸騰させる。定量器の目盛り管には、あらかじめ水を基準線まで入れ、更にヘキサン 2 mL を加える。1 時間加熱還流した後、ヘキサン層 1 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 (E)-シナムアルデヒド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 50 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジエチルエーテル/メタノール混液 (15:5:1) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た黄だいたい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

(ii) 乾燥エキス 2.0 g (軟エキスは 6.0 g) をとり、水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ヘキサン 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 (E)-2-メトキシシナムアルデヒド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。

(6) 乾燥エキス 3.0 g (軟エキスは 9.0 g) をとり、ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物にアセトニトリル 1 mL を加えて試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、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 20 μ L 及び標準溶液 10 μ L を薄層クロマトグ

ラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:2:1)を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい(ブシ又はブシ末)。

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉乾燥エキス1.0 g(軟エキスは乾燥物として1.0 g に対応する量)をとり、エキス剤(4)により検液を調製し、試験を行う(30 ppm 以下)。
- (2) ヒ素〈1.11〉乾燥エキス0.67 g(軟エキスは乾燥物として0.67 g に対応する量)をとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(3 ppm 以下)。
- (3) ブシジエステルアルカロイド(アコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチン)乾燥エキス1.0 g(軟エキスは乾燥物として1.0 g に対応する量)を正確に量り、ジエチルエーテル20 mLを加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液3.0 mLを加えて10分間振り混ぜる。これを遠心分離し、上層を除いた後、ジエチルエーテル20 mLを加えて同様に操作し、上層を除く。水層にアンモニア試液1.0 mL及びジエチルエーテル20 mLを加えて30分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層はアンモニア試液1.0 mL及びジエチルエーテル20 mLを用いて、更にこの操作を2回行う。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(1:1)10 mLを正確に加えて溶かし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1 mLを正確に量り、ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液40 μ L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〉により試験を行うとき、試料溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンのピーク高さは、それぞれ標準溶液のアコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：アコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンは231 nm、ジェサコニチンは254 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m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てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液(183:17)

流量：毎分1.0 mL(メサコニチンの保持時間約31分)

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20 μ Lにつき、検出器の測定波長を254 nmとし、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒバコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は1.5以上である。

システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、検出器の測定波長を231 nmとし、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は1.5%以下である。

乾燥減量〈2.41〉乾燥エキス8.5%以下(1 g、105 $^{\circ}$ C、5時間)。

軟エキス66.7%以下(1 g、105 $^{\circ}$ C、5時間)。

灰分〈5.01〉換算した乾燥物に対し、10.0%以下。

定量法

- (1) ログニン 乾燥エキス約0.5 g(軟エキスは乾燥物として約0.5 g に対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に成分含量測定用ログニンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し、その約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ L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〉により試験を行い、それぞれの液のログニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ログニンの量 (mg)} = W_S \times (A_T/A_S) \times (1/2)$$

W_S ：成分含量測定用ログニンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：238 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m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てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液(55:4:1)

流量：毎分1.2 mL(ログニンの保持時間約25分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ログニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。

システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ログニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

- (2) ペオニフロリン 乾燥エキス約0.5 g(軟エキスは乾燥物として約0.5 g に対応する量)を精密に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)50 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10 mgを精密に量り、薄めたメタノール(1 \rightarrow 2)に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ L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〉により試験を行い、それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (1/2)$

W_s : 脱水物に換算したペオニフロリン標準品の称取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 232 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 20 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/リン酸混液 (850 : 150 : 1)

流量: 毎分 1.0 mL (ペオニフロリンの保持時間約 9 分)

システム適合性

システムの性能: ペオニフロリン標準品及びアルピフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) に溶かして 10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アルピフロリン、ペオニフロリンの順に溶出し、その分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

(3) 総アルカロイド 乾燥エキス約 1 g (軟エキスは乾燥物として約 1 g に対応する量) を精密に量り、ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液 3.0 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上層を取り除いた後、ジエチルエーテル 20 mL を加えて同様に操作し、上層を取り除く。水層にアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。水層は、アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて、更にこの操作を 2 回行う。全上澄液を合わせ、減圧で溶媒を留去した後、残留物にプシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液及び成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの各ピーク面積、 A_{TM} 及び A_{SM} 、 A_{TH} 及び A_{SH} 、 A_{TA} 及び A_{SA} を測定する。

ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量 (mg)
 $= C_{SM} \times (A_{TM} / A_{SM}) \times 10$

ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量 (mg)
 $= C_{SH} \times (A_{TH} / A_{SH}) \times 10$

14-アニソイルアコニン塩酸塩の量 (mg)
 $= C_{SA} \times (A_{TA} / A_{SA}) \times 10$

C_{SM} : 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SH} : 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニンの濃度 (mg/mL)

C_{SA} : 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニンの濃度 (mg/mL)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは 231 nm, 14-アニソイルアコニンは 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: プシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183 : 17)

流量: 毎分 1.0 mL (ベンゾイルメサコニンの保持時間約 15 分)

システム適合性

システムの性能: 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 ボウフウの条生薬の性状の項の次に次の一項を加える。

ボウフウ

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 4'-O-グルコシル-5-O-メチルピサミノール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 5 μ L 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。次に酢酸エチル/メタノール/水混液（10：2：1）を展開溶媒として約 10 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、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

医薬品各条の部 ボウフウの条の次に次の一条を加える。

ボクソク

Quercus Bark

QUERCUS CORTEX

樺櫂

本品はクヌギ *Quercus acutissima* Carruthers, コナラ *Quercus serrata* Murray, ミズナラ *Quercus mongolica* Fischer ex Ledebour var. *crispula* Ohashi 又はアベマキ *Quercus variabilis* Blume (*Fagaceae*) の樹皮である。

生薬の性状 本品は板状又は半管状の皮片で、厚さ 5 ~ 15 mm, 外面は灰褐色～暗褐色を呈し、内面は褐色～淡褐色を呈する。外面は厚い周皮を付け、縦に粗い裂け目があり、内面には縦の隆起線がある。横切面は褐色～淡褐色を呈し、ところどころに石細胞群による白色の細点を認める。

本品にはおい及び味はほとんどない。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、コルク層にはコルク石細胞が散在し、二次皮層には繊維群がほぼ階段状に並び、大きな石細胞群が不規則に配列する。柔組織中にシュウ酸カルシウムの集晶が散在する。石細胞や繊維細胞に隣接してシュウ酸カルシウムの単晶を含む細胞が認められ、縦切片では結晶細胞列となる。

確認試験 本品の粉末 2 g に酢酸エチル 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、酢酸エチルを除く。残留物にアセトン 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液につき、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 10 μ L を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/水混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、 R_f 値 0.4 付近に異なる色の蛍光を発する連続した 2 個のスポットを認める。更に希硫酸を均等に噴霧し、105℃で加熱した後、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、これらスポットのうち 1 個のスポットは蛍光を発する。

乾燥減量〈5.01〉 11.0 % 以下（6 時間）。

灰分〈5.01〉 8.5 % 以下。

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下。

医薬品各条の部 補中益気湯エキス条の項を次のように改める。

補中益気湯エキス

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、ヘスペリジン 16 ~ 64 mg, サイコサポニン b_2 0.3 ~ 1.2 mg（サイコ 1 g の処方）、0.6 ~ 2.4 mg（サイコ 2 g の処方）及びグリチルリチン酸（ $C_{42}H_{62}O_{16}$ ：822.93）12 ~ 36 mg を含む。

医薬品各条の部 ユウタンの条確認試験の項を次のように改める。

ユウタン

確認試験 本品の粉末 0.1 g をとり、メタノール 5 mL を加え水浴中で 10 分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし、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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸（100）/トルエン/水混液（10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105℃で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

純度試験 他の動物胆 確認試験で得た試料溶液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム 10 mg 及び薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末 20 mg をそれぞれメタノール 5 mL に溶かし、標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする。これらの液につき、確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液（1）から得たグリココール酸のスポットに対応する位置にスポットを認めない。また、標準溶液（2）から得たブタ胆汁末の R_f 値 0.3 付近のスポットに対応する位置に灰褐色～黒色のスポットを認めない。

医薬品各条の部 ヨクイニン末の条の次に次の一条を加える。

リュウガンニク

Longan Aril

LONGAN ARILLUS

竜眼肉

本品はリュウガン *Euphoria longana* Lamarck (*Sapindaceae*) の仮種皮である。

生薬の性状 本品は偏圧されただ円体で、長さ 1 ~ 2 cm,

幅約 1 cm である。黄赤褐色～黒褐色を呈し、質は柔らかくて粘性である。本品を水に浸して放置するとき、鐘状を呈し、先端は数裂する。

本品は特異なおいがあり、味は甘い。

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき、仮種子の最外層は一層の表皮からなり、その内側には偏圧された柔細胞からなる柔組織があり、最内層はやや厚壁化した表皮からなる。柔組織中には、赤褐色～褐色の内容物及びシュウ酸カルシウムの単晶、不定形の結晶及び砂晶を含む。

確認試験 本品の粗切 1 g に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 3 mL にフェーリング試液 3 mL を加え、水浴中で加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

灰分〈5.01〉 5.0 % 以下。

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 75.0 % 以上。

医薬品各条の部 リュウコツの条確認試験の項(2)の目及び純度試験の項(1)重金属の目を次のように改める。

リュウコツ

確認試験

(2) (1) で得た混濁液は特異なおいを発する。この液をろ過し、アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)、(2)及び(3)を呈する。

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 2.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜた後、徐々に塩酸 6 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を水 50 mL に溶かし、ろ過する。ろ液 25 mL に希酢酸 2 mL、アンモニア試液 1 滴及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

なお、エキス剤又は浸剤・煎剤に用いる旨を表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする。

本品の粉末 20.0 g に水 80 mL を加えて、水浴中で時々振り混ぜながら、液量が約 40 mL になるまで加熱し、冷後、ろ過する。この液につき、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (0.5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ロートコンの条純度試験の項を次のように改める。

ロートコン

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 4.5 mL を加える (15 ppm 以下)。

(2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ロートエキス・パバベリン・アネスタミン散の条の次に次の一条を加える。

ローヤルゼリー

Royal Jelly

APILAC

本品はヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné 又はトウヨウミツバチ *Apis cerana* Fabricius (*Apidae*) の頭部にある分泌腺から分泌される粘稠性のある液又はそれを乾燥したものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸 4.0 ~ 8.0% を含む。

生薬の性状 本品は乳白色～淡黄色のやや粘稠な液又は粉末で、特異なおいがあり、取れん性の酸味がある。

確認試験 本品の乾燥物 0.2 g に対応する量を取り、水 5 mL、希塩酸 1 mL 及びジエチルエーテル 10 mL を加えて、15 分間振り混ぜ、遠心分離する。ジエチルエーテル層を分取し、減圧で溶媒を留去した後、残留物をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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 20 μ L 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 1-プロパノール/アンモニア水 (28) 混液 (7:3) を展開溶媒として約 10 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、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 本品の乾燥物 1.0 g に対応する量を取り、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) ヒ素〈1.11〉 本品の乾燥物 0.40 g に対応する量を取り、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量〈5.01〉 やや粘稠な液のもの 57.0 ~ 77.0 % (6 時間)、粉末のもの 7.0 ~ 13.0% (6 時間)。

灰分〈5.01〉 換算した乾燥物に対し、4.0 % 以下。

酸不溶性灰分〈5.01〉 換算した乾燥物に対し、0.5 % 以下。

成分含量測定法 本品の乾燥物 0.2 g に対応する量を精密に量り、メタノール 20 mL を加え、30 分間超音波処理して分散させた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水 25 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に成分含量測定用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水 25 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸のピーク

面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (3 / 4)$$

W_S : 成分含量測定用 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液 (1 → 5000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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てんする。

カラム温度: 50 °C 付近の一定温度

移動相: 水/液体クロマトグラフィー用メタノール/リン酸混液 (550 : 450 : 1)

流量: 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸の保持時間が約 10 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 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 6 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯 法

保存条件 10 °C 以下で保存する。

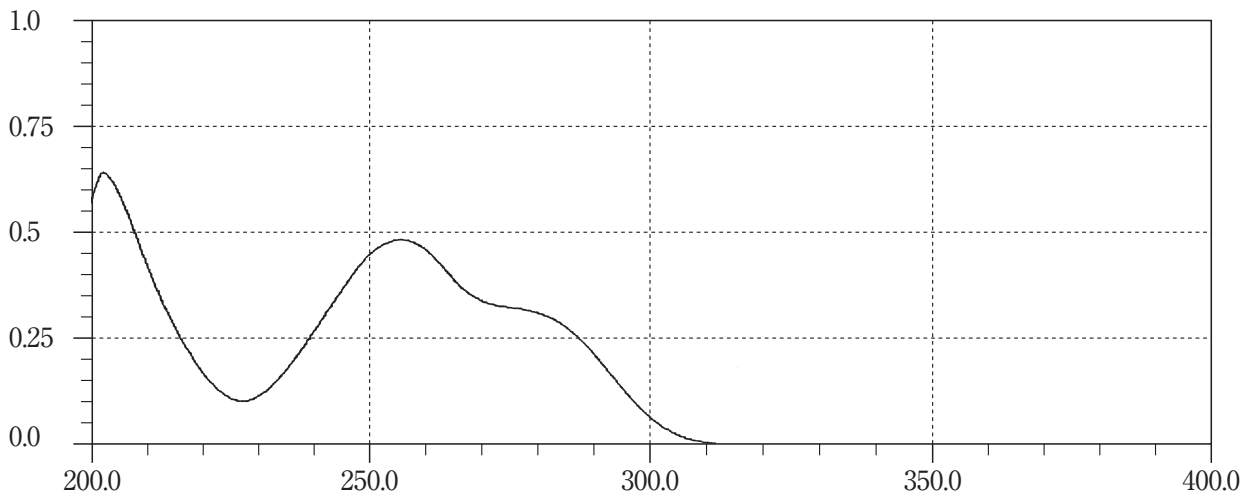
容 器 気密容器。

参照紫外可視吸収スペクトル

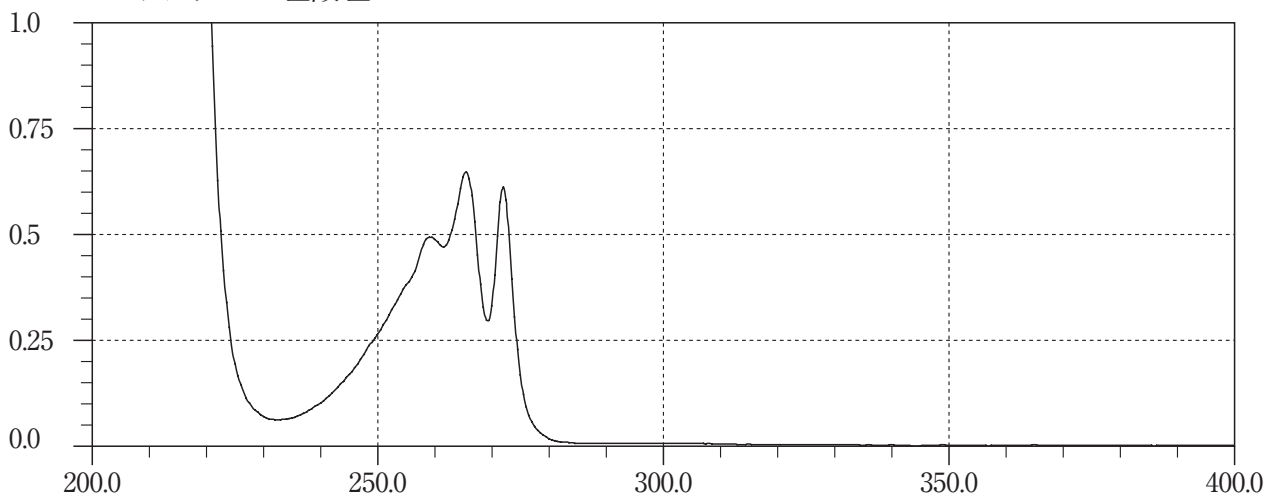
参照紫外可視吸収スペクトル 改正事項

参照紫外可視吸収スペクトルの部に次の四十一条を加える。

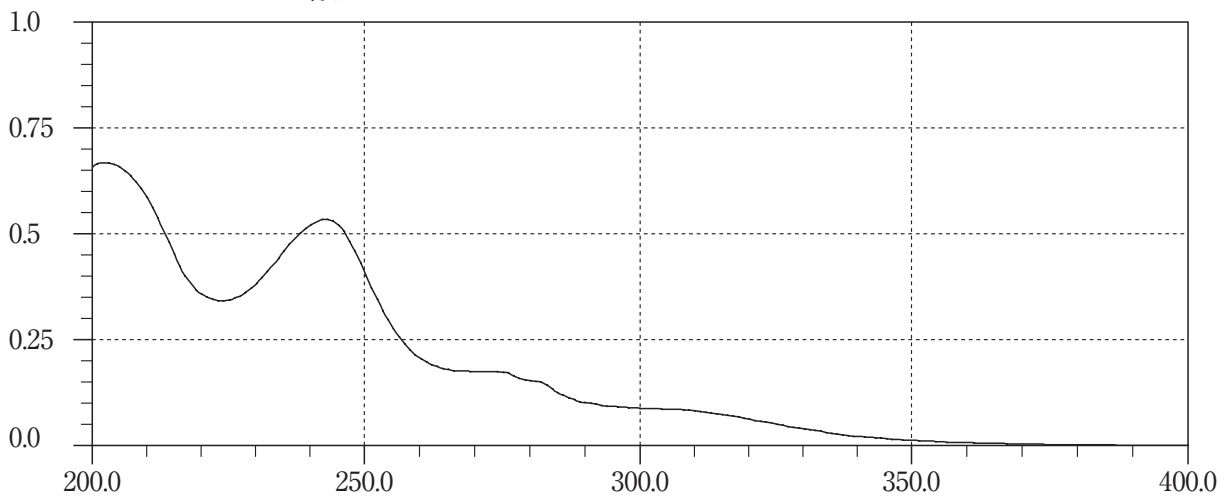
アシクロビル



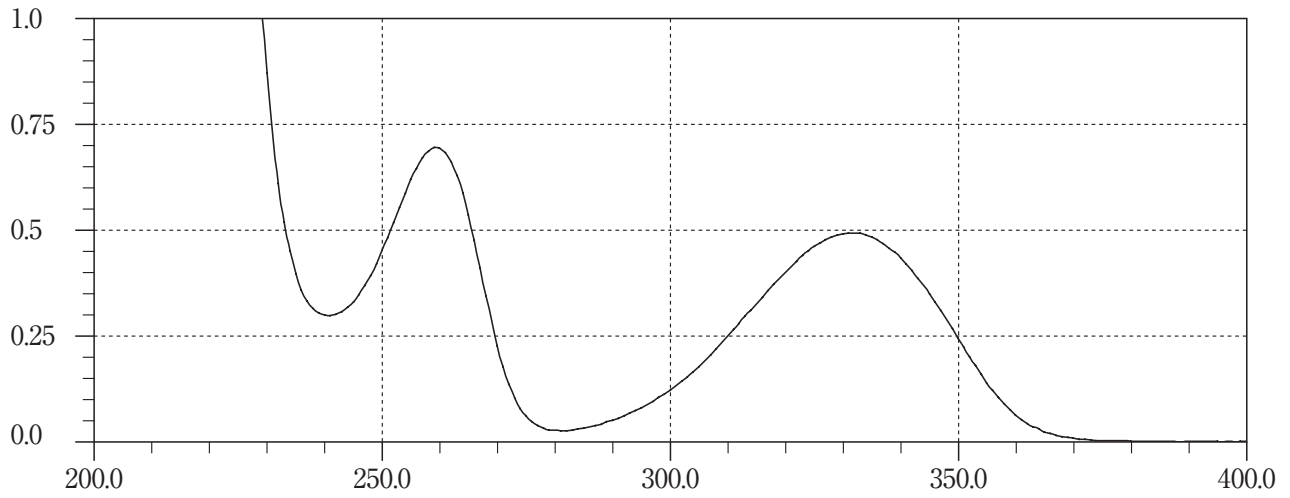
アプリンジン塩酸塩



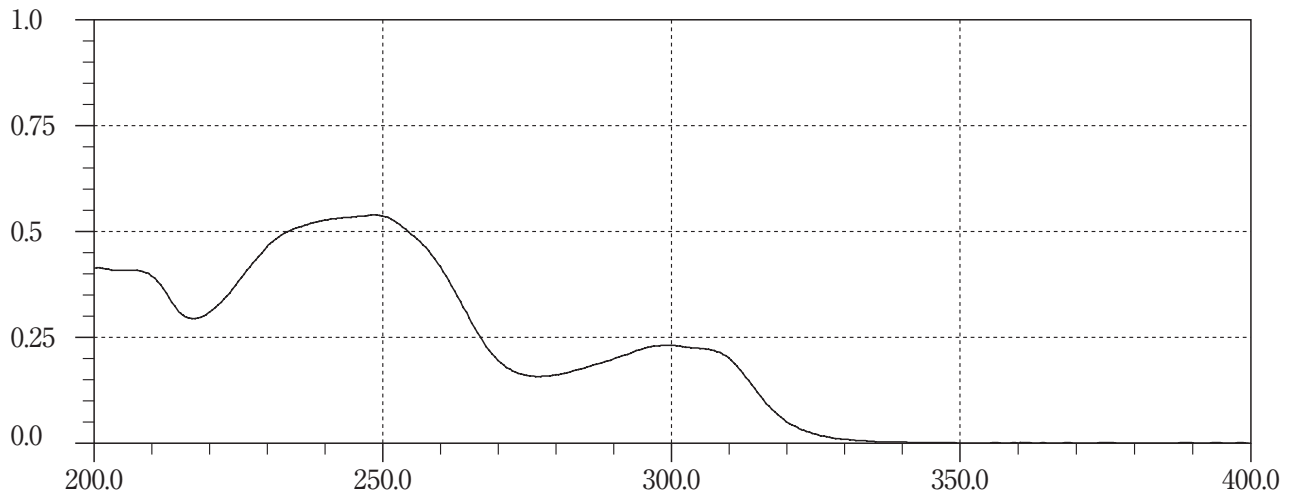
アミオダロン塩酸塩



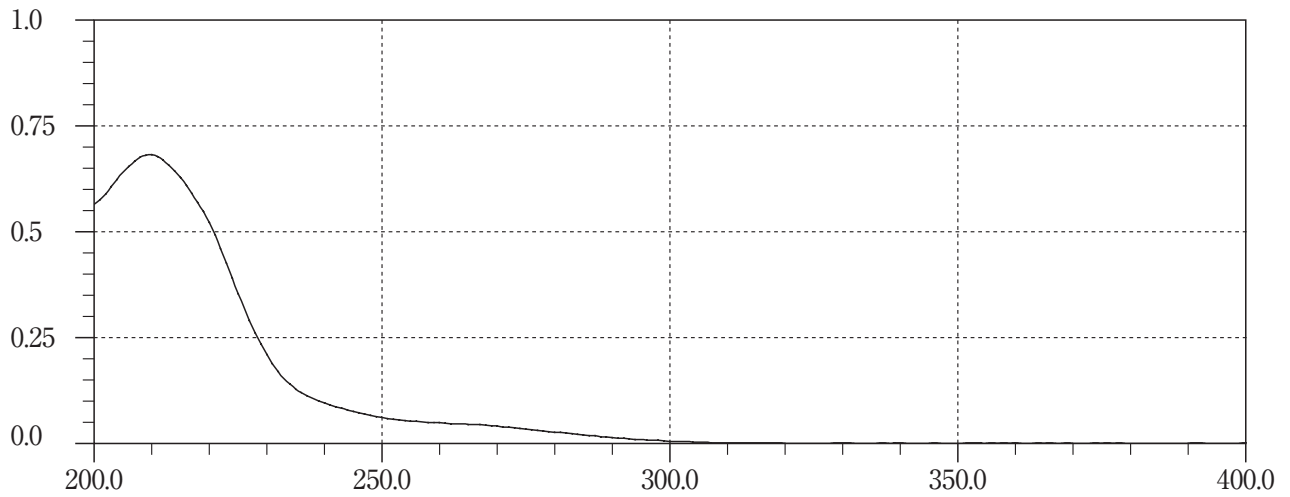
アルガトロバン水和物



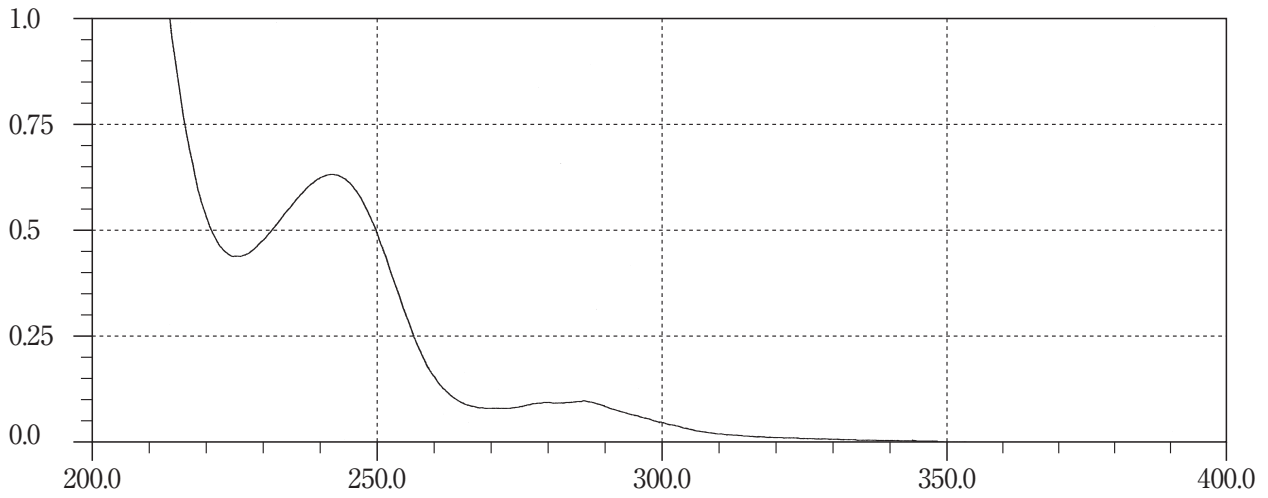
イプリフラボン



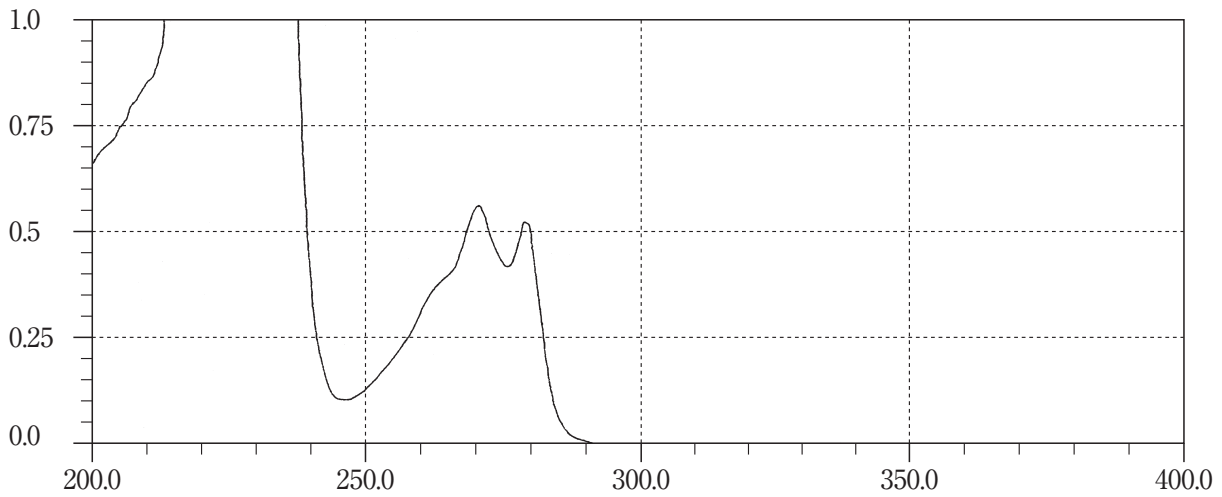
イルソグラジンマレイン酸塩



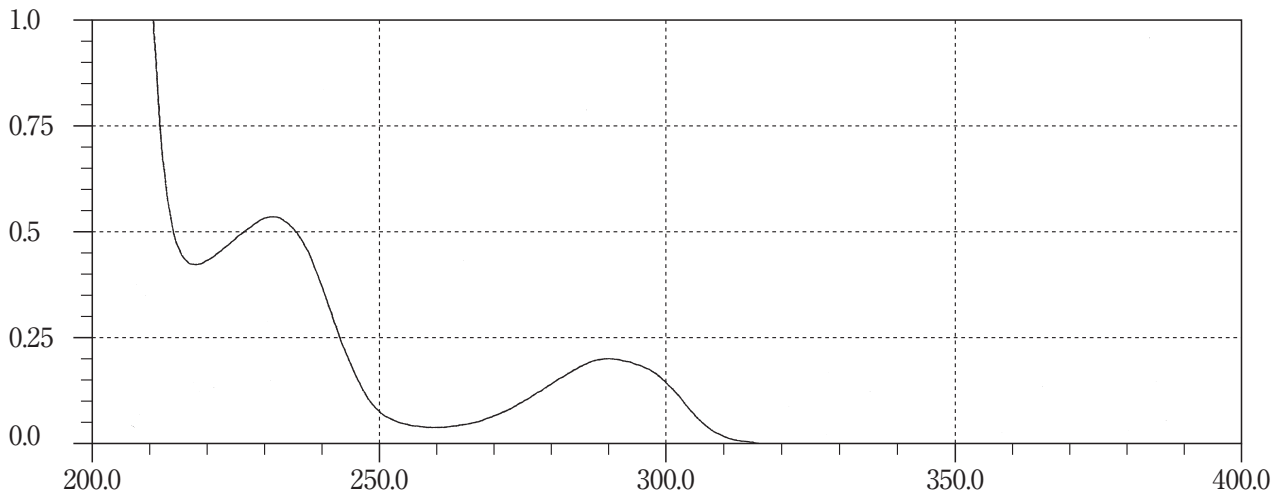
インダパミド



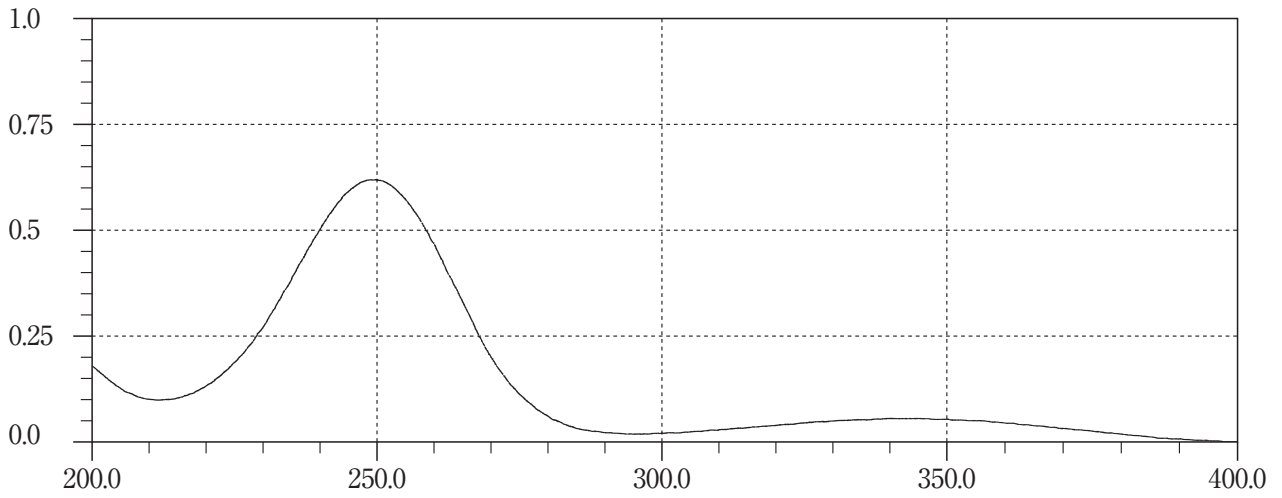
エカベトナリウム水和物



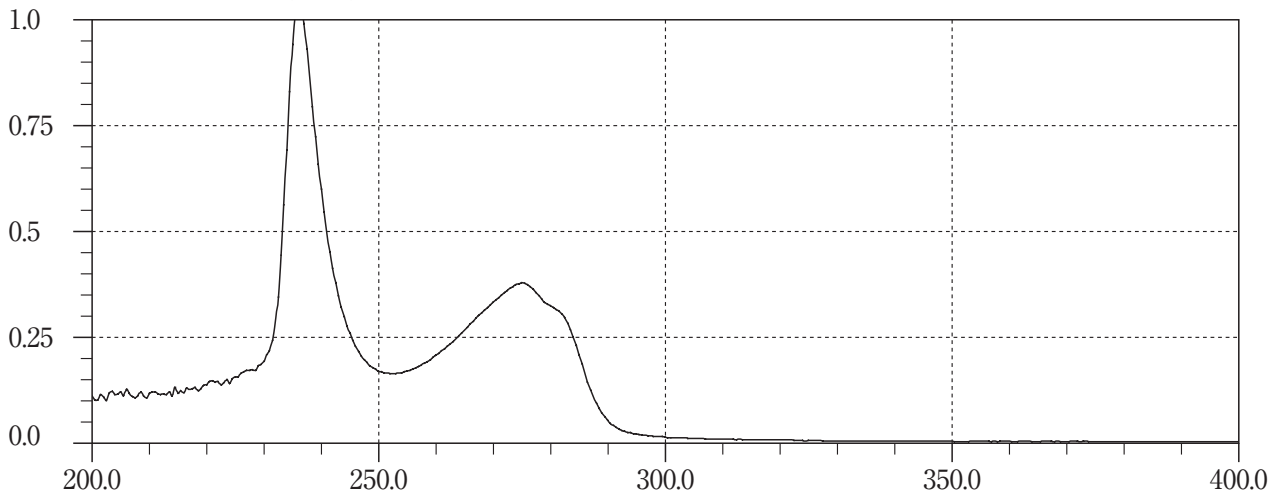
エテンザミド



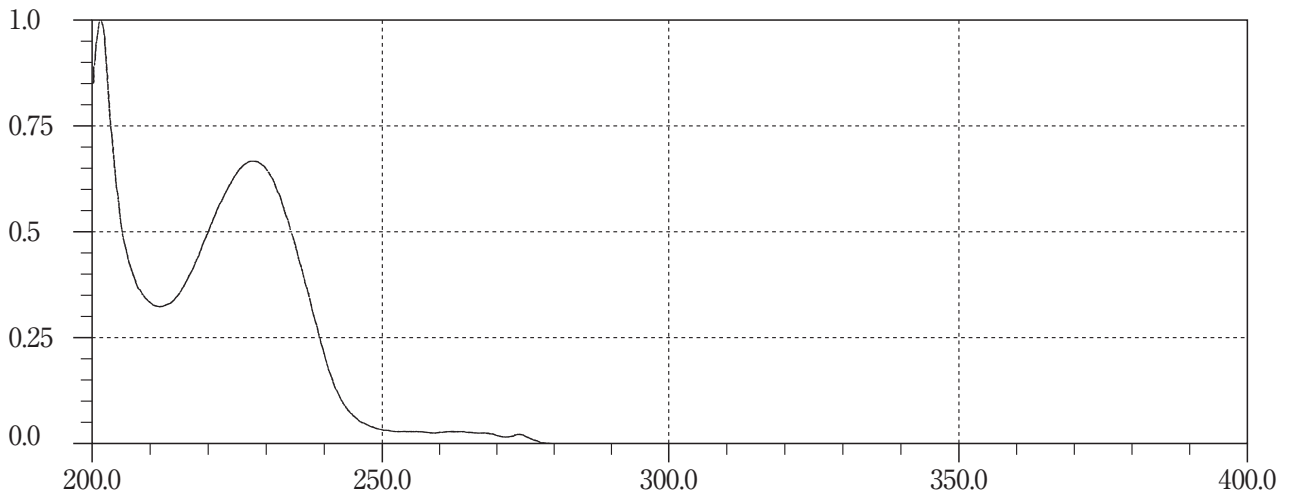
カドララジン



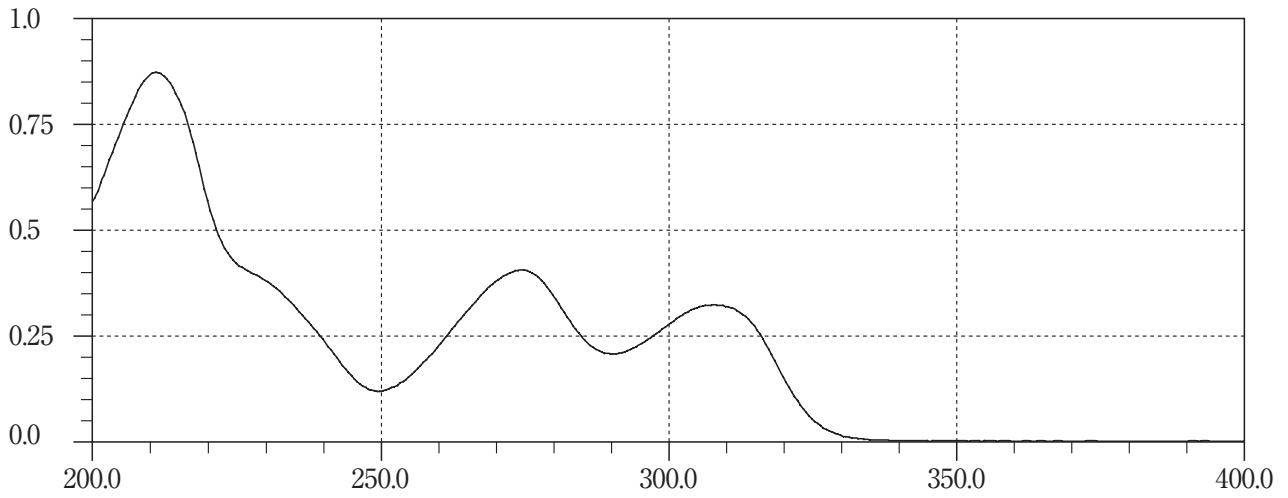
カルシトニン(サケ)



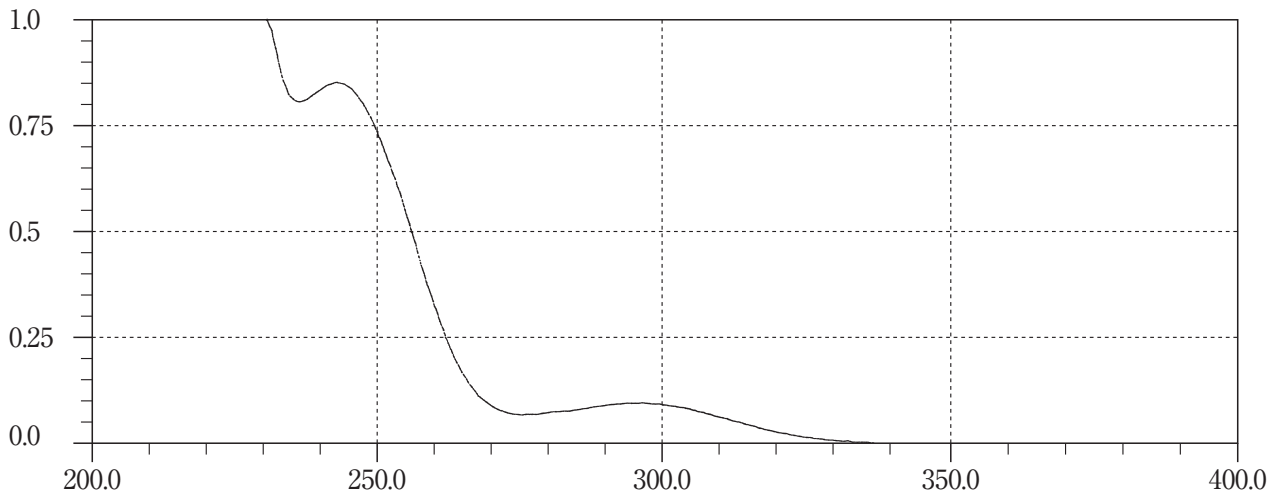
グリクラジド



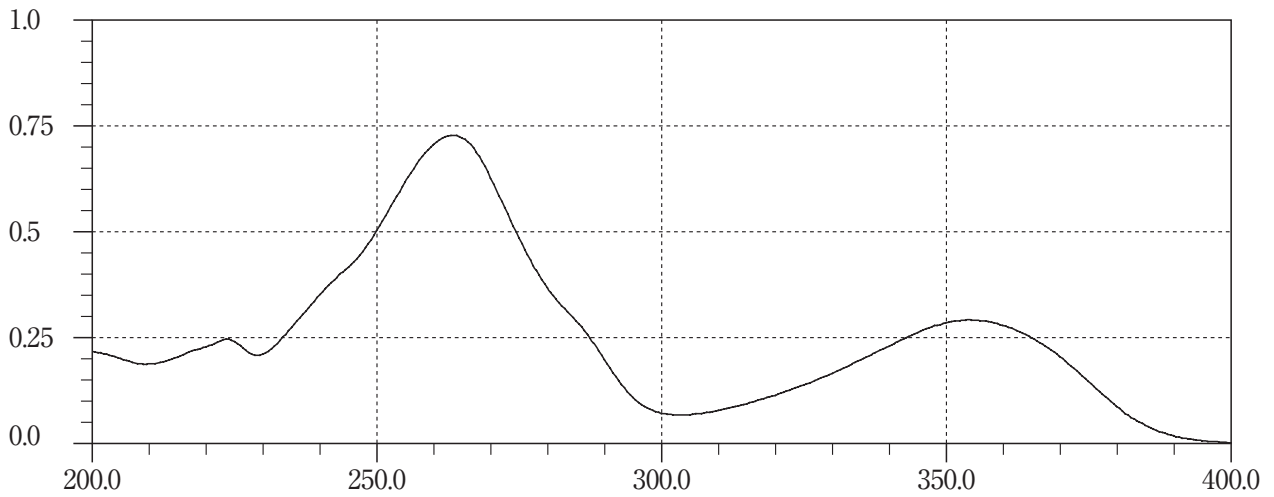
クレボプリドリンゴ酸塩



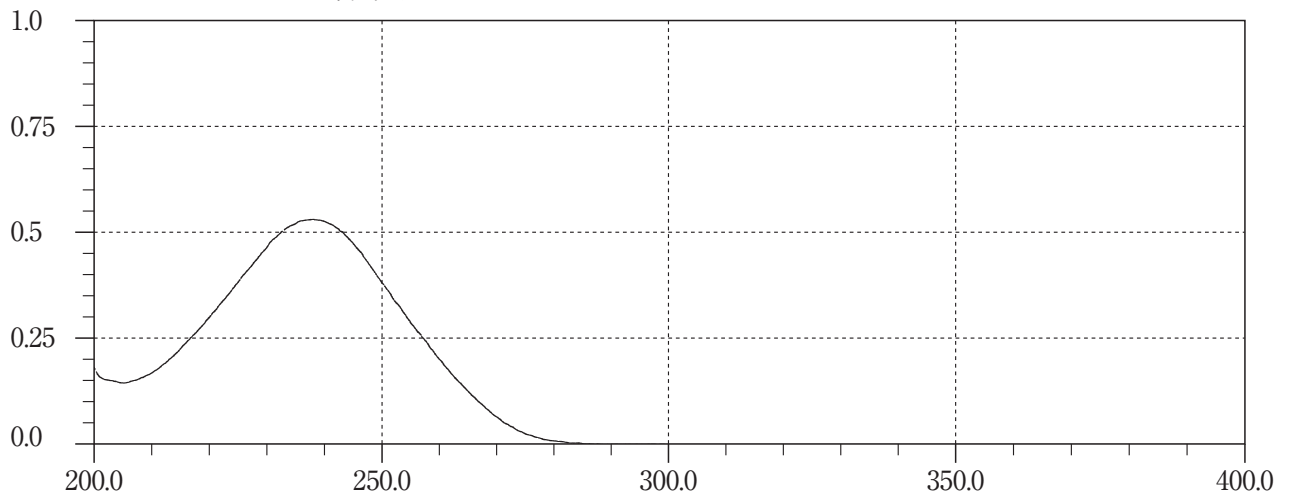
ケトコナゾール



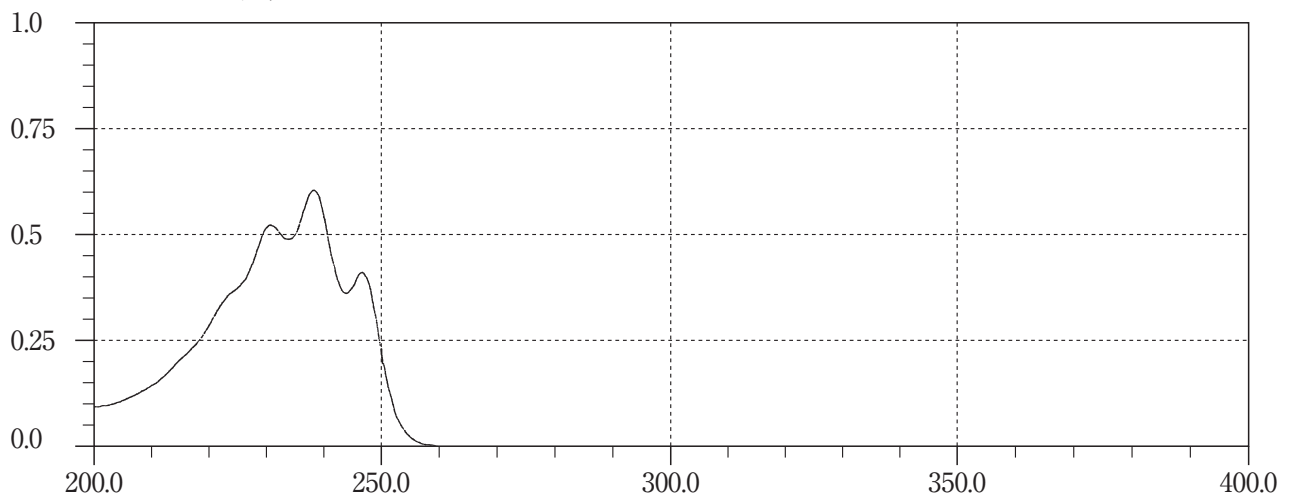
シノキサシン



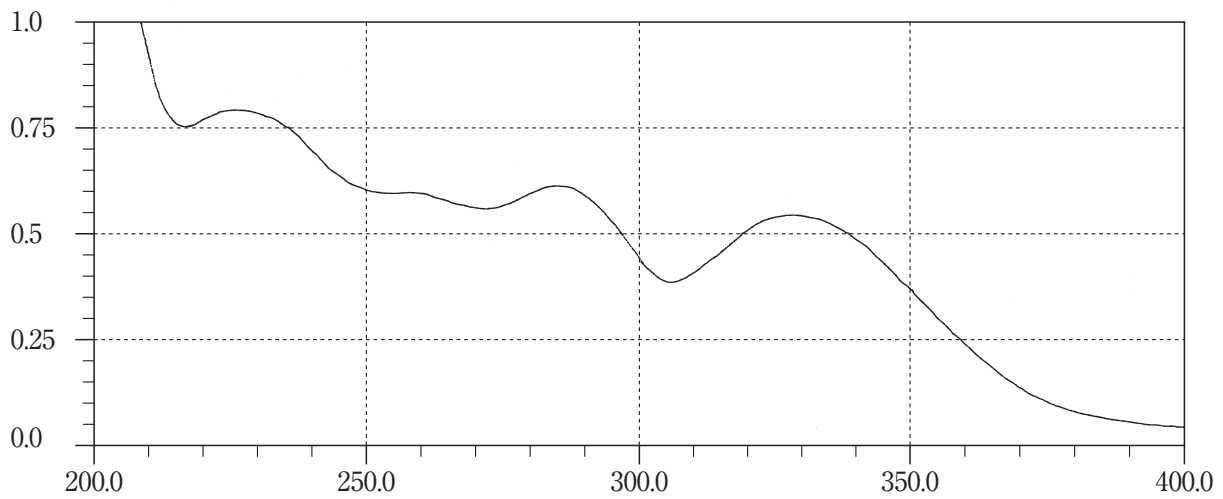
ジフルコルトロン吉草酸エステル



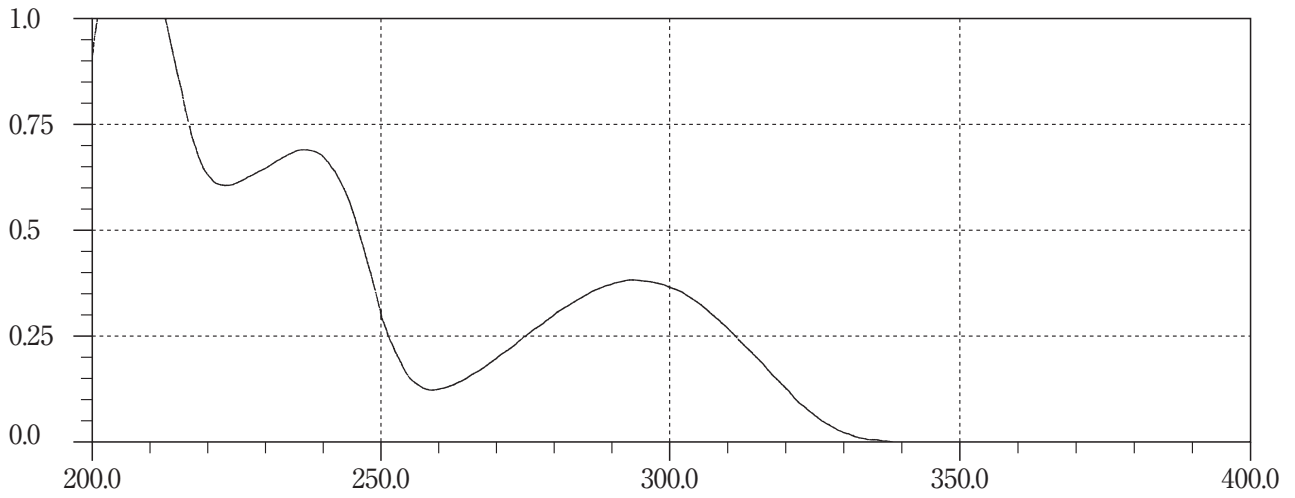
シンバスタチン



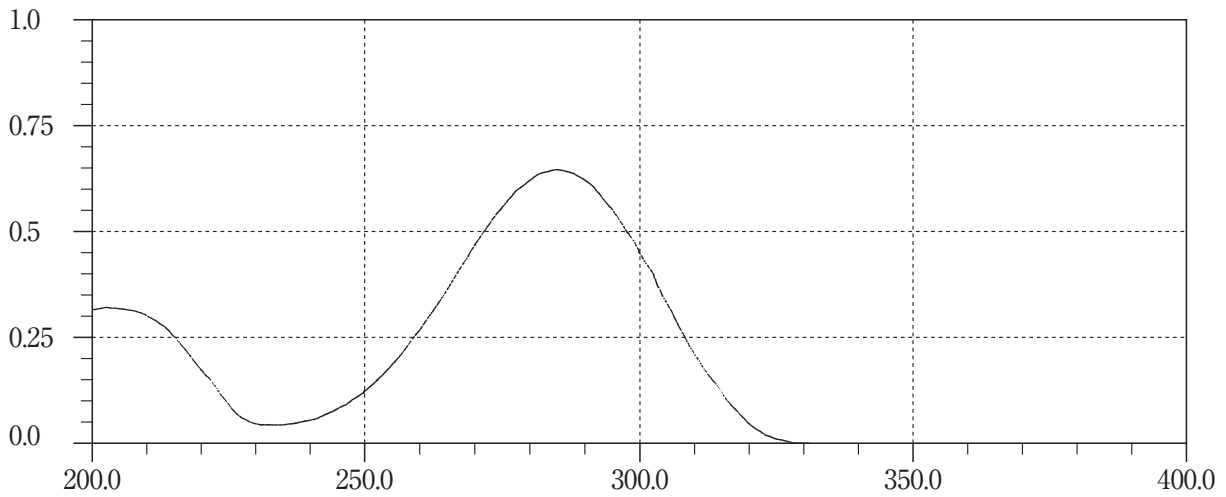
スリンダク



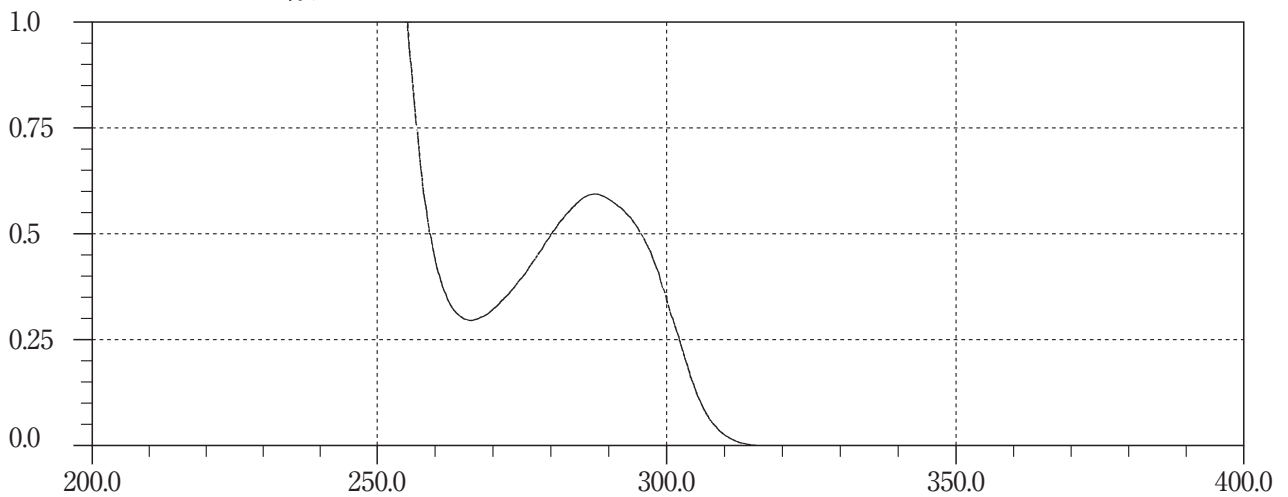
ゾルピデム酒石酸塩



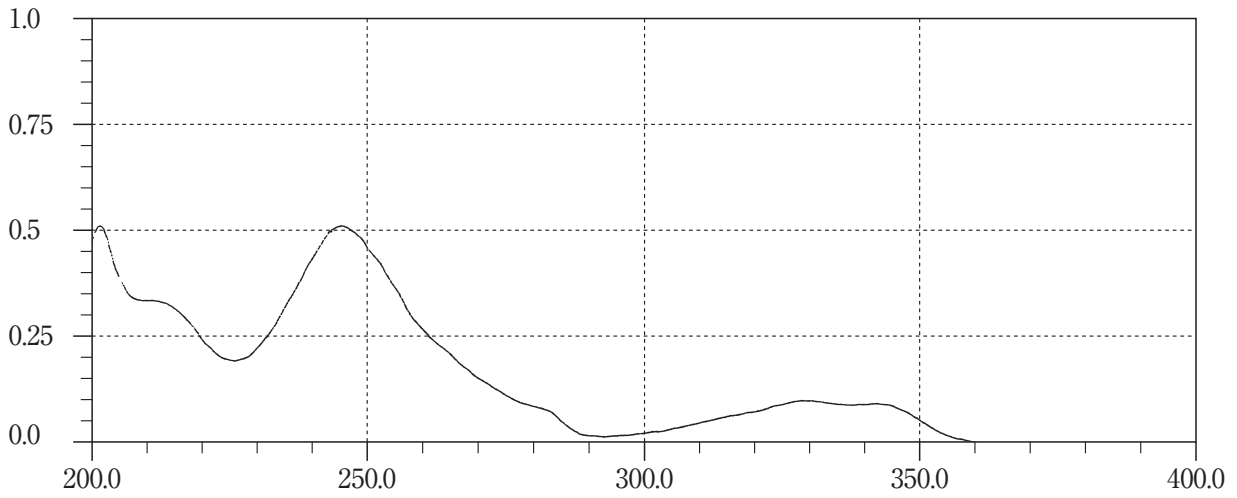
ダナゾール



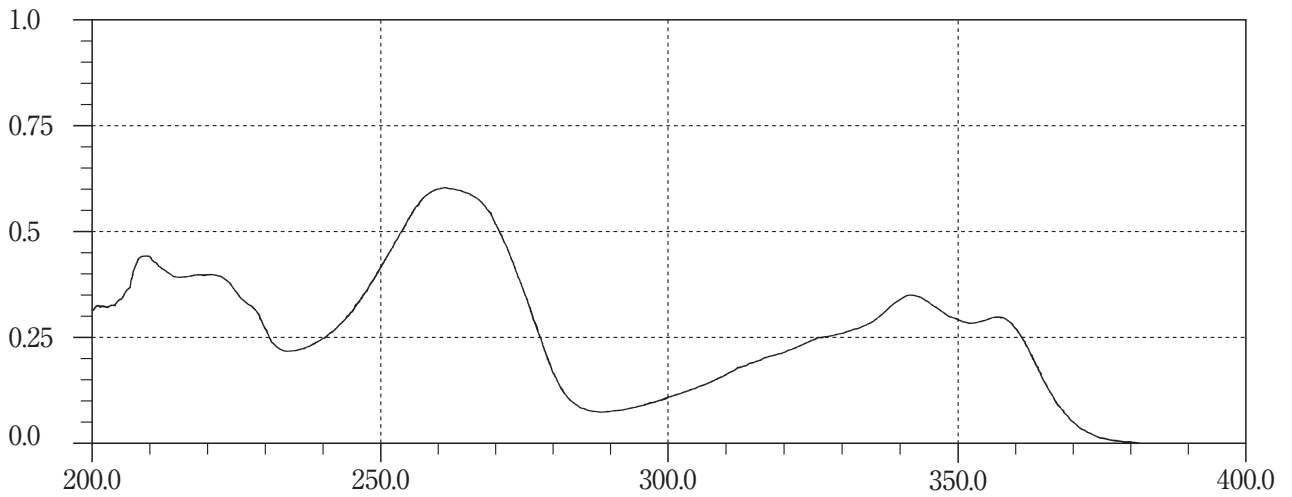
チアプリド塩酸塩



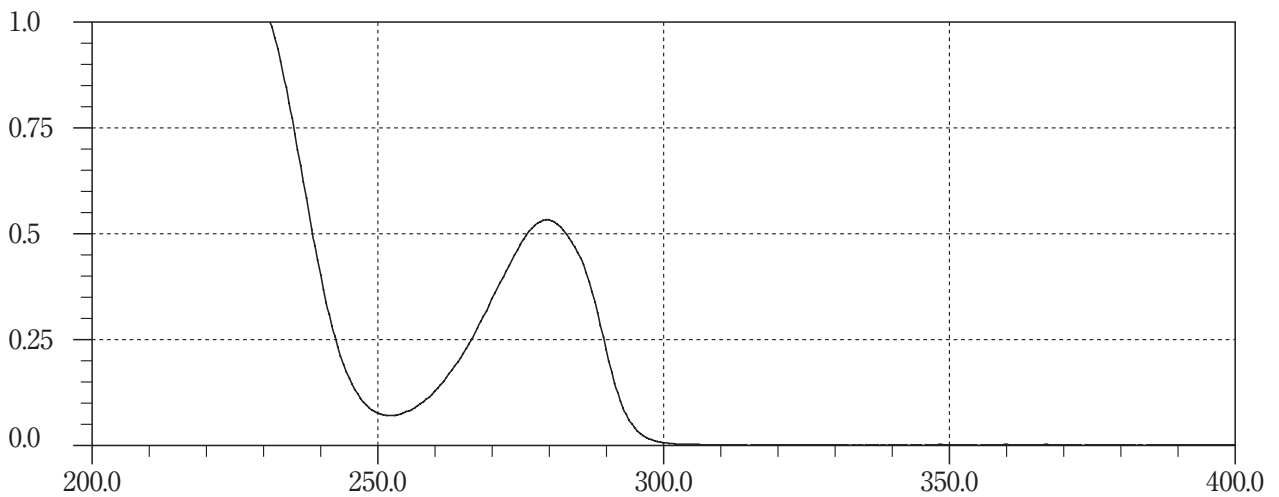
ドキサゾシンメシル酸塩



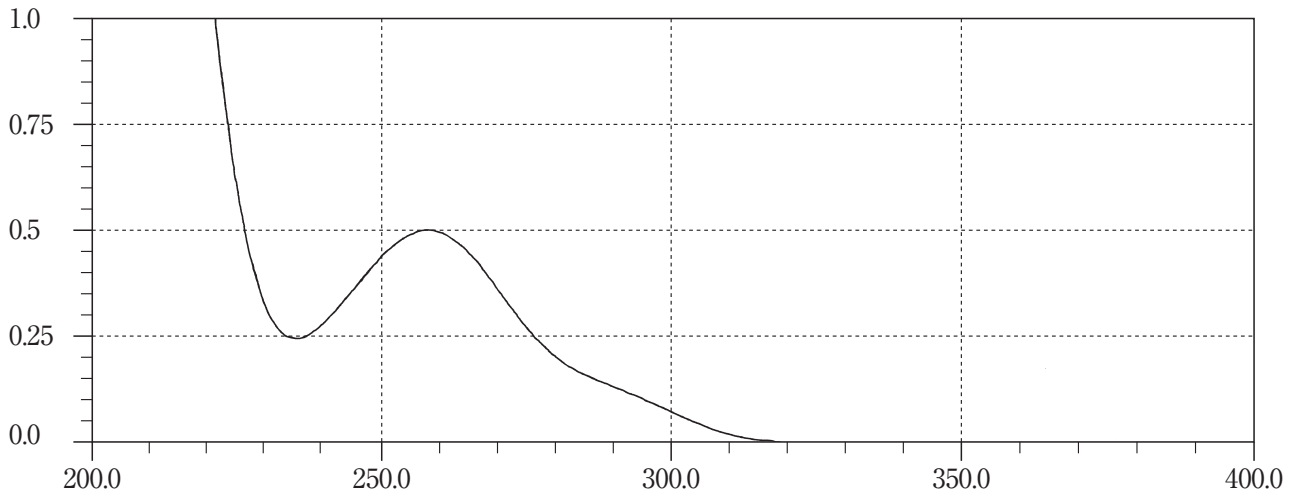
トスフロキサシントシル酸塩水和物



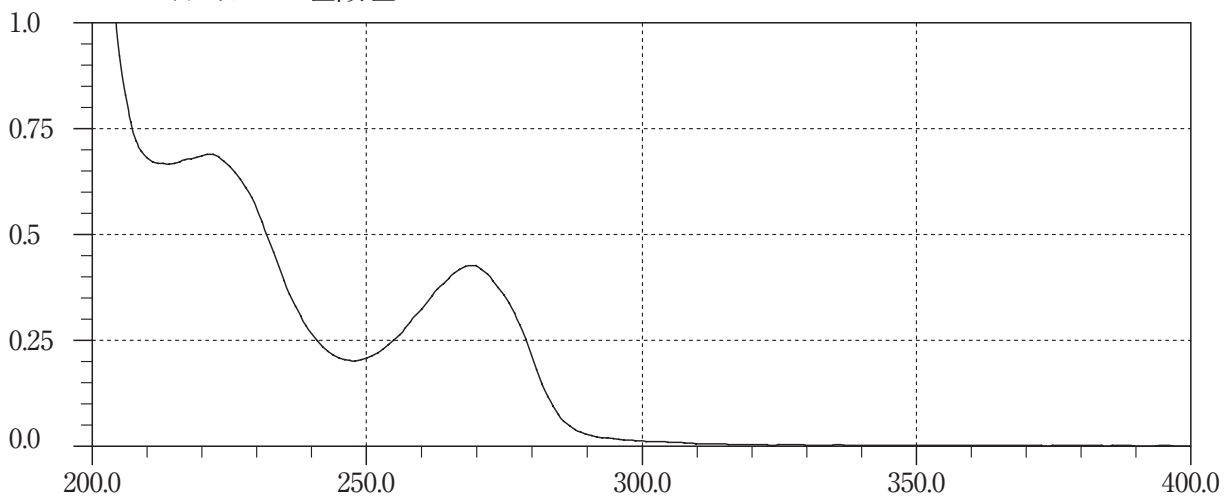
ドロキシドパ



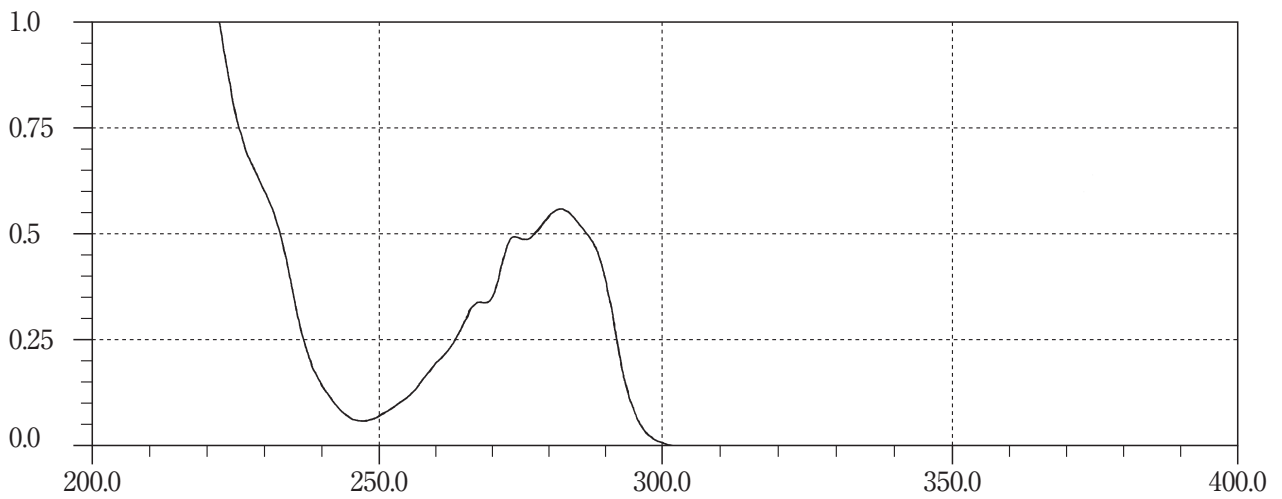
トロキシピド



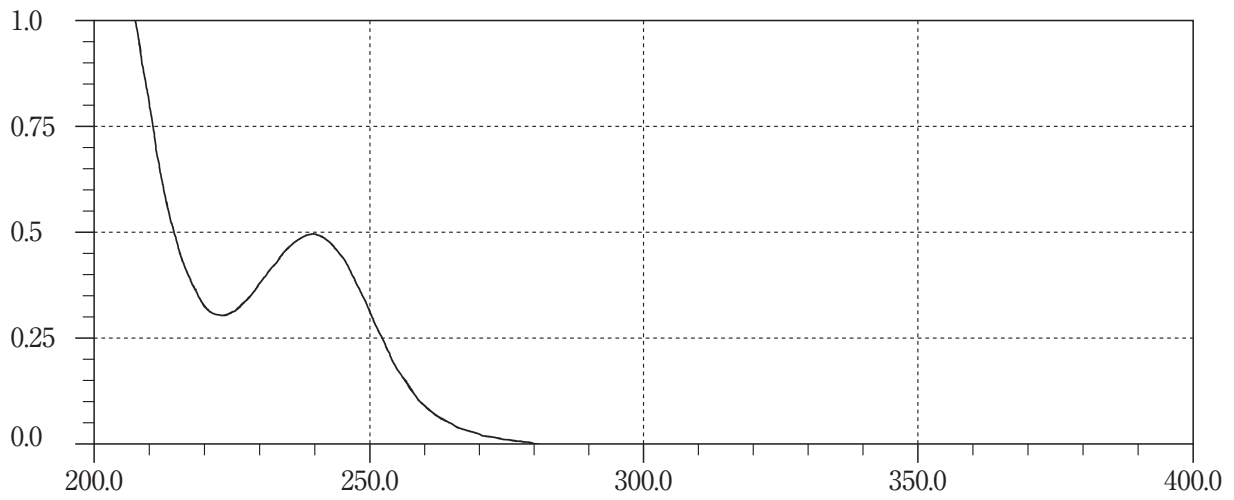
ピオグリタゾン塩酸塩



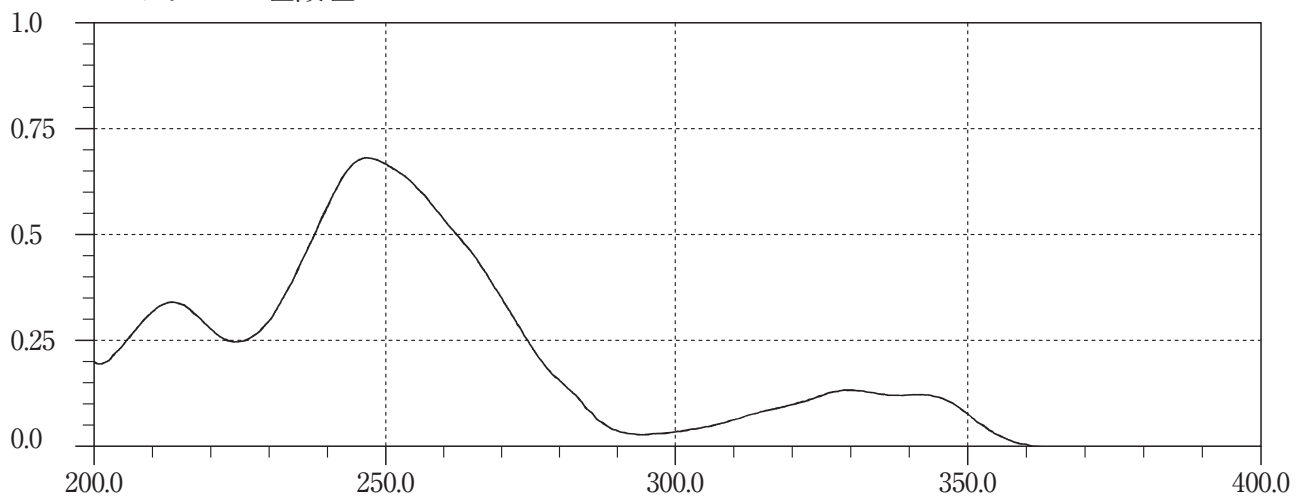
ピモジド



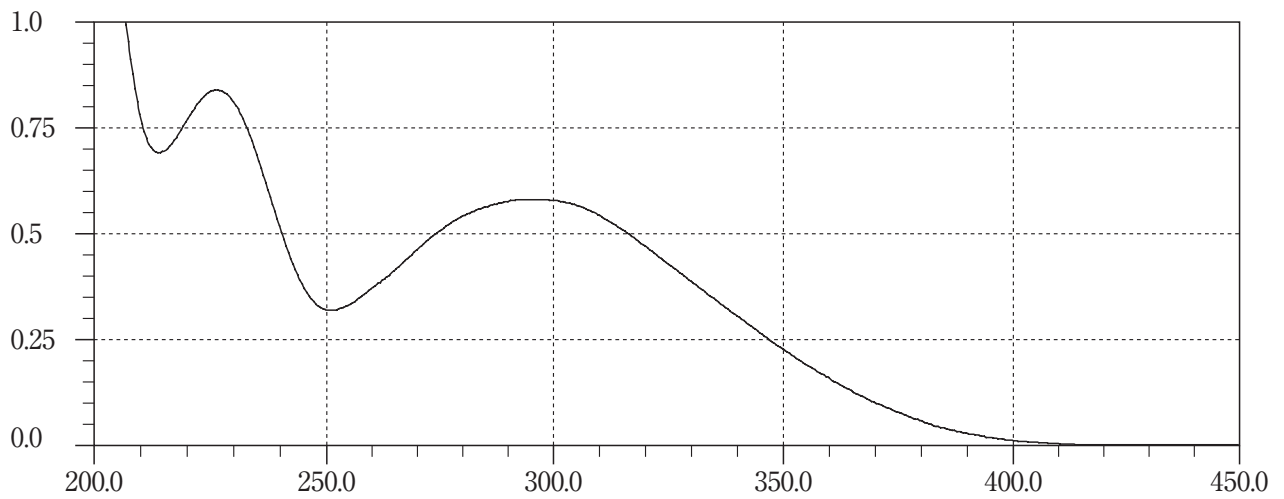
フェノバルビタール



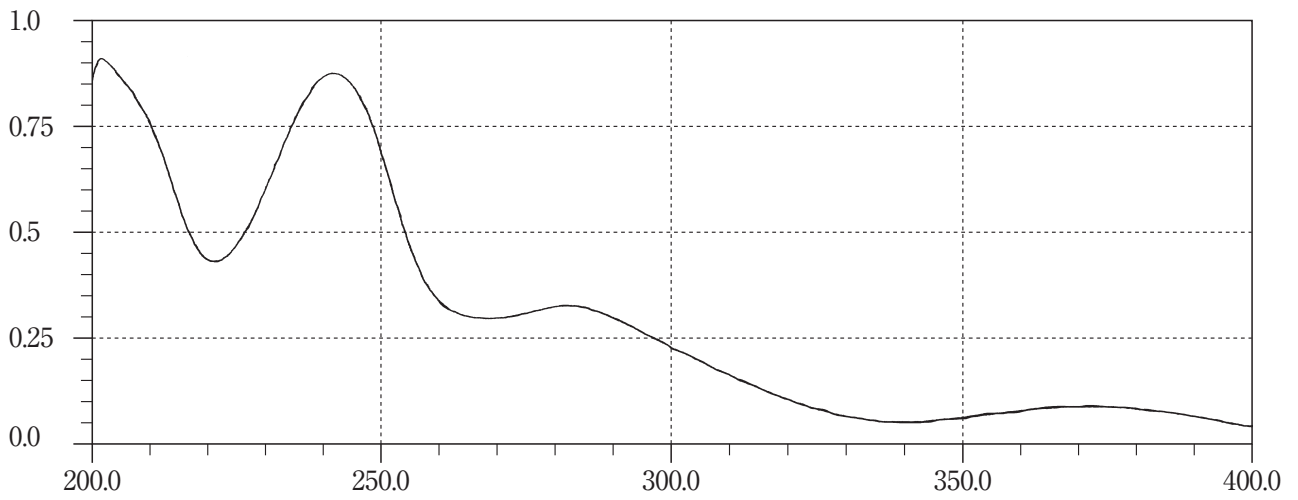
プラゾシン塩酸塩



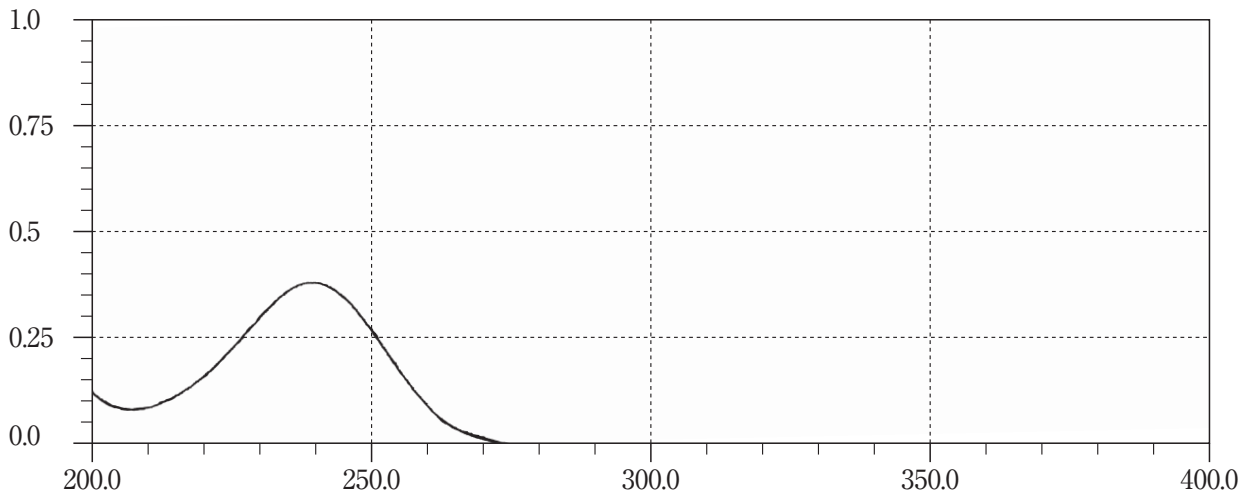
フルタミド



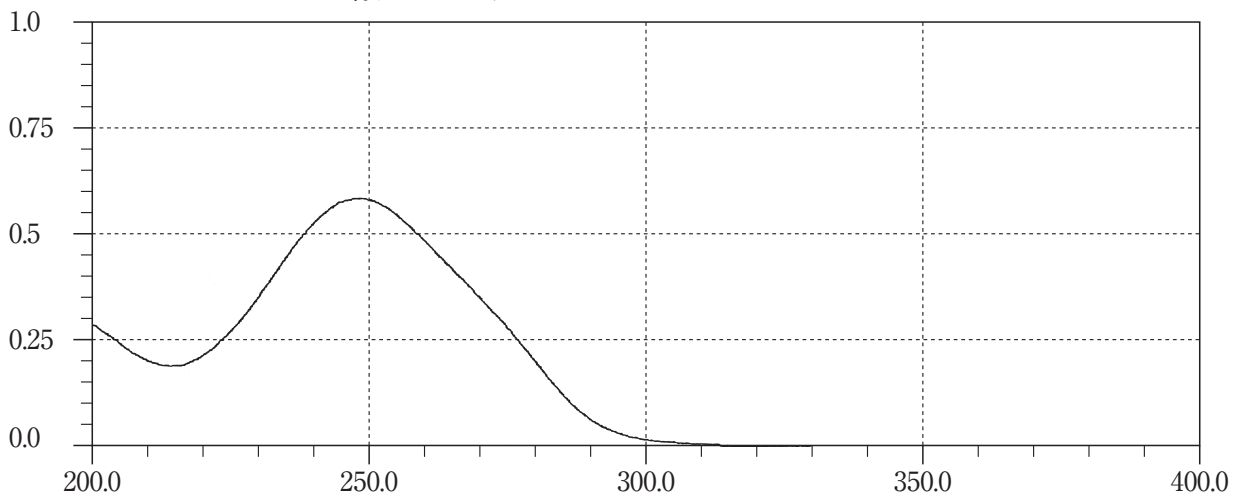
フルトプラゼパム



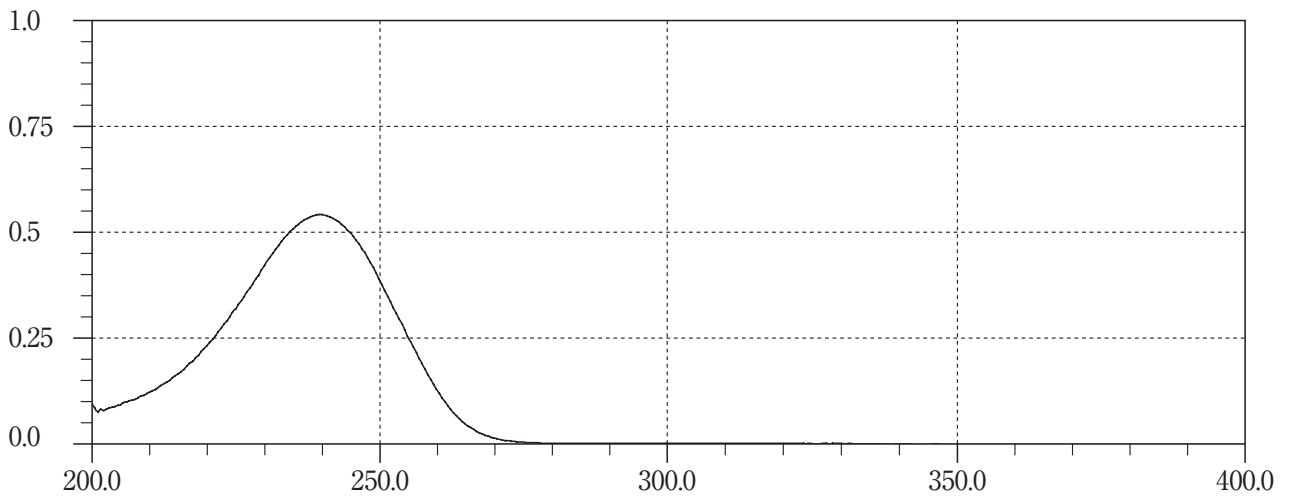
フルドロコルチゾン酢酸エステル



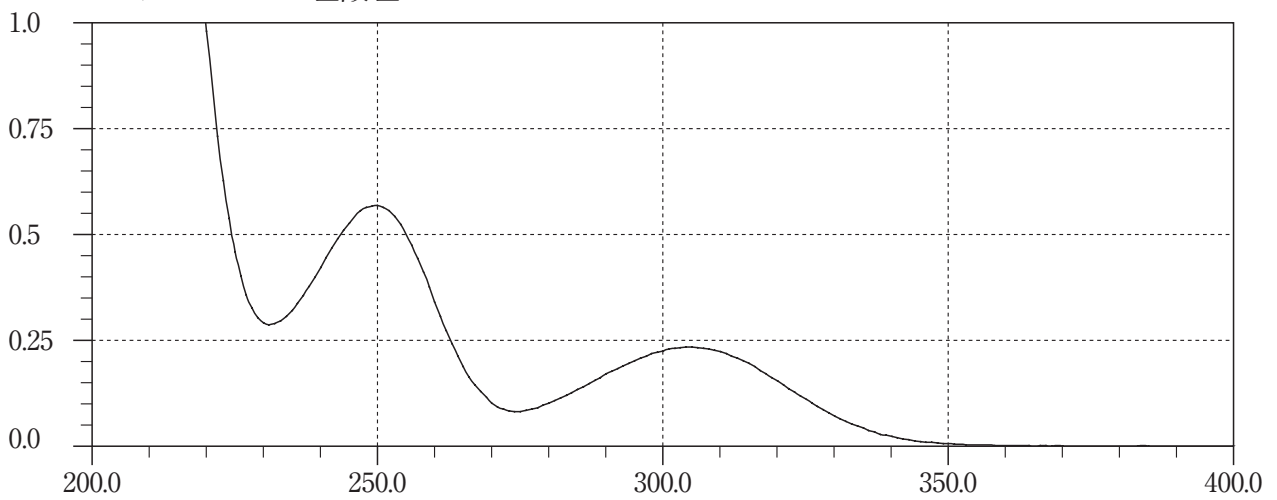
プレドニゾンリン酸エステルナトリウム



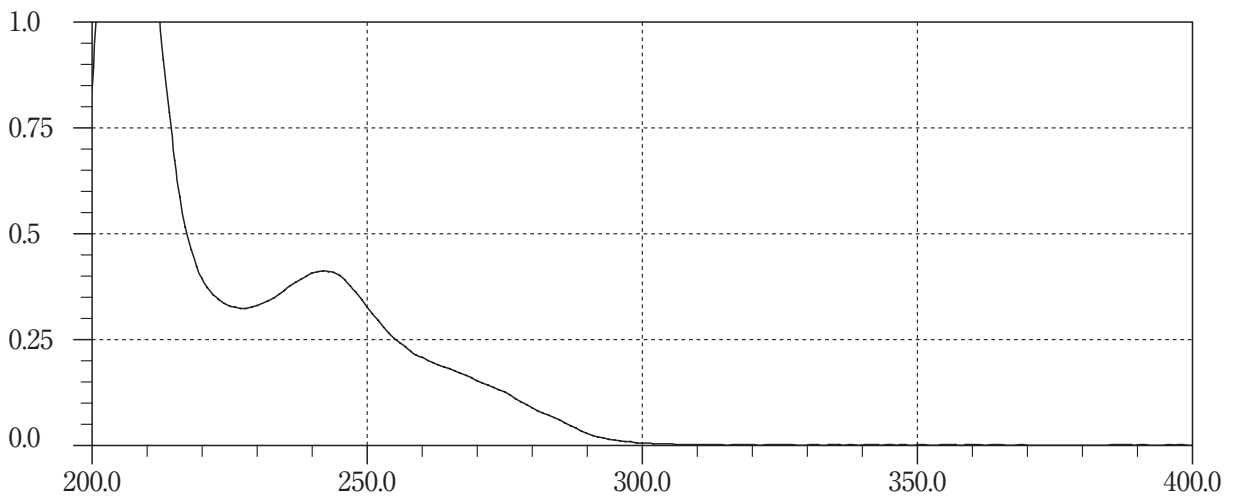
プロゲステロン



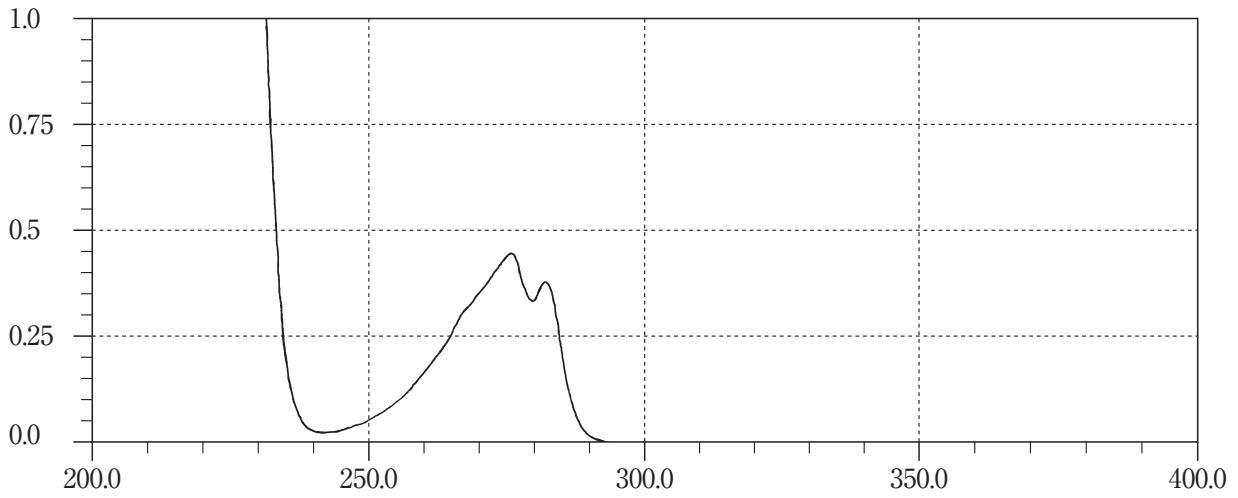
プロパフェノン塩酸塩



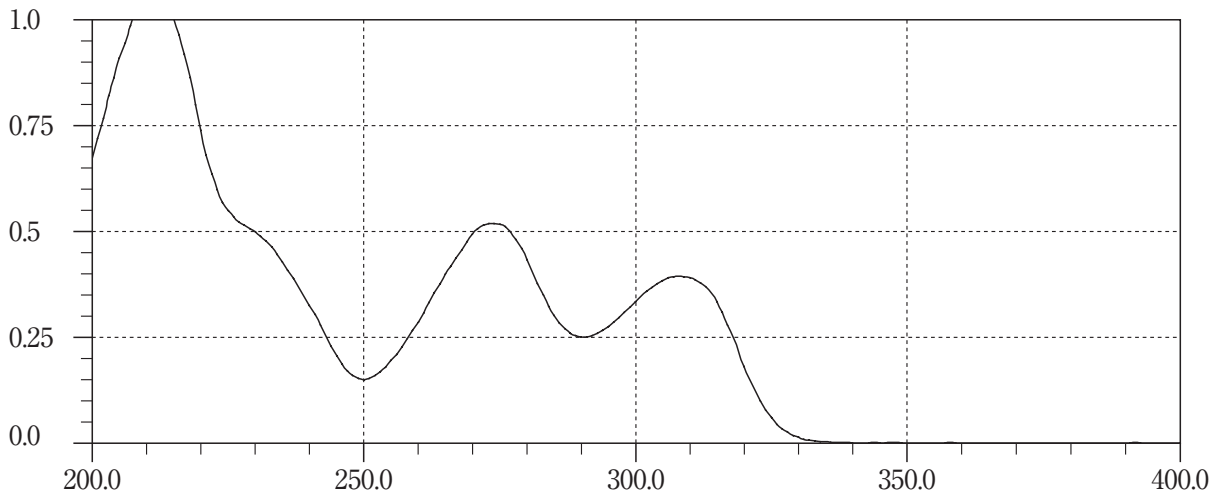
プロブコール



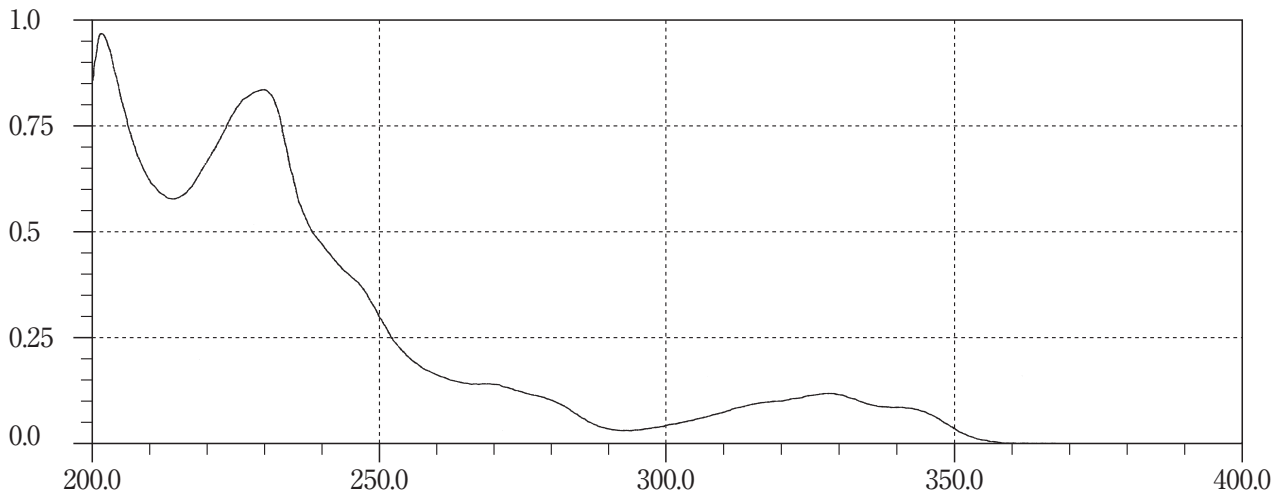
ベタキソロール塩酸塩



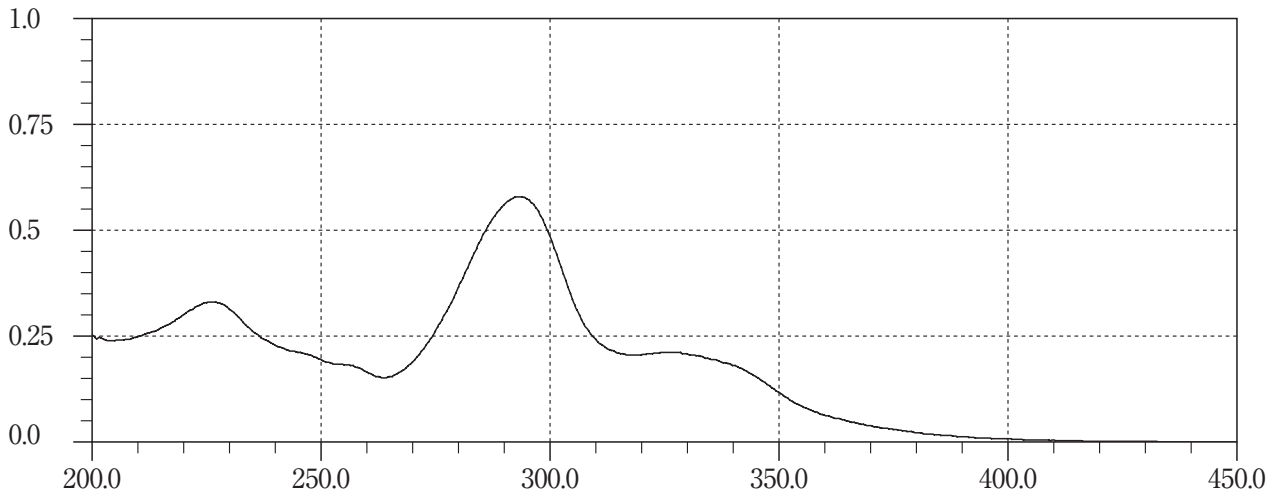
モサプリドクエン酸塩水和物



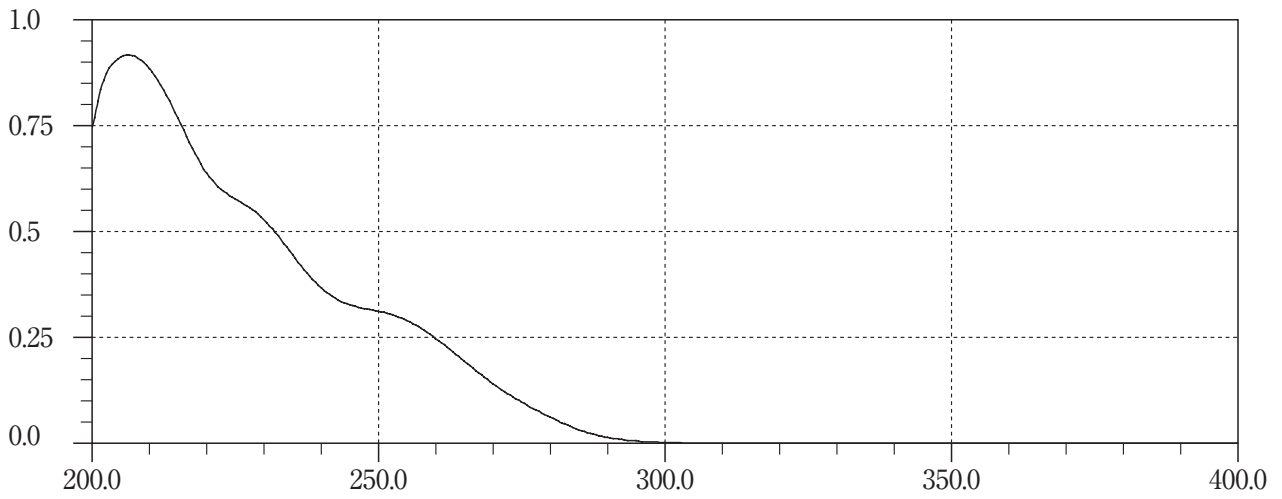
レバミピド



レボフロキサシン水和物



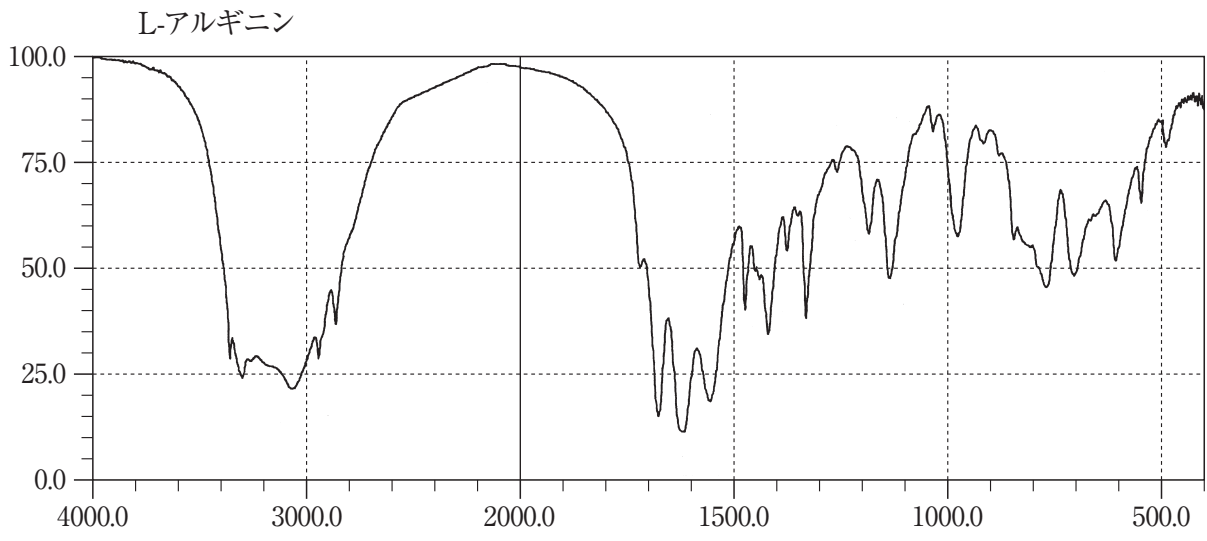
ロサルタンカリウム



参照赤外吸収スペクトル

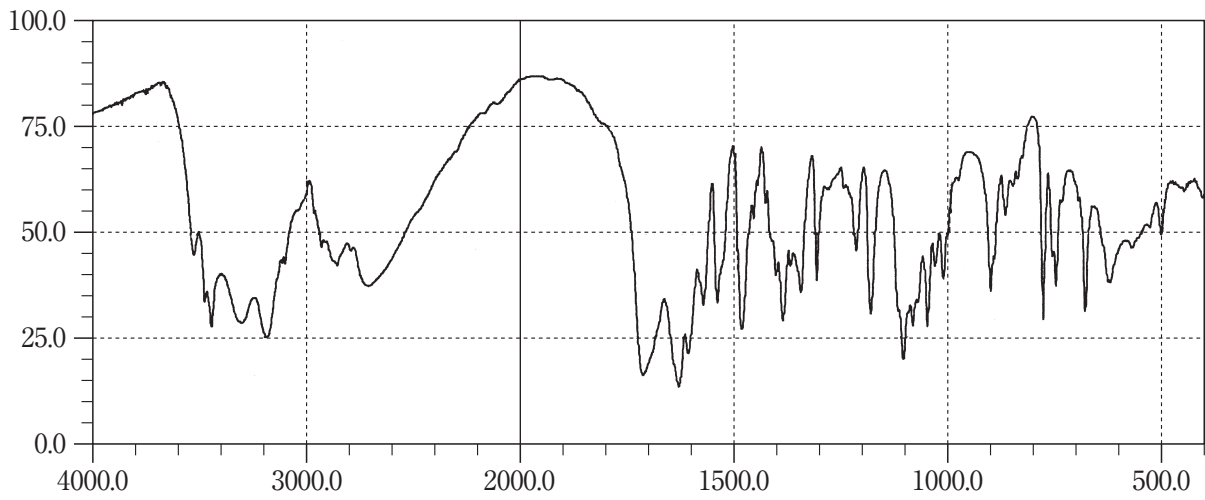
参照赤外吸収スペクトル 改正事項

参照赤外吸収スペクトルの部 L-アルギニンの条を次のように改める。

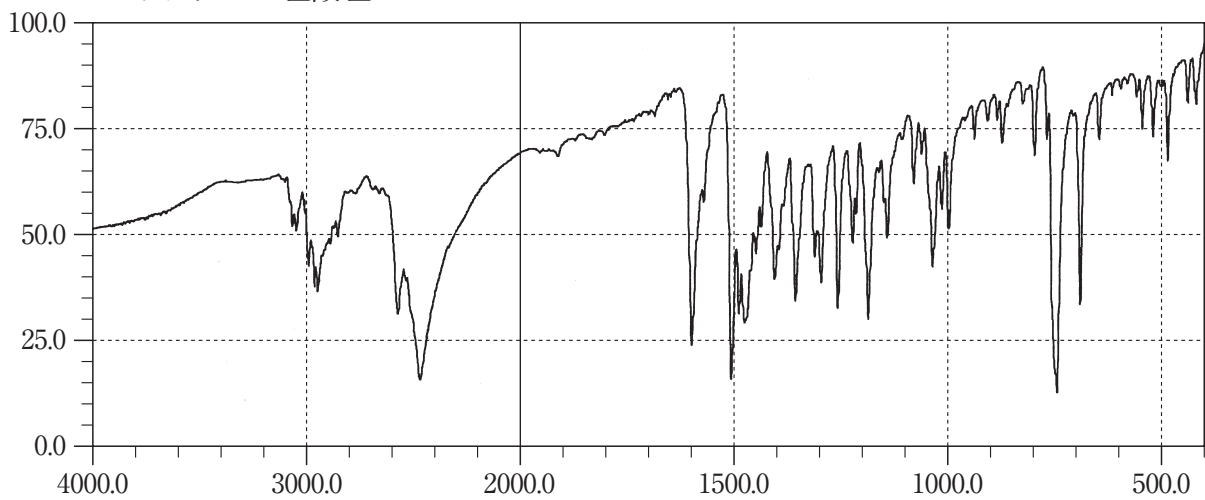


参照赤外吸収スペクトルの部に次の五十一条を加える.

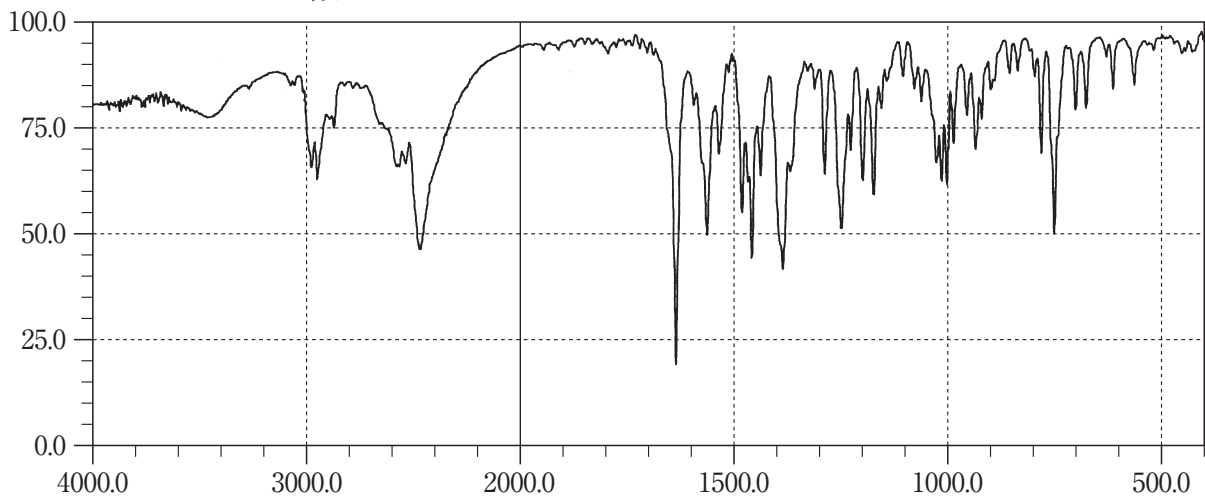
アシクロビル

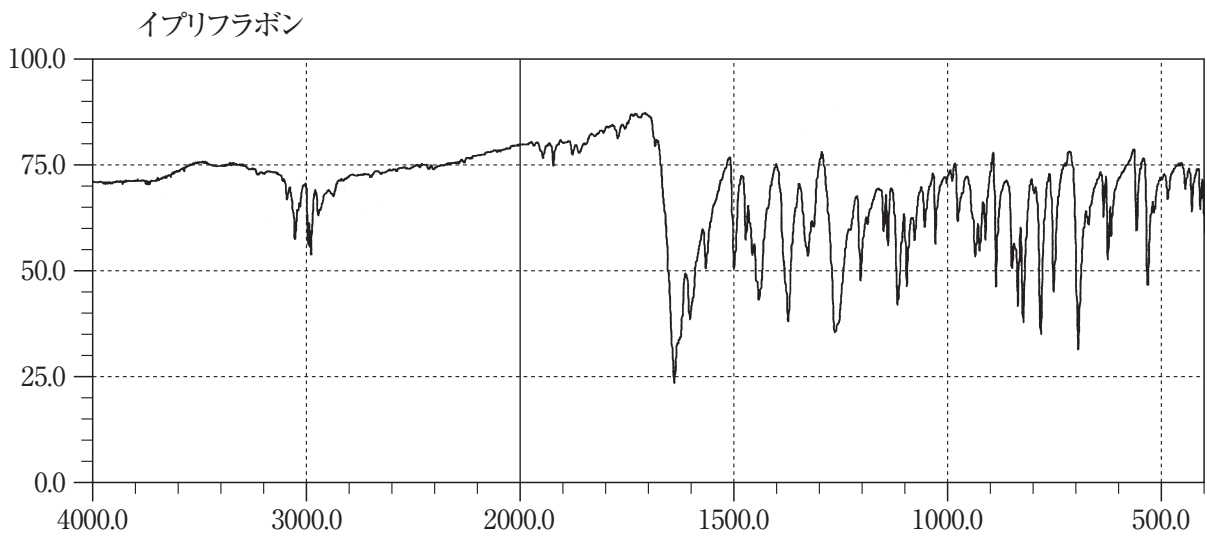
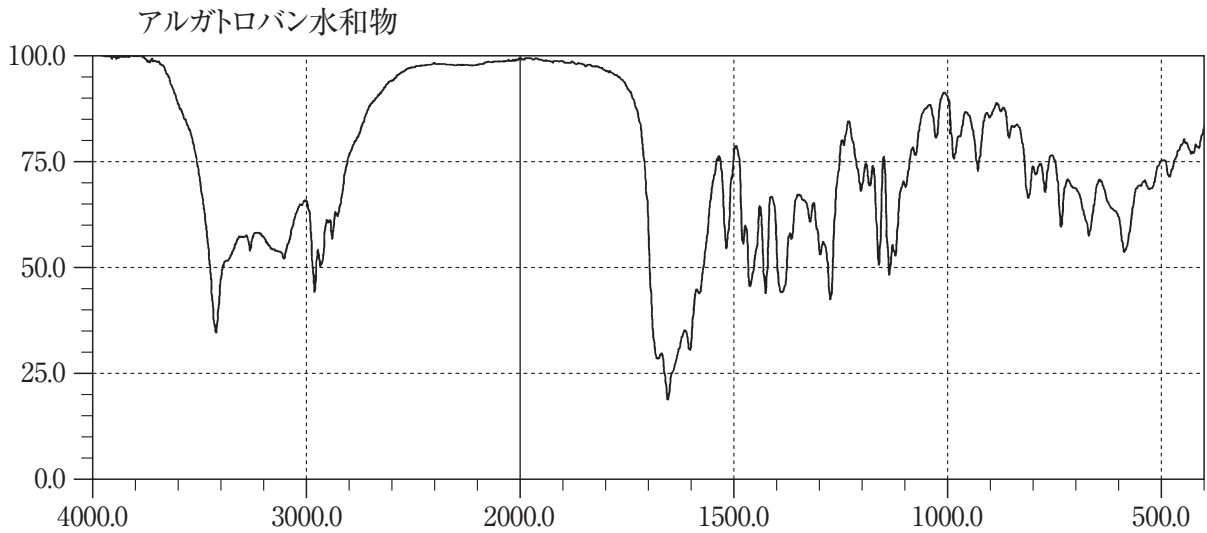
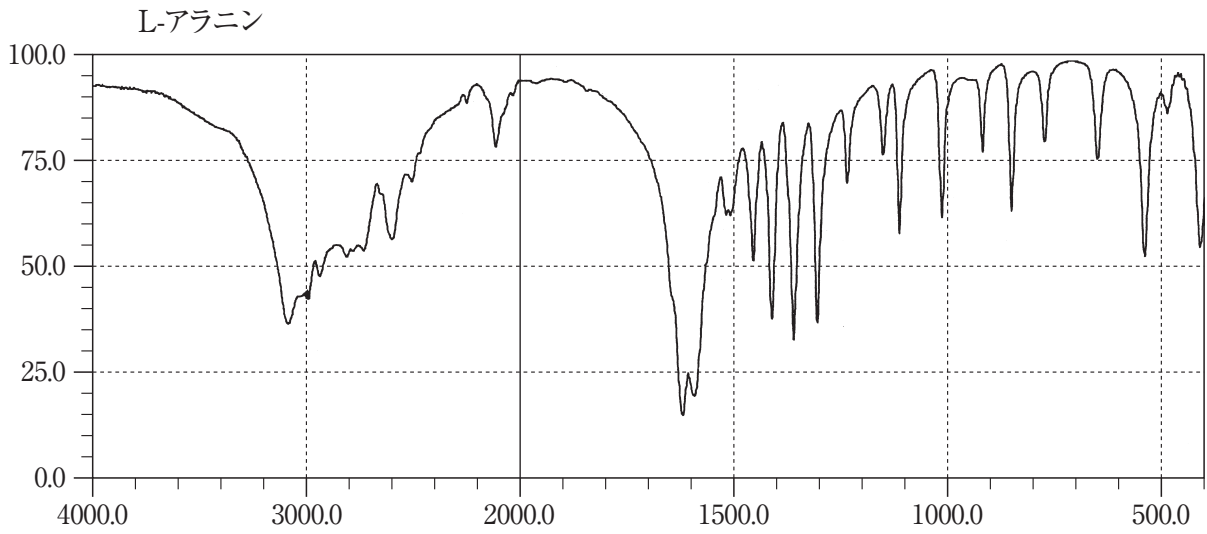


アプリンジン塩酸塩

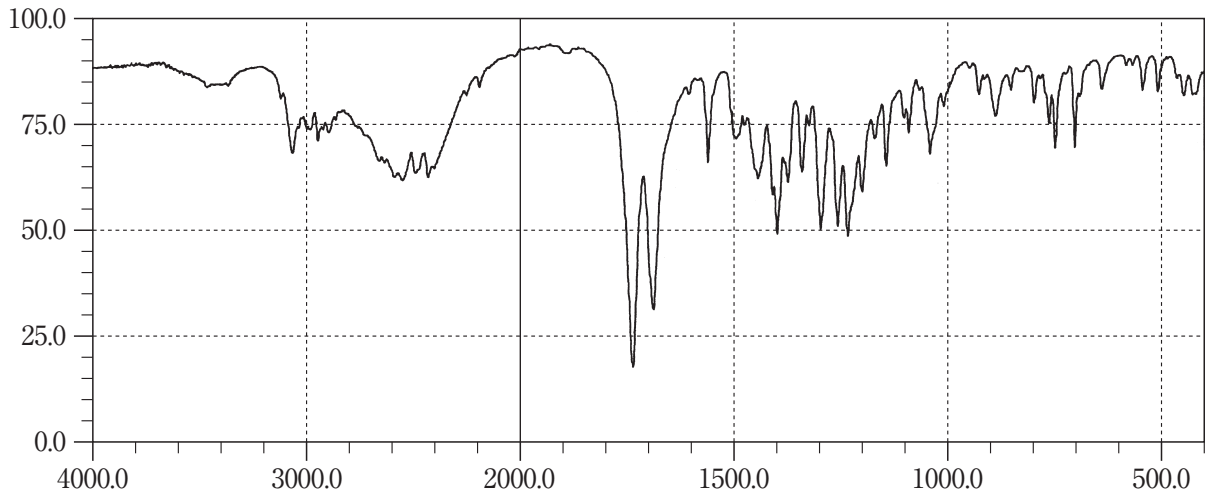


アミオダロン塩酸塩

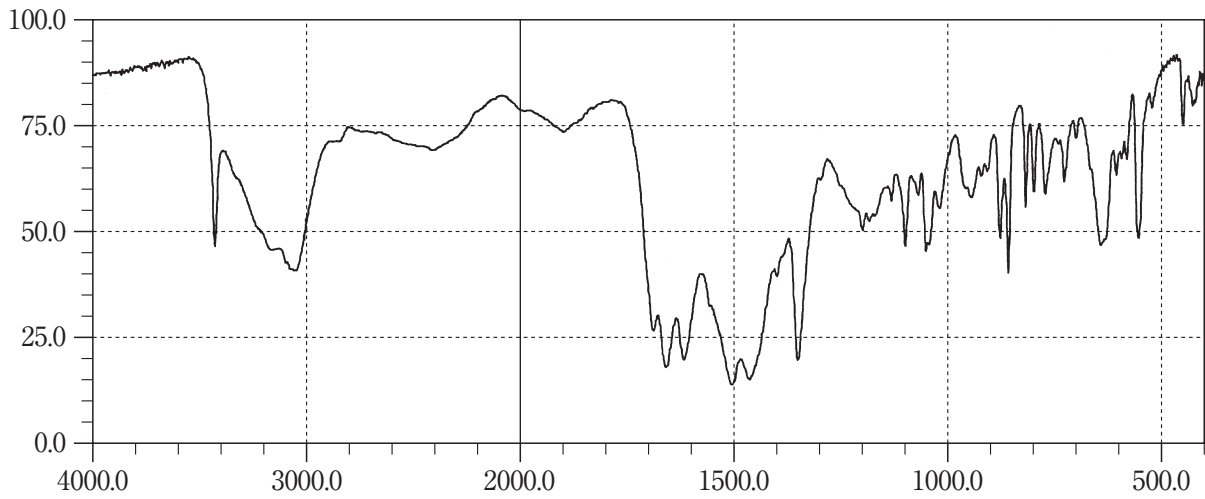




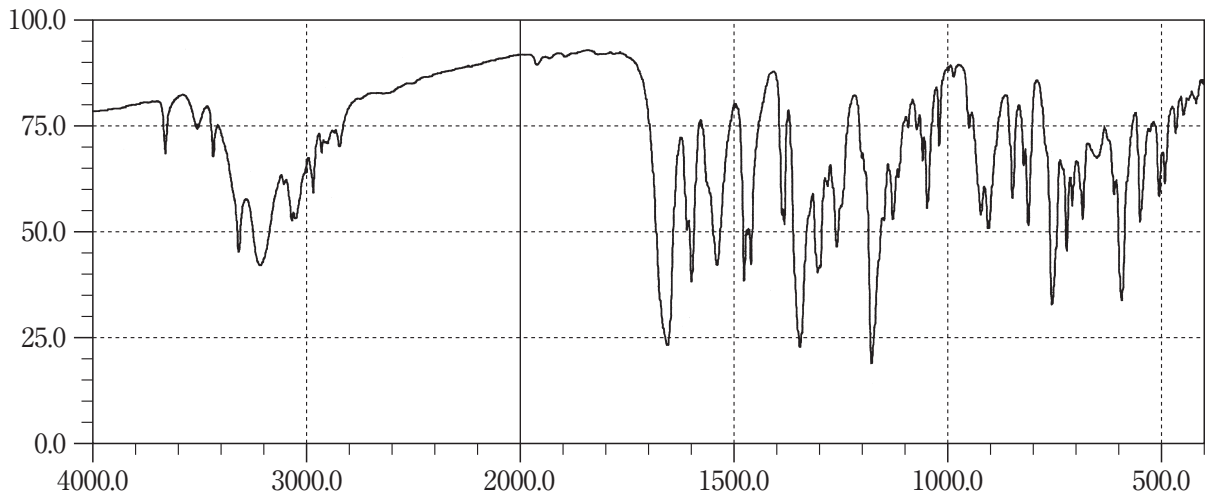
イミダプリル塩酸塩



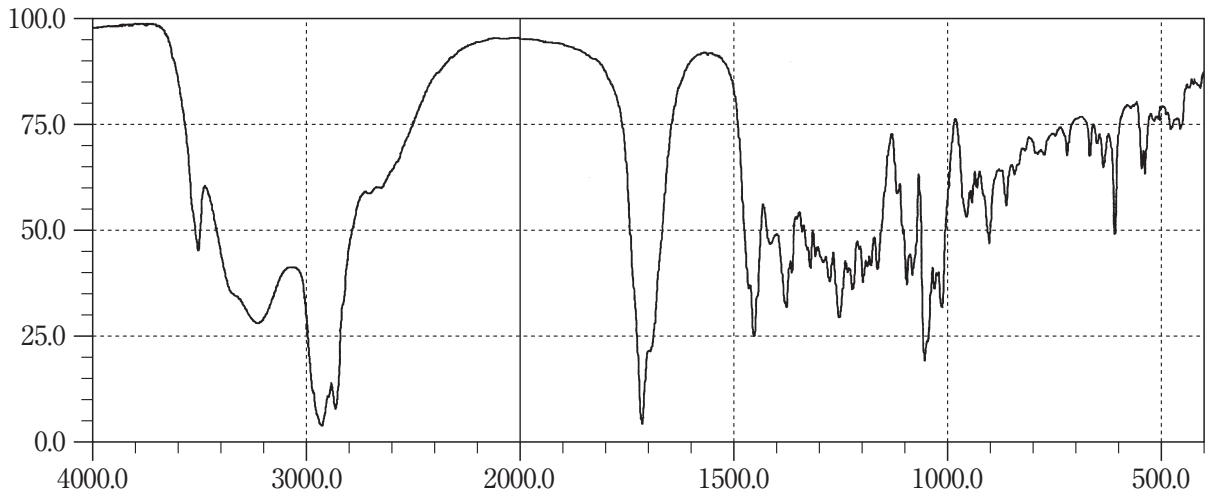
イルソグラジンマレイン酸塩



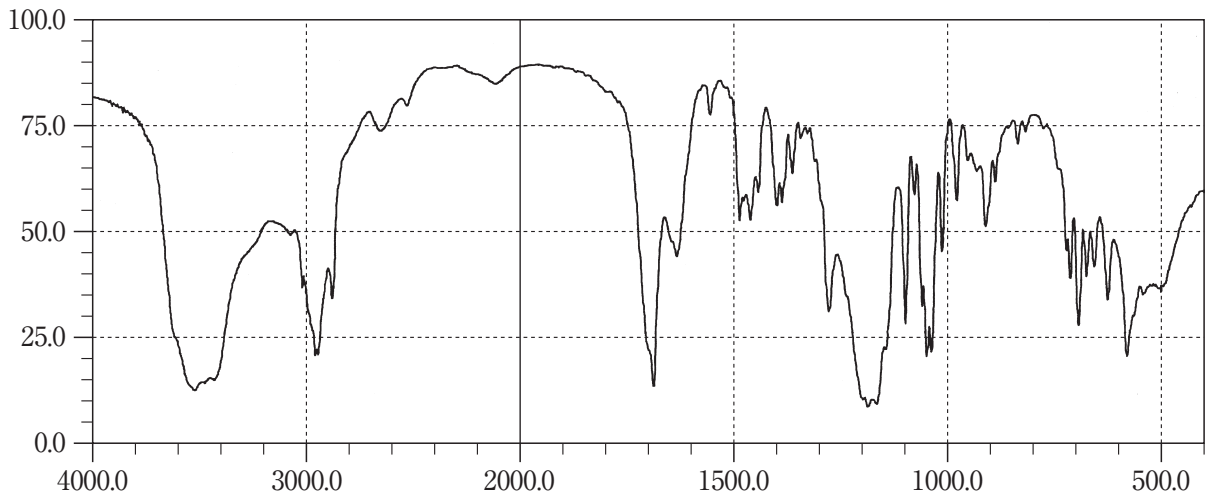
インダパミド



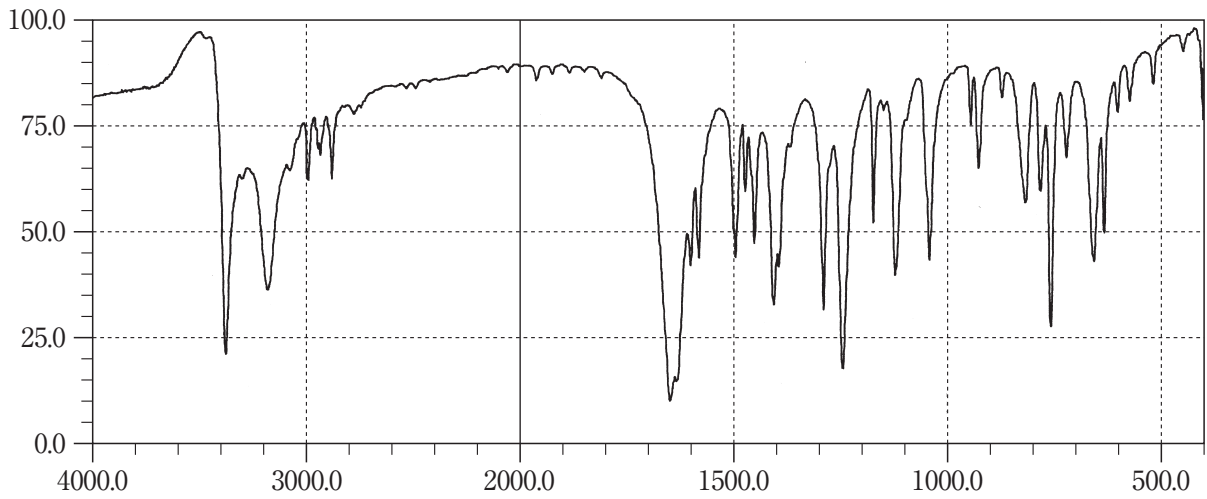
ウルソデオキシコール酸



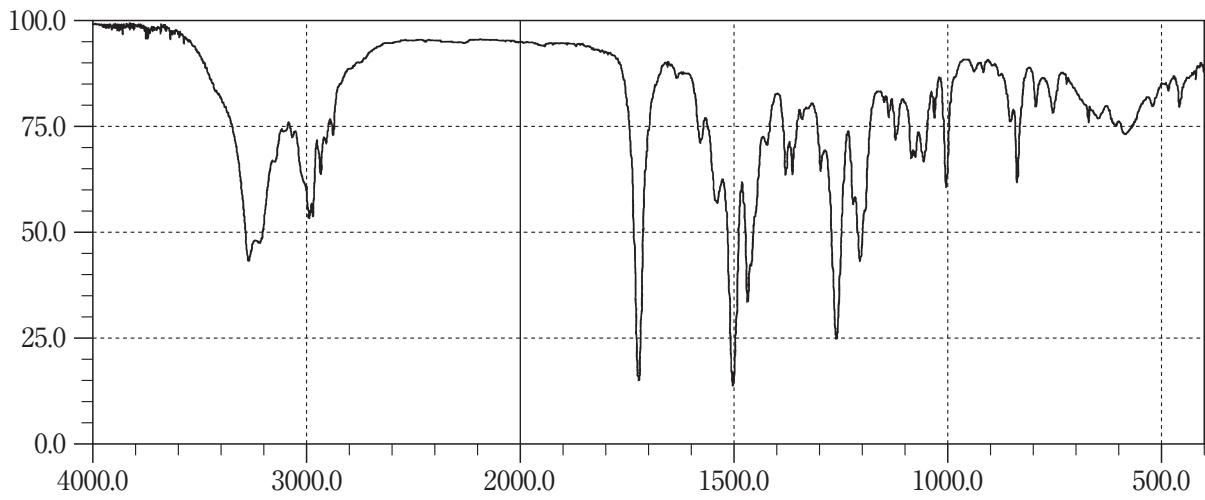
エカベトナトリウム水和物



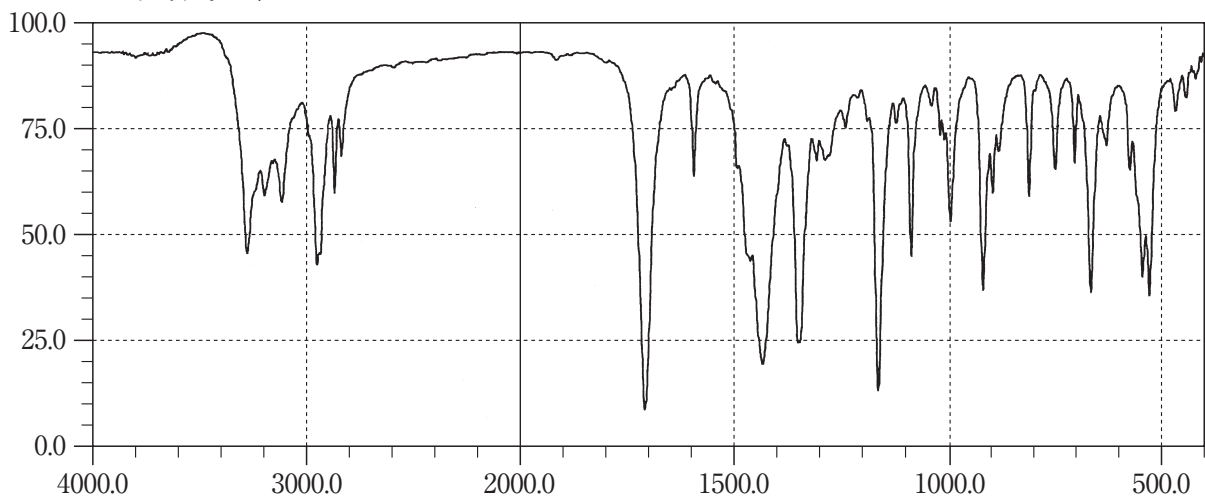
エテンザミド



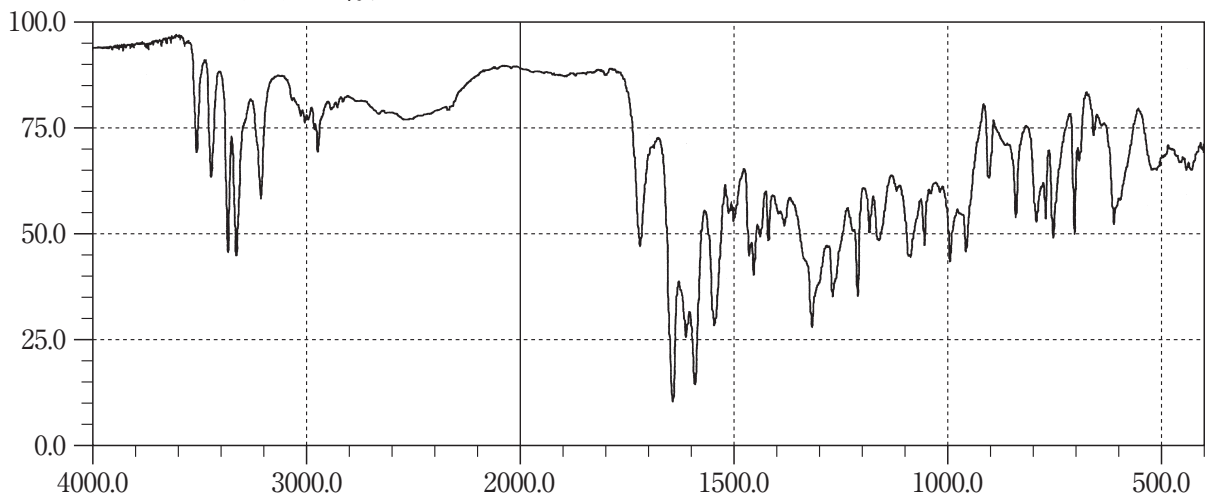
カドララジン



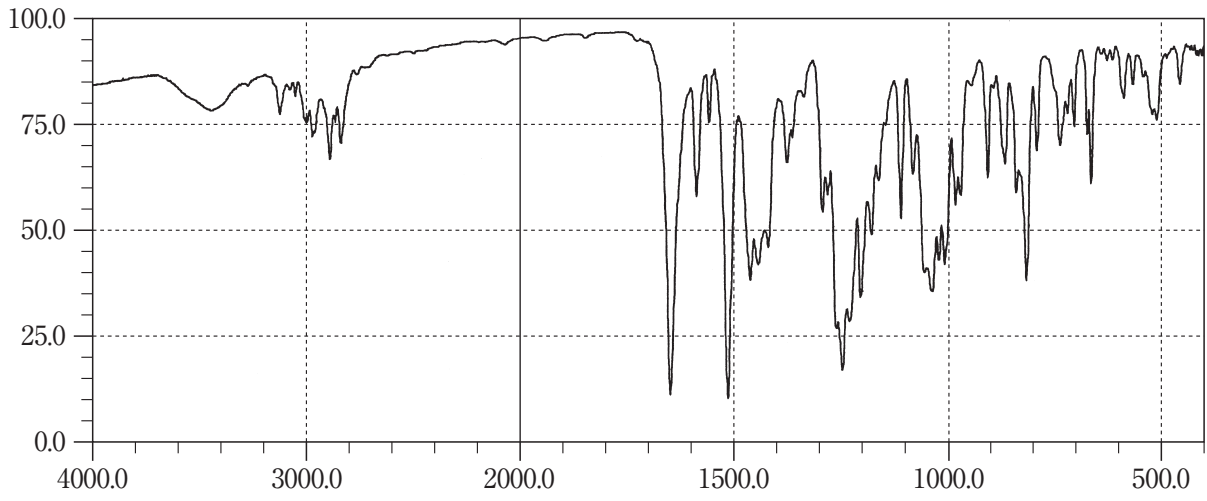
グリクラジド



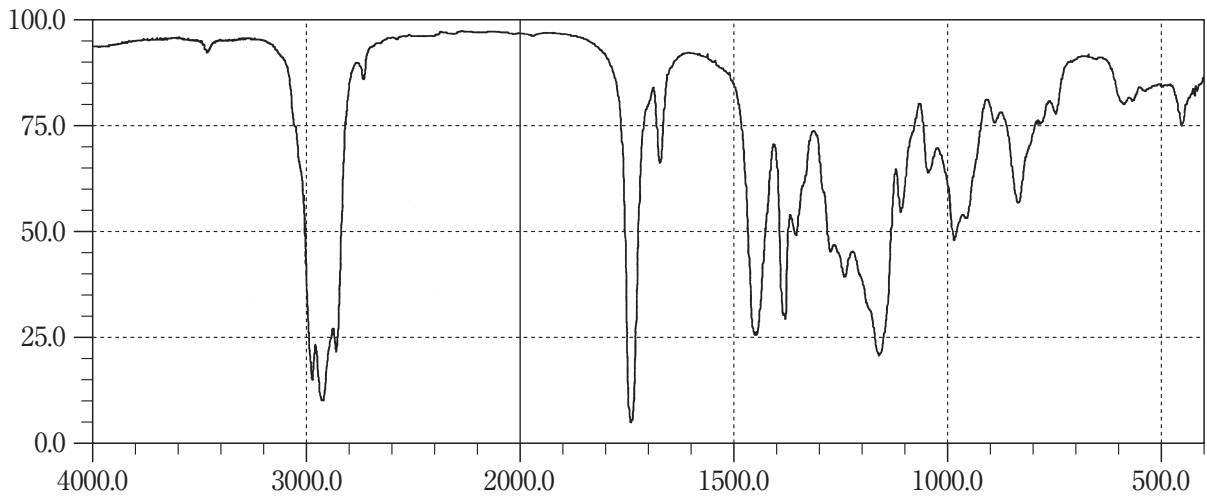
クレボプリドリニンゴ酸



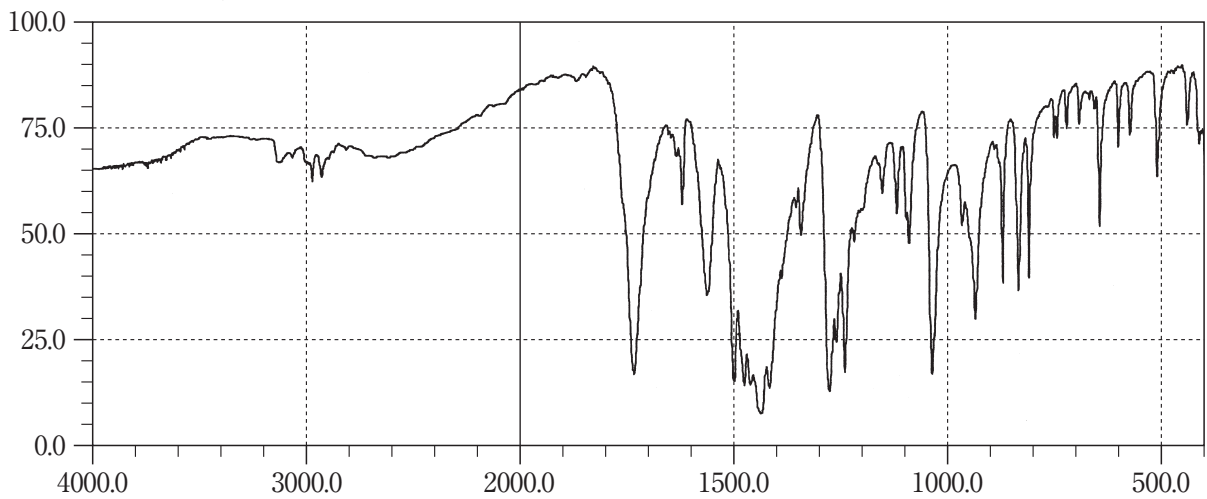
ケトコナゾール



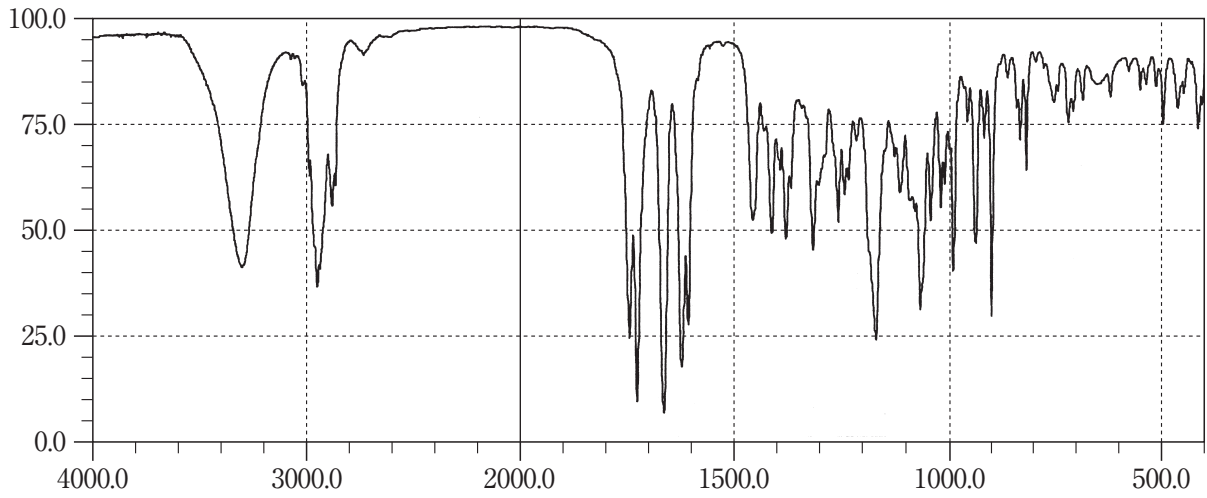
ゲファルナート



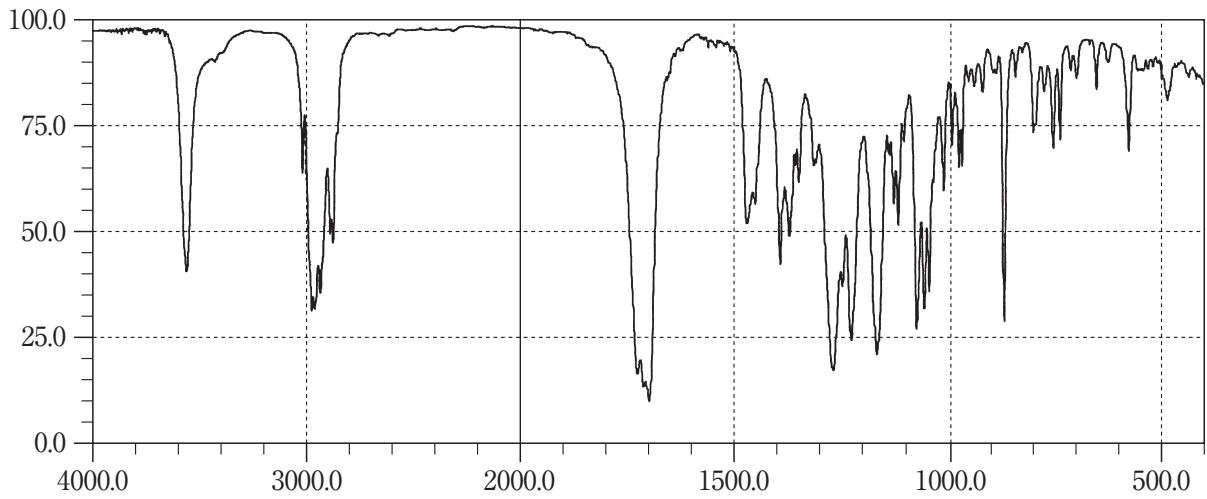
シノキサシン



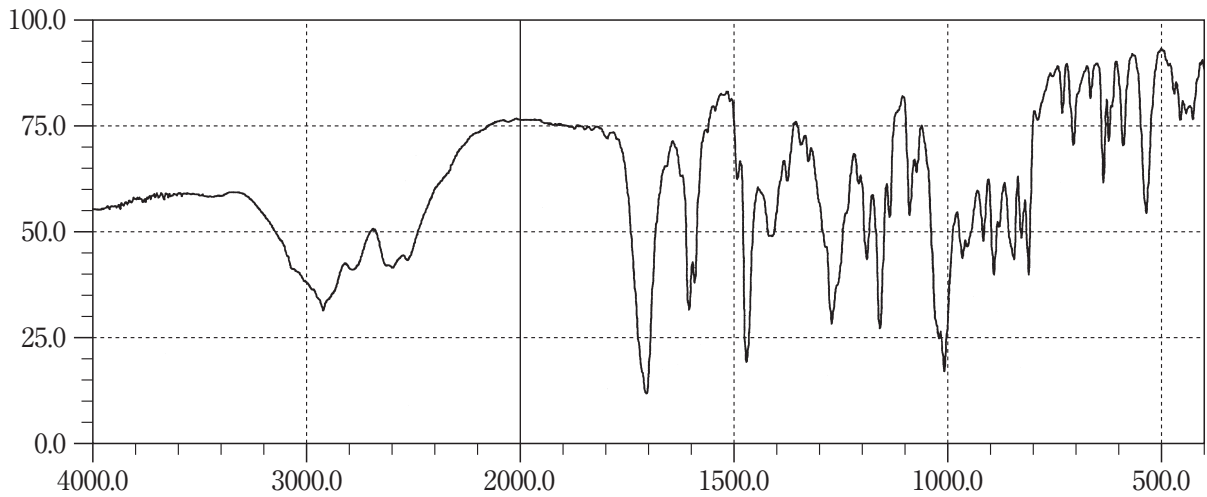
ジフルコルトロン吉草酸エステル



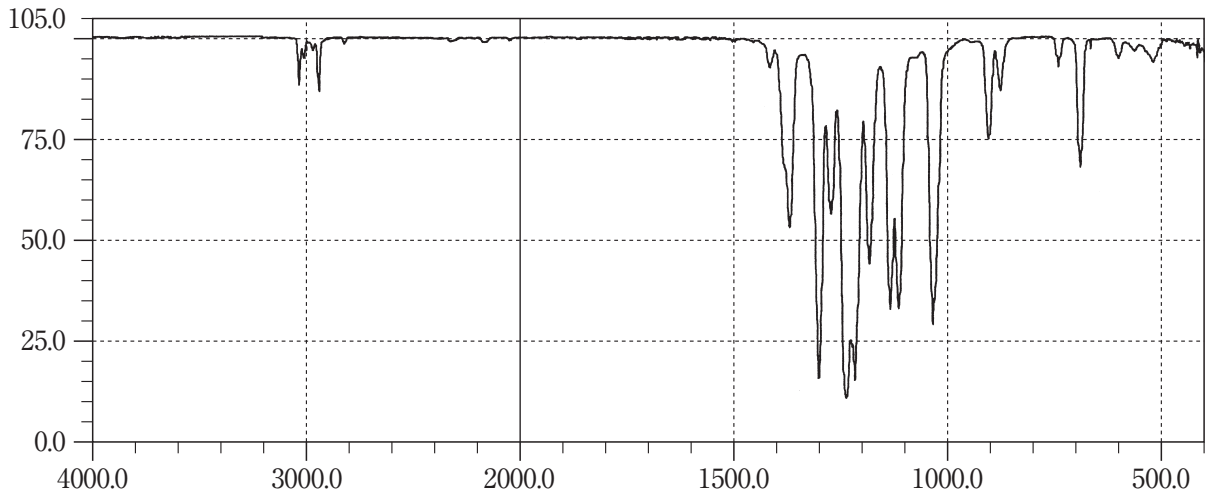
シンバスタチン



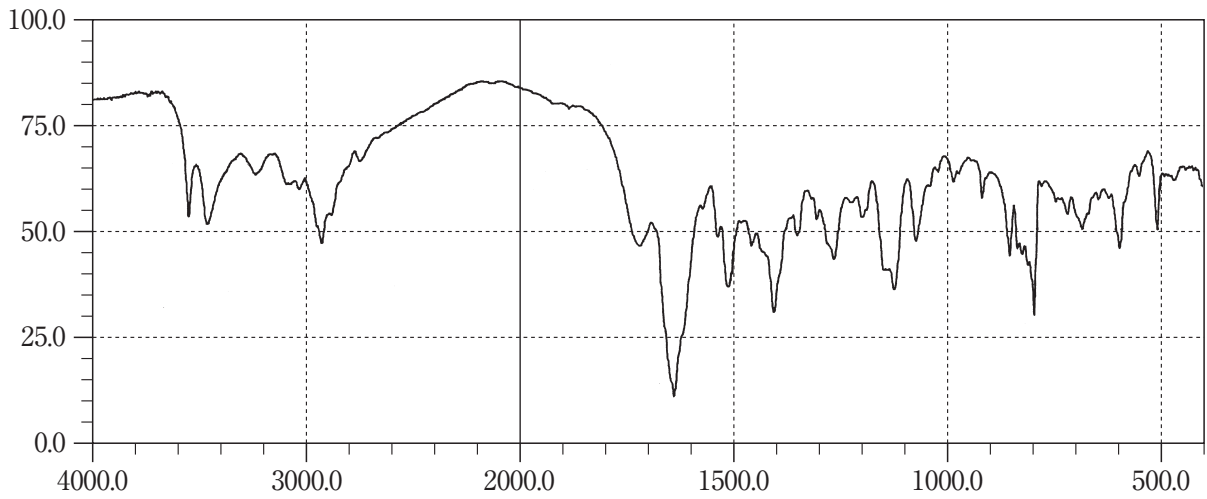
スリンダク



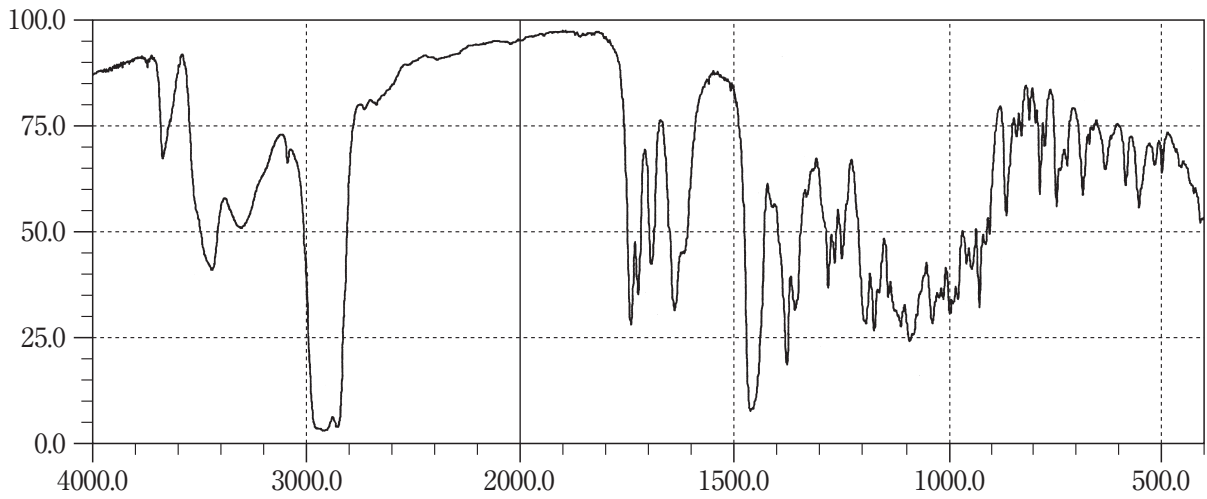
セボフルラン



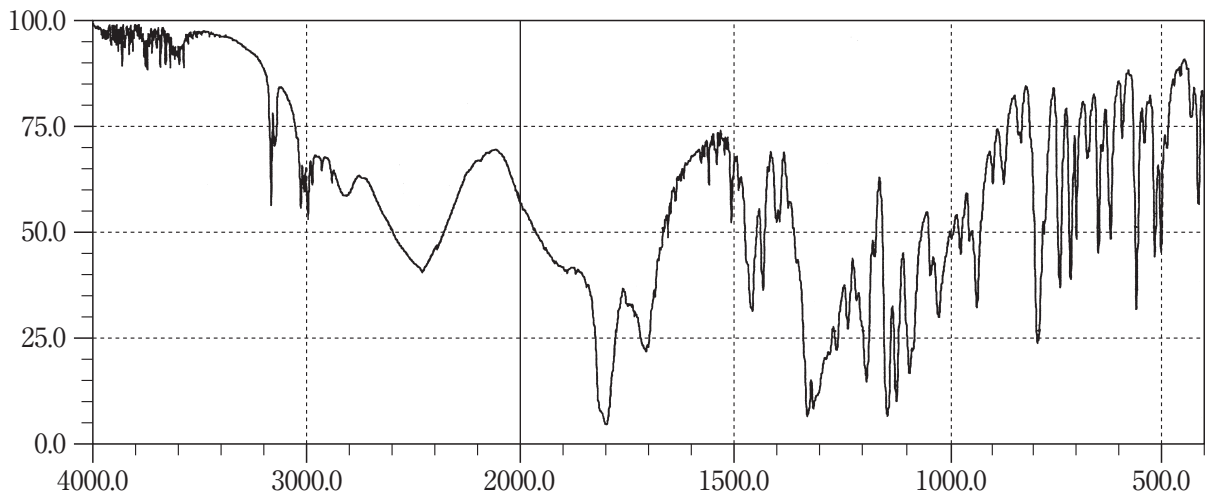
ゾルピデム酒石酸塩



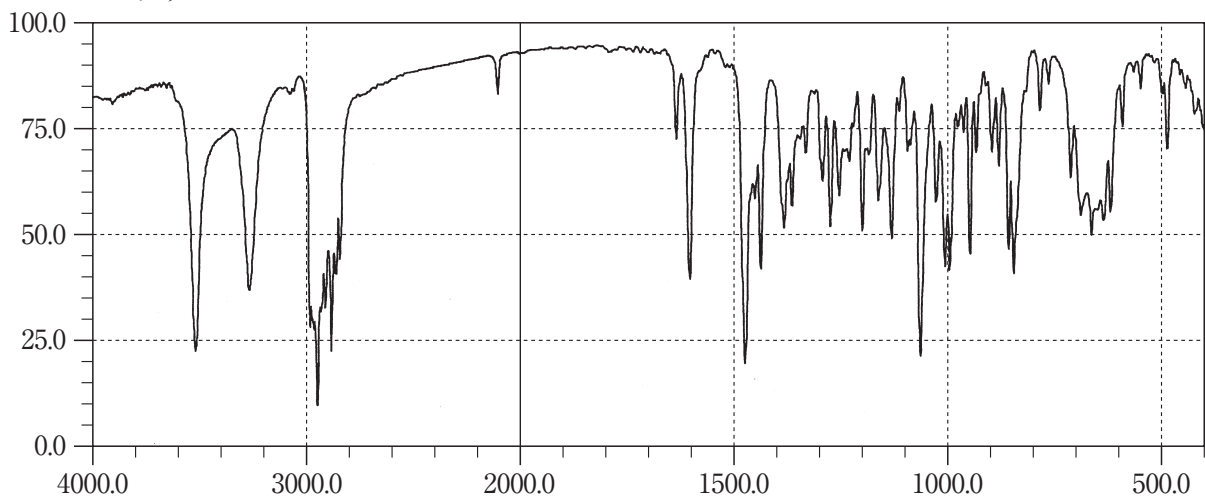
タクロリムス水和物



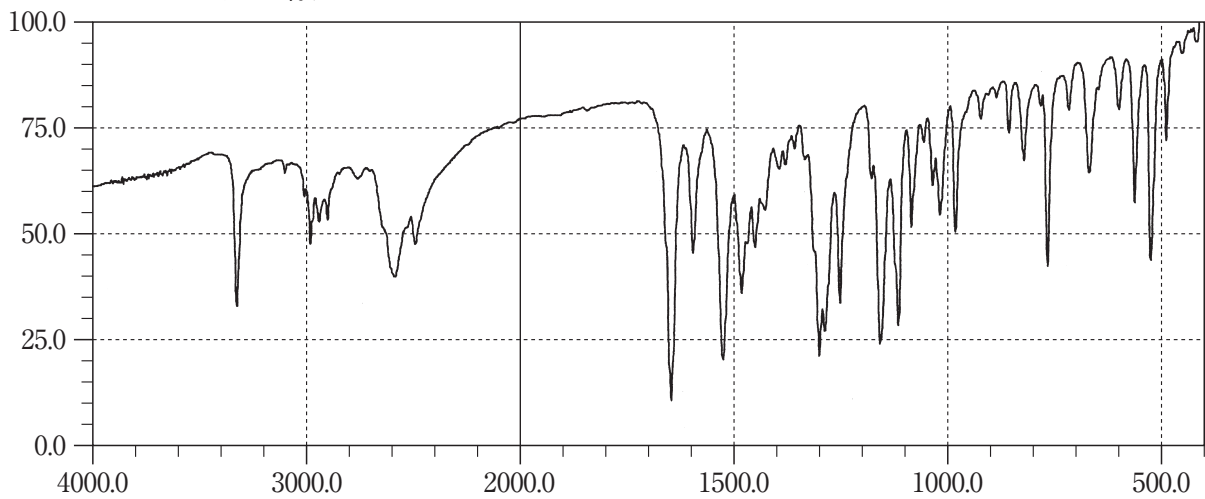
タバクタム



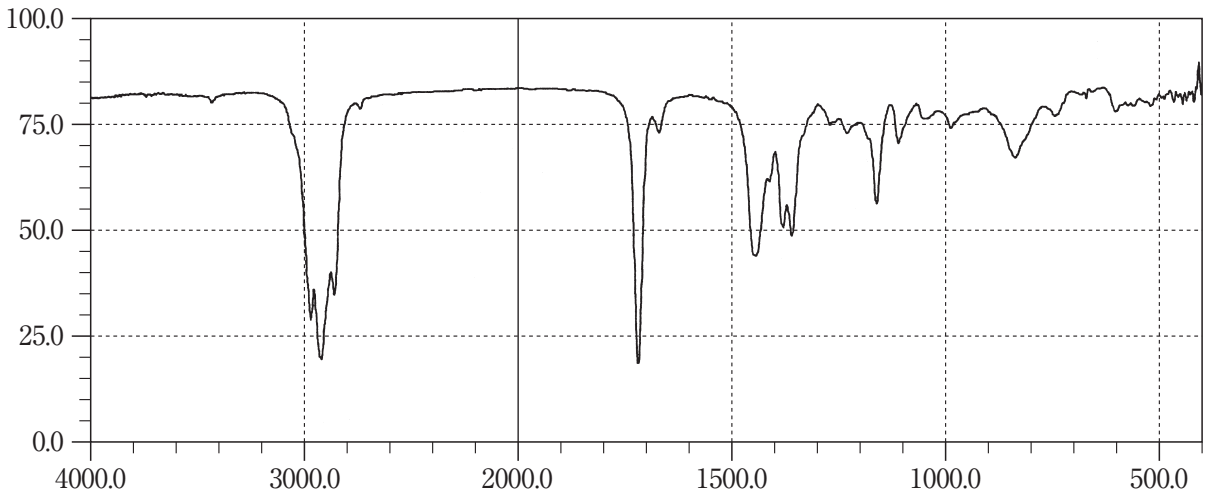
ダナゾール



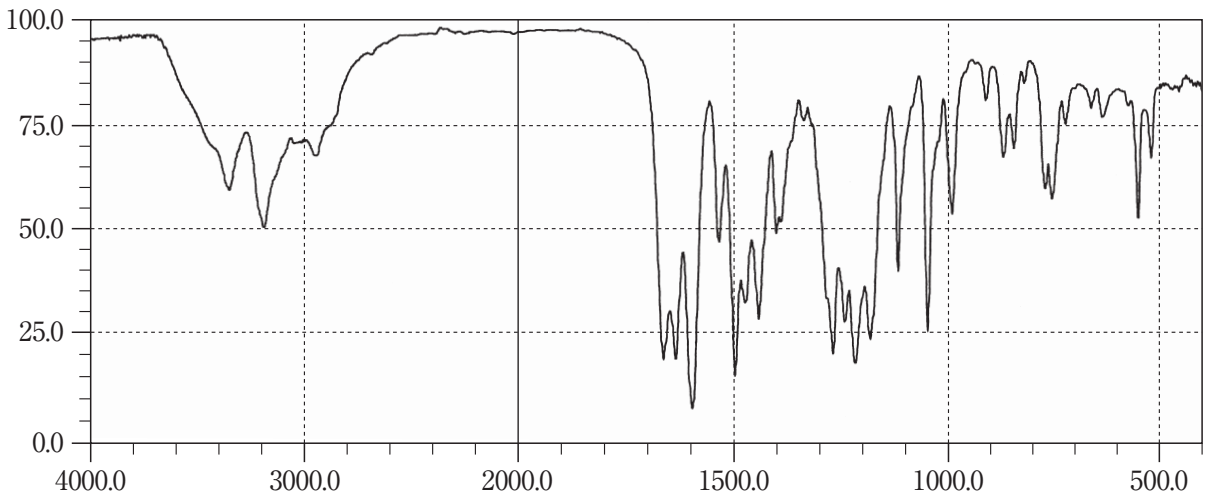
チアプリド塩酸塩



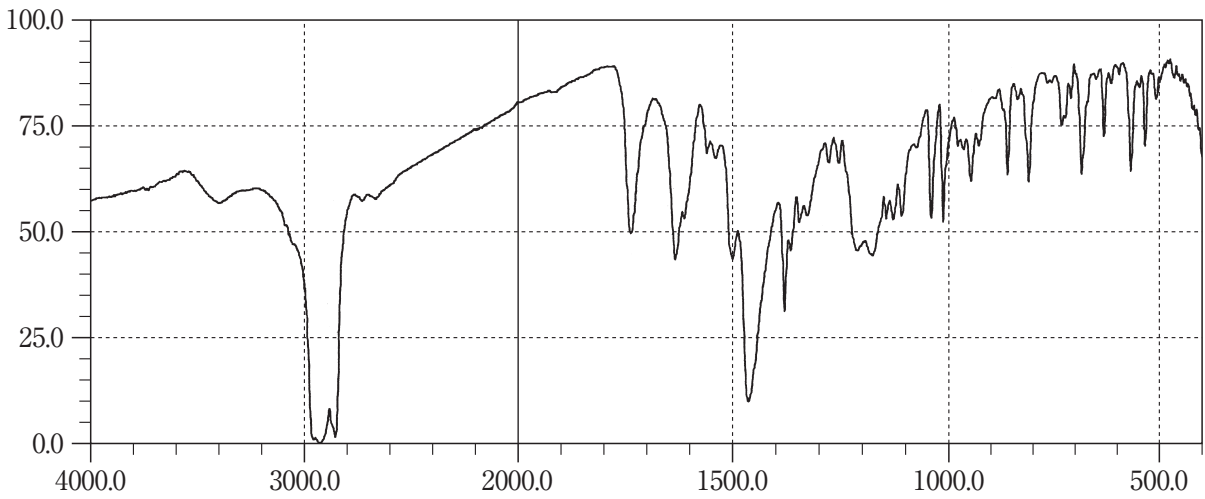
テブレノン

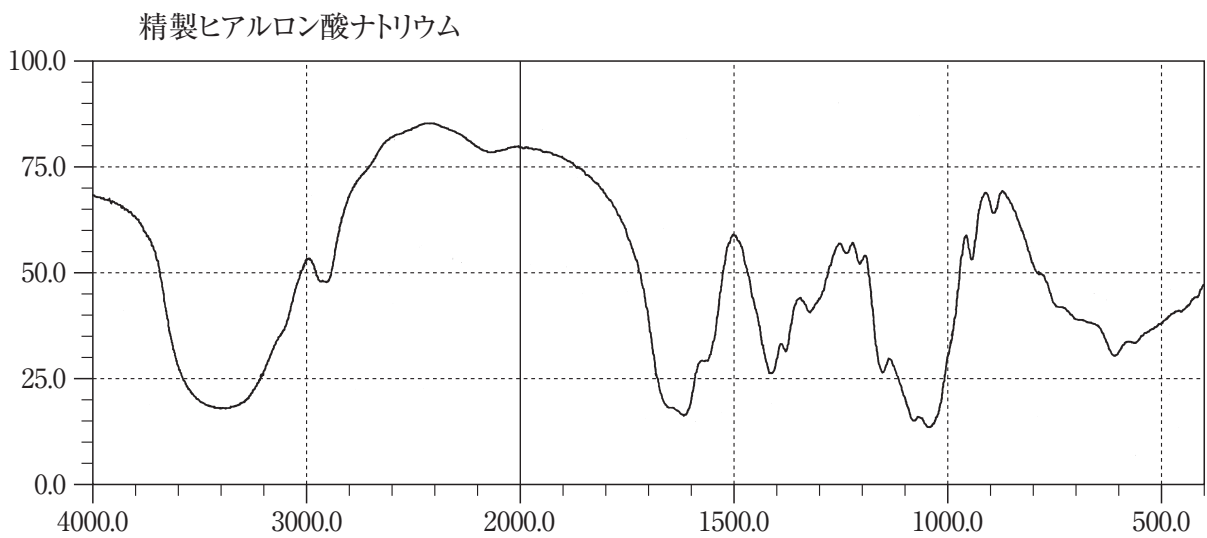
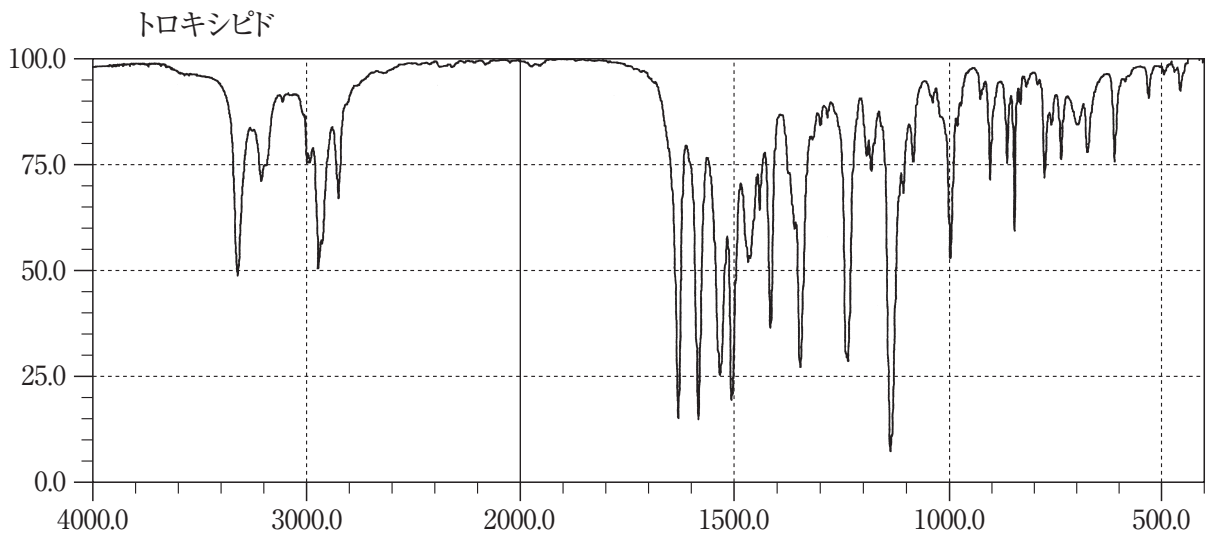
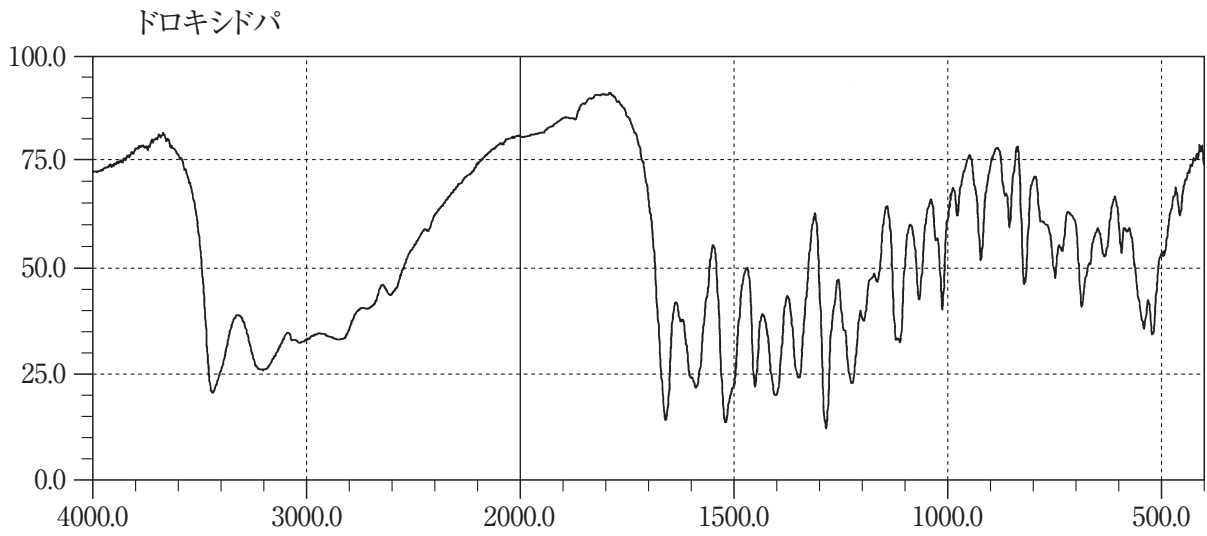


ドキサゾシンメシル酸塩

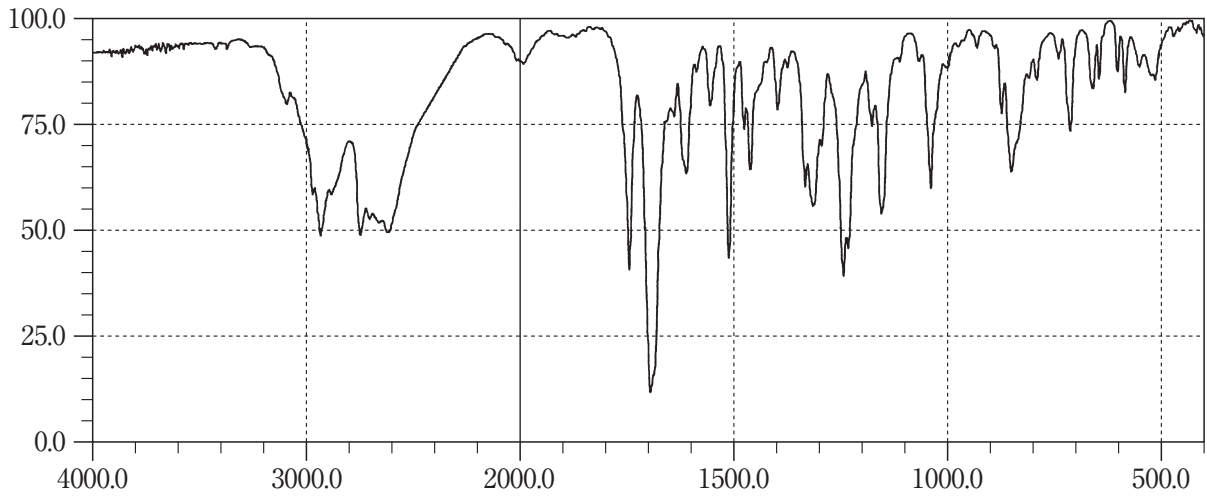


トスフロキサシントシル酸塩水和物

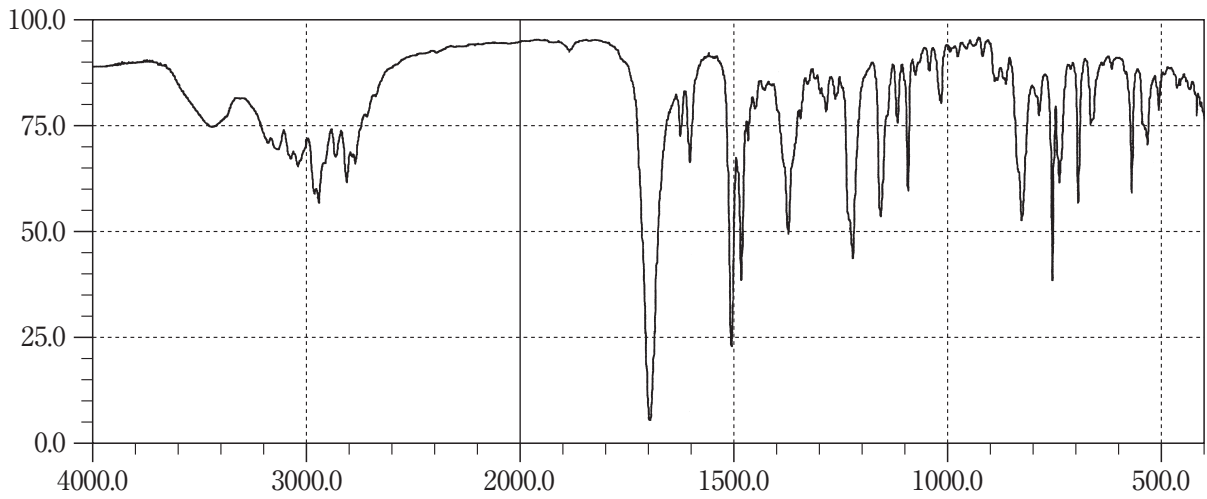




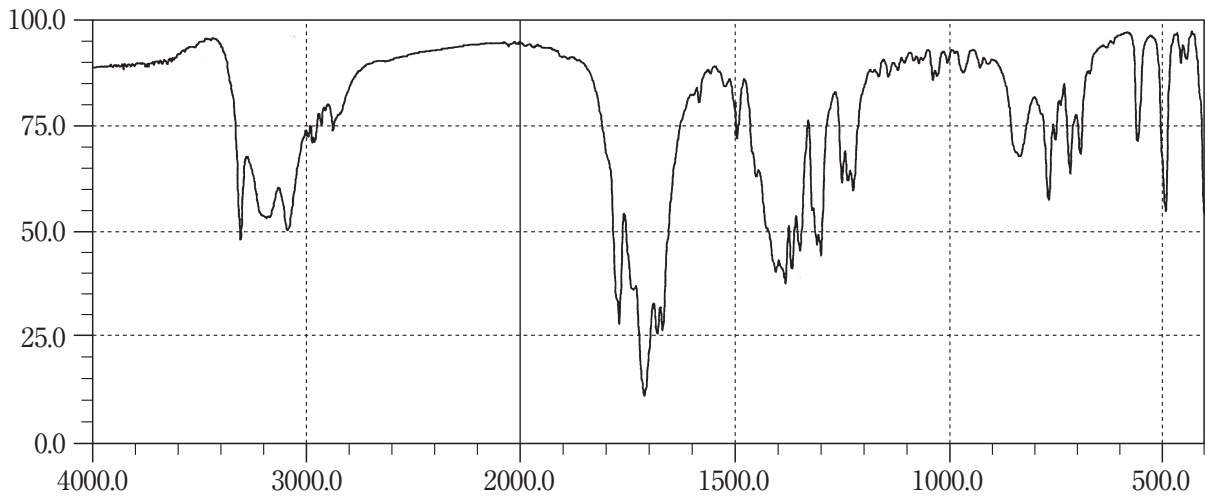
ピオグリタゾン塩酸塩



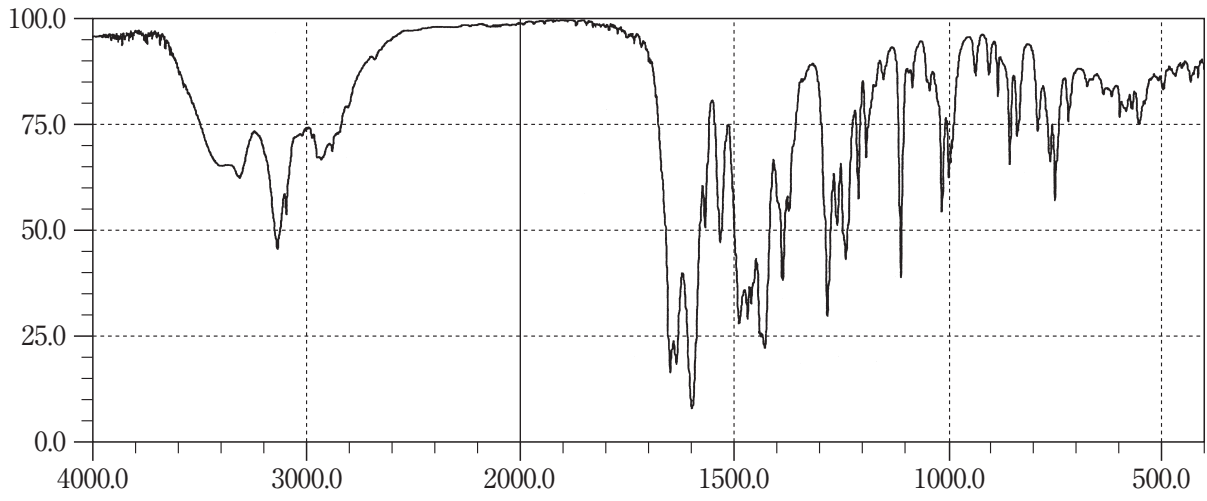
ピモジド



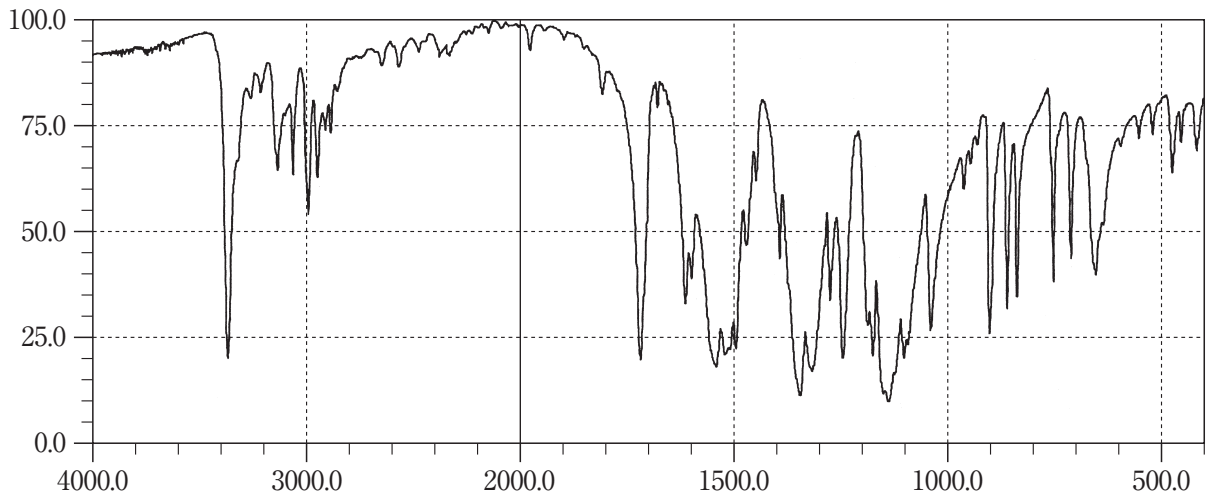
フェノバルビタール



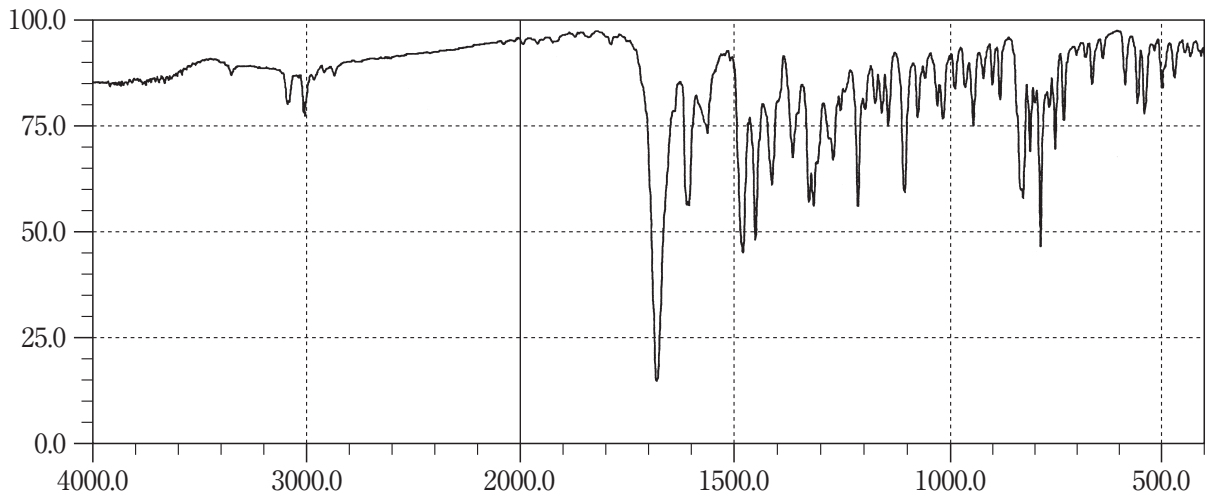
プラゾシン酸塩



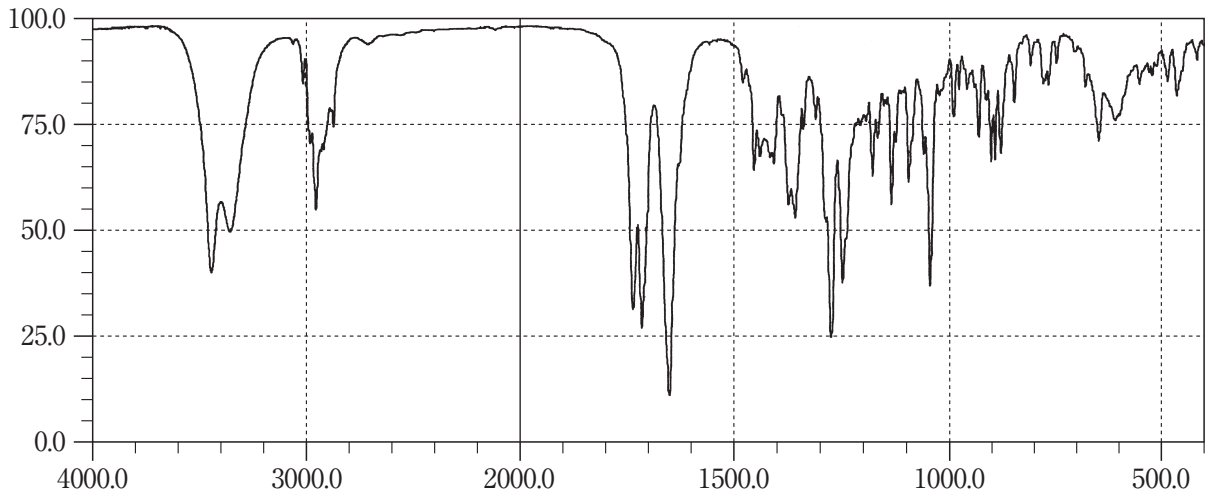
フルタミド



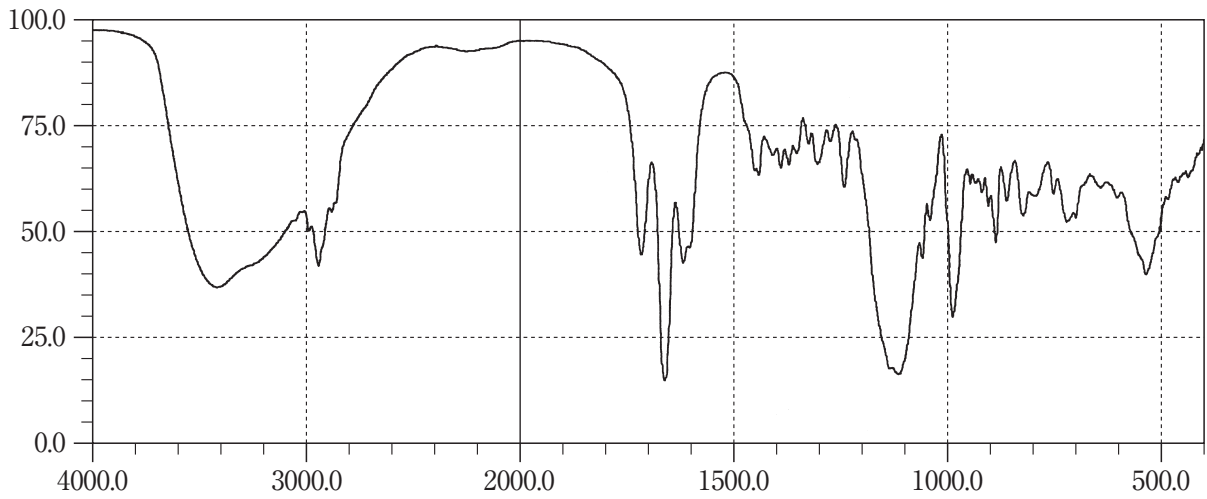
フルトプラセパム



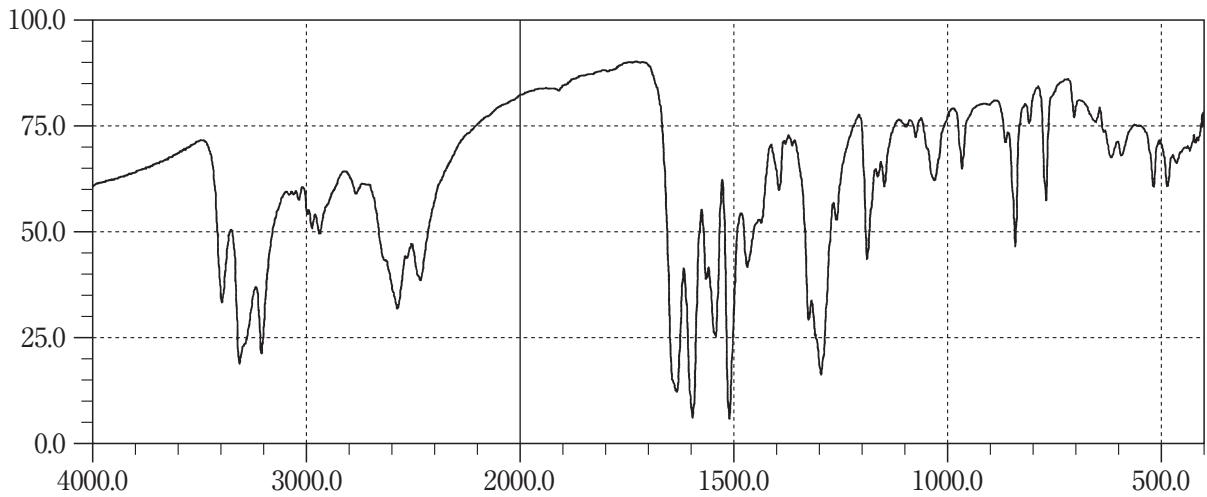
フルドロコルチゾン酢酸エステル



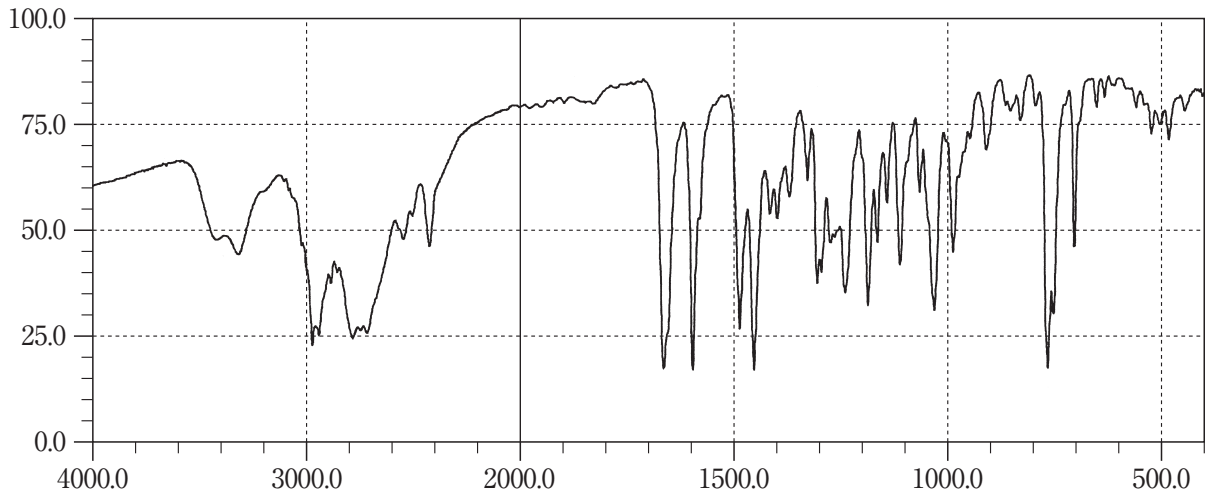
プレドニゾンリン酸エステルナトリウム



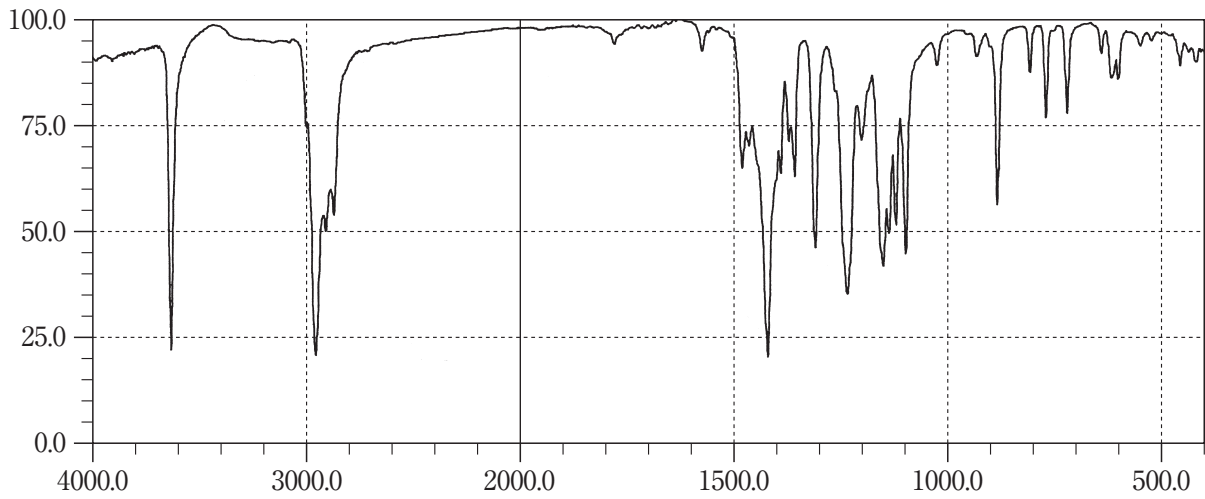
プロカインアミド塩酸塩



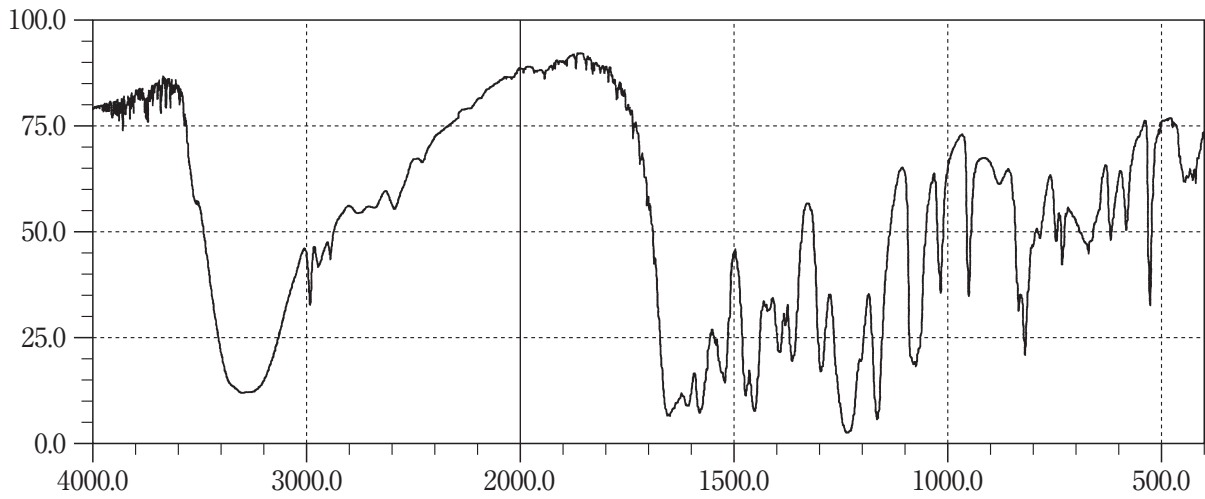
プロパフェノン塩酸塩



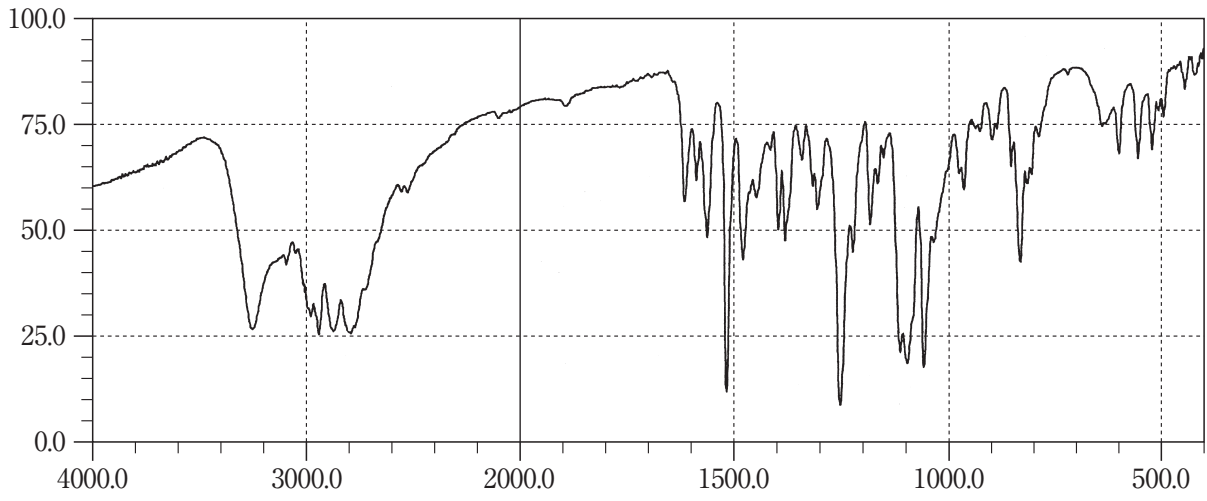
プロブコール



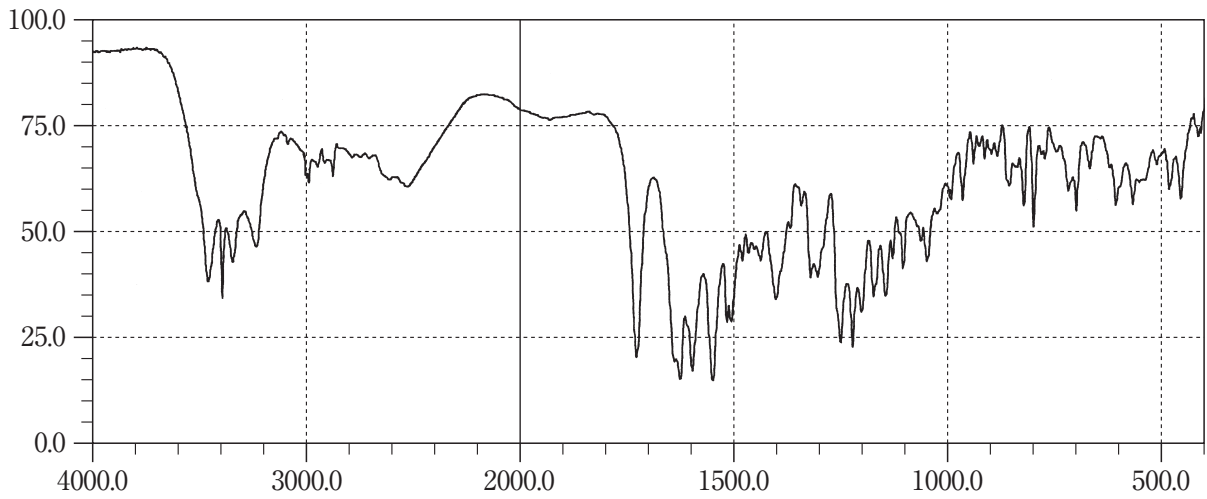
フロプロピオン



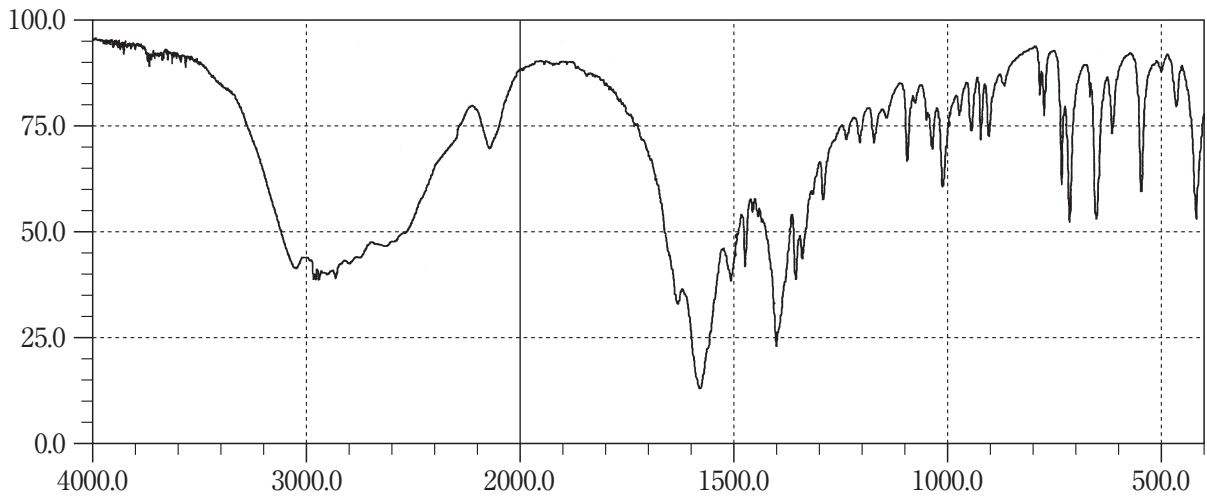
ベタキソロール塩酸塩

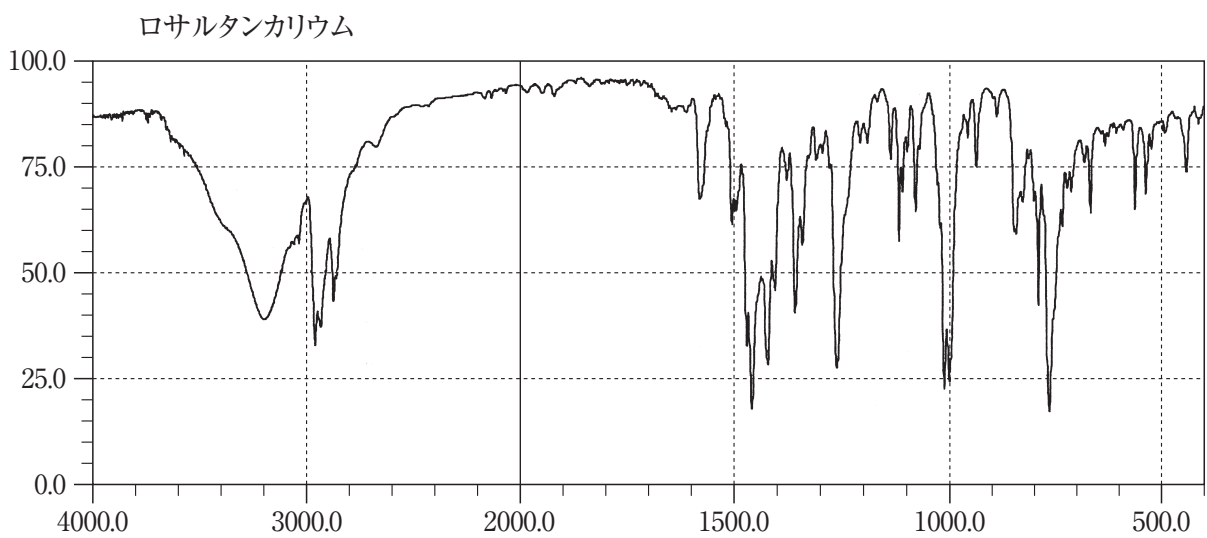
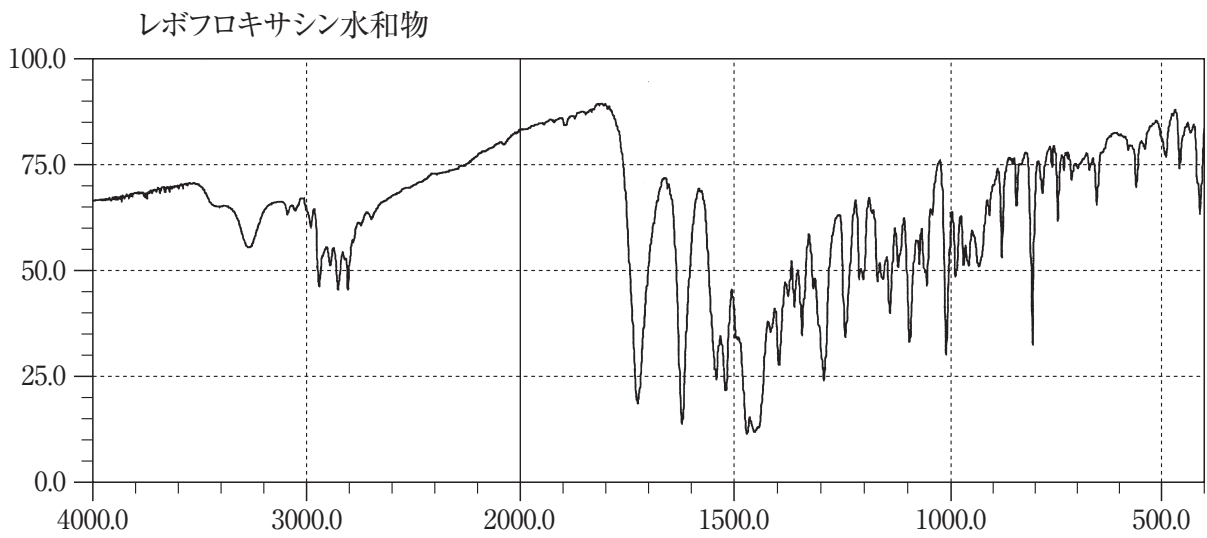
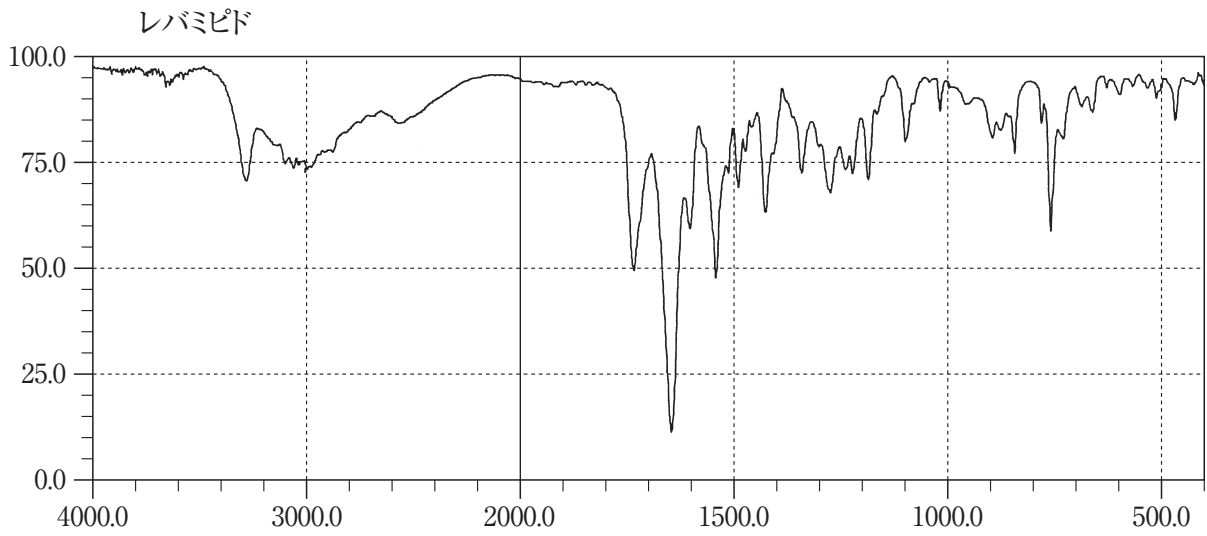


モサプリドクエン酸塩水和物



L-リジン酢酸塩





参 考 情 報

参考情報 改正事項

参考情報 14. 第十五改正日本薬局方における国際調和の
 条に次を加える。

14. 第十五改正日本薬局方における国際調和

調和年月：2008 年 6 月 (Rev. 1)

| 薬局方調和事項 | 第十五改正日本薬局方 (第二追補) | 備 考 |
|---|-------------------------------------|-----------------------------|
| Bulk Density and Tapped Density of Powders | 3.01 かさ密度及びタップ密度測定法 (前書き) | 日本薬局方独自記載事項： 当該測定法に関する説明 |
| Bulk density | かさ密度 | |
| Method 1: Measurement in a graduated cylinder | 第 1 法 (メスシリンダーを用いる方法) | |
| Procedure | 操作法 | |
| Method 2: Measurement in a volumeter | 第 2 法 (ボリュメーターを用いる方法) | |
| Apparatus | 装置 | |
| Procedure | 操作法 | |
| Method 3: Measurement in a vessel | 第 3 法 (容器を用いる方法) | |
| Apparatus | 装置 | |
| Procedure | 操作法 | |
| Tapped density | タップ密度 | |
| Method 1 | 第 1 法 | |
| Apparatus | 装置 | |
| Procedure | 操作法 | |
| Method 2 | 第 2 法 | |
| Procedure | 操作法 | |
| Method 3 | 第 3 法 | |
| Procedure | 操作法 | |
| Measures of powder compressibility | 粉体の圧縮性の尺度 | |

調和年月：2007 年 5 月

| 薬局方調和事項 | 第十五改正日本薬局方 (第二追補) | 備 考 |
|--|---------------------------------|---|
| Gas Pycnometric Density of Solids (Introduction) | 3.03 粉体の粒子密度測定法 (前書き) | 日本薬局方独自記載事項： 測定法の対象を記載 測定温度の部分は操作法に記載 |
| Apparatus | 1. 装置 装置の校正 | |
| Method | 2. 操作法 | |
| Expression of the results | 2. 操作法 | |

調和年月：2006 年 10 月

| 薬局方調和事項 | 第十五改正日本薬局方 (第二追補) | 備 考 |
|--------------------|-------------------|-----|
| Rice Starch | コメデンプン | |
| Definition | 基原 | |
| Identification A | 確認試験 (1) | |
| Identification B | 確認試験 (2) | |
| Identification C | 確認試験 (3) | |
| pH | pH | |

| | | |
|----------------------|---------------|--|
| Iron | 純度試験（1）鉄 | |
| Loss on drying | 乾燥減量 | |
| Sulphated ash | 強熱残分 | |
| Oxidising substances | 純度試験（2）酸化性物質 | |
| Sulphur dioxide | 純度試験（3）二酸化イオウ | |

調和年月：2007 年 5 月

| 薬局方調和事項 | 第十五改正日本薬局方（第二追補） | 備 考 |
|-----------------|------------------|-----|
| | 参考情報 | |
| Powder Fineness | 粉体の細かさの表示法 | |

参考情報 20. バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品の製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ否定試験を次のように改める。

20. バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品の製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ否定試験

本文書は、バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品の製造に使用する細胞基材で細胞バンクを基にするものに対し、現段階で実施すべきと考えられるマイコプラズマ否定試験について述べたものである。

試験方法としては、A. 培養法、B. 指標細胞を用いた DNA 染色法、C. ポリメラーゼ連鎖反応（PCR）による検出法が挙げられる。

本マイコプラズマ否定試験の対象は、マスター・セル・バンク（MCB）、ワーキング・セル・バンク（WCB）及び医薬品製造工程中の培養細胞である。これらに対して、A 法と B 法による試験を実施する。ただし、B 法はマイコプラズマ由来以外の DNA も検出するので、B 法のみ陽性を示した場合は C 法によりマイコプラズマの存在を否定することも考えられる。この場合、C 法に用いるプライマーその他の試薬や反応条件を含めた試験方法の選択、方法の感度と特異性及び検体調製の妥当性を含め、マイコプラズマの存在を否定できると判定した合理的な理由を示す必要がある。

マイコプラズマ否定試験を実施する前には、検体がマイコプラズマ発育阻止因子を有するかどうか試験しておく必要がある。発育阻止因子が含まれる場合には、遠心分離、細胞の継代などの適切な方法により発育阻止因子を中和あるいは除去する。

検体を採取後 24 時間以内に試験するときは 2 ~ 8℃ で、24 時間を超える場合は -60℃ 以下で保存する。

マイコプラズマが検出された場合、種を同定するための試験を行えば混入の原因を推定するのに役立つ可能性がある。

A. 培養法

1. 培地

培養法にはカンテン平板培地と液体培地の両方を使用する。両培地にはペニシリン以外の抗生物質を使用してはならない。使用する培地としては、生物学的製剤基準に記載されているものを参考にする。ただし、2. の培地の性能試験に適合するものであれば他の培地でもよい。

2. 培地の性能試験

試験に用いる培地については、各ロットごとにマイコプラズマの発育性能に関し、適性であるか否かの試験を実施する。そのためには、少なくとも 2 種類の既知の菌株、デキストロース分解マイコプラズマ (*M. pneumoniae* ATCC15531 又は同等の種又は株) とアルギニン分解マイコプラズマ (*M. orale* ATCC23714 又は同等の種又は株) を陽性対照として加えた培地での試験をその都度実施し、これらの既知のマイコプラズマが検出できることを確認しておく必要がある。陽性対照試験に使用するマイコプラズマ株は、公的又は適切と認められた機関より入手後適切に管理された継代数の低いもので、100 CFU (コロニー形成単位) 以下又は 100 CCU (色調変化単位) 以下で培地に接種する。

3. 培養及び観察

1) カンテン平板培地 1 枚当たり検体 (細胞懸濁液) 0.2 mL 以上を、プレートに均等に広がるように接種する。カンテン平板培地は 1 検体当たり 2 枚以上とする。検体を接種した後、カンテン平板培地表面を乾燥し、5 ~ 10 % の炭酸ガスを含む窒素ガス中 (微好气的条件) で、適切な湿度のもと 36 ± 1℃ で 14 日間以上培養する。

2) 液体培地 1 本当たり検体 (細胞懸濁液) 10 mL 以上を、100 mL の液体培地を入れた容器に接種する。液体培地は 1 検体当たり 1 本以上とし、36 ± 1℃ で培養する。

被検細胞の培養液中に抗生物質などのマイコプラズマ発育阻止因子が含まれているような場合には発育阻止因子を除去する必要があるが、遠心処理などはそうした目的に適している。マイコプラズマ発育阻止因子の測定は、生物学的製剤基準に記載されているマイコプラズマ発育阻止活性の試験を参考にできる。

3) 2) での培養開始後 3 日目、7 日目及び 14 日目の計 3 回にわたり、それぞれ各液体培地より 0.2 mL ずつを採取し、カンテン平板培地各 2 枚以上に接種する。カンテン平板培地での培養は微好气的条件で、36 ± 1℃ で 14 日間以上培養する。

4) 全カンテン平板培地を対象に 7 日目と 14 日目に 100 倍以上の倍率の顕微鏡でマイコプラズマの集落の有無を調べる。

B. 指標細胞を用いた DNA 染色法

試験操作法の妥当性についてあらかじめ検討するため、培養 Vero 細胞に 100 CFU 以下又は 100 CCU 以下の *M. hyorhinis* (ATCC29052, ATCC17981 又は同等の種又は株) 及び *M. orale* (ATCC23714 又は同等の種又は株) を接種する。

マイコプラズマ汚染の検出に関して既知のものと同様以上の検出感度があることを示すデータがある場合は上記以外の指標

細胞やマイコプラズマ菌株を本試験に使用することもできる。マイコプラズマ菌株は、公的又は適当と認められた機関より入手後適切に管理された継代数の低いものにつき、接種単位をあらかじめ設定した上で使用しなければならない。細胞は適当と認められた細胞保存機関からマイコプラズマが検出されていないことを確認したデータと共に入手しなければならない。入手した細胞は、マイコプラズマ混入を避けて注意深く培養し、多数の種ストックを作製して、本文書で示すいずれか一つ以上の方法でマイコプラズマの混入を否定した後、凍結保存する。試験にはこのストックを解冻し、6 継代以内のものを使用しなければならない。

カバーグラスを沈めた培養ディッシュ又は同等の容器に指標細胞を接種し、1 日増殖させる。この培養ディッシュ 2 枚以上に試験検体（細胞培養上清）1 mL 以上を接種する。

試験には、陰性（非接種）対照及び 2 種類のマイコプラズマ陽性対照をおく。陽性対照には、例えば *M. hyorhinis* (ATCC29052, ATCC17981 又は同等の種又は株) 及び *M. orale* (ATCC23714 又は同等の種又は株) 100 CFU 以下又は 100 CCU 以下を使用する。

細胞は 5 % 炭酸ガスを含む空气中 $36 \pm 1^\circ\text{C}$ で 3 ~ 6 日間培養する。

カバーグラス上の培養細胞を固定後、ビスベンズイミダゾール (bisbenzimidazole) 又は同等の染色剤により DNA 蛍光染色し、蛍光顕微鏡（倍率 400 ~ 600 倍又はそれ以上）でマイコプラズマの存在を鏡検する。陰性対照及び陽性対照と検体を比較しマイコプラズマ汚染の有無を判定する。

方法

1) 細胞培養用ディッシュ（直径 35 mm）に滅菌したカバーグラスを無菌的に置く。

2) 10 % ウシ胎児血清（あらかじめマイコプラズマがないことを確認しておく）を含むイーグルの最少必須培地中に Vero 細胞が 1 mL 当たり 1×10^4 細胞となるように細胞懸濁液を調製する。

3) Vero 細胞懸濁液 2 mL を各培養ディッシュに接種する。このときカバーグラスを培地中に完全に沈め、培地表面に浮かないように注意する。細胞がカバーグラスに接着するよう 5 % 炭酸ガスを含む空气中 $36 \pm 1^\circ\text{C}$ で 1 日培養する。

4) 培地を新鮮な培地 2 mL と交換した後、試験検体（細胞培養上清）0.5 mL を培養ディッシュ 2 枚以上に添加する。陰性対照と陽性対照 (*M. hyorhinis* (ATCC29052, ATCC 17981 又は同等の種又は株) 及び *M. orale* (ATCC23714 又は同等の種又は株) 等の 2 種類のマイコプラズマ) についても同じ操作を行う。

5) 培養液を 5 % 炭酸ガスを含む空气中 $36 \pm 1^\circ\text{C}$ で 3 ~ 6 日間培養する。

6) 各ディッシュより培養液を除去し、メタノール/酢酸 (100) 混液 (3:1) (固定液) 2 mL をそれぞれに加え、5 分間放置する。

7) 各ディッシュより固定液を除去し、再度各ディッシュに同量の固定液を加え 10 分間放置する。

8) 固定液を除去し、すべてのディッシュを完全に風乾する。

9) 各ディッシュにビスベンズアミド (bisbenzamide) 蛍光染色液 2 mL を加え、ディッシュに蓋をして室温で 30 分間静置する。

10) 各ディッシュより染色液を吸引除去し、ディッシュを蒸留水 2 mL で 3 回洗浄する。カバーグラスを取り出し乾燥する。

11) カバーグラスに封入液を滴加して封入する。余分な封入液をカバーグラスの端より吸い取る。

12) 400 ~ 600 倍又はそれ以上の倍率の蛍光顕微鏡で観察する。

13) 検体と陰性対照及び陽性対照の顕微鏡像を比較する。

14) 細胞核を囲むように微小な核外蛍光斑点を持つ細胞が 1000 個のうち 5 個 (0.5 %) 以上あれば陽性と判定する。

C. ポリメラーゼ連鎖反応 (PCR) による検出法

PCR 法は、非常にわずかな量のマイコプラズマ DNA を特異的に検出することが可能な方法として現在ではよく知られており、細胞のマイコプラズマ汚染の検査法として、近年広く利用されてきている。しかし、その感度と特異性は採用した方法に依存し、また PCR で陽性反応を得てもそれは必ずしも生きたマイコプラズマの存在を意味するものではない。

PCR 法では培養細胞から得た DNA を特異的なプライマーを用いて増幅することによって目的 DNA の有無を検出する。試験の検出感度と特異性を高めるには 2 段 PCR 法（ネステッド PCR 法）を用いることが望ましい。試験は陽性対照（例えば 100 CFU 以下又は 100 CCU 以下の *M. hyorhinis* (ATCC29052, ATCC17981 又は同等の種又は株)）と陰性対照を置き実施する。

細胞又は細胞培養液に含まれるマイコプラズマ DNA を増幅するにはマイコプラズマに共通な DNA 配列に対応するプライマーを用いる。増幅に際しては耐熱性 DNA ポリメラーゼのような適切なポリメラーゼを用い適切な条件下で反応を行う。増幅した DNA をアガロースゲル電気泳動を用いて分離し、エチジウムブロマイド染色後、UV 照射により検出する。

本法で重要な点は、マイコプラズマに特異的で、かつ広範囲のマイコプラズマによく保存されている塩基配列に対応するプライマーを用いることである。例えばマイコプラズマの 16S-23S リボソーム遺伝子間のスペーサー領域等に対応するプライマーがある。

1 次 PCR で陰性となった場合には、感度と特異性を高めるためネステッドプライマーを用いる 2 段 PCR 法を実施することが望ましい。

2 次 PCR に用いるプライマーは内側配列部分のネステッドプライマーを選択する。アウトター及びインナープライマーは実験的又は文献的に有効性と特異性が証明されていない。

なお、Vero 細胞を用いて検体中に存在する可能性があるマイコプラズマの増殖を図った後に PCR を行い、感染性マイコプラズマ由来の DNA の検出精度を高める方法もある。

以下に 2 段 PCR 法の例を示す。試薬や反応条件については、例示に限らず、適切であることが確認されている場合にはそれを使用してもよい。他の方法を使用する場合は、用いた方法の妥当性が立証され、その詳細が記載されていないと認められない。その中に方法の感度と特異性が示されていない。

操作法の例

1. テンプレートの調製

1) 被験細胞懸濁液（必要ならば Vero 細胞により継代す

る) 600 μL をチューブにとり, 細胞を 0.1 % SDS 等で溶かし, 同量の TE 緩衝液 (10 mmol/L トリス-塩酸 (pH 8.0), 1 mmol/L EDTA) を飽和したフェノールを加え, 混合する.

2) 室温で 15000 rpm, 5 分間遠心する.

3) 上清 400 μL を別のチューブに移し, 3 mol/L 酢酸ナトリウム 10 μL を加える.

4) エタノール (95) 1 mL (2.5 倍量) を加え, 十分に攪拌する. 15 分間水冷した後, 4°C で 15000 rpm, 10 分間遠心する.

5) 上清を除去し, 沈殿を 80 % エタノール 200 ~ 300 μL で 1 ~ 2 回洗浄し, 洗液はピペットで除去する. 4°C で 15000 rpm, 10 分間遠心後, 上清を完全に除去し, 沈殿を乾燥する.

6) 沈殿を精製水 40 μL に溶解する.

2. 陽性対照, 陰性対照についても同様の処理を行う.

3. 1 段目 PCR

1) 耐熱性 DNA ポリメラーゼ, dNTP 溶液, アウタープライマー, 反応緩衝液 (Mg イオンを含む) を混合し, 1 本のチューブに 90 μL ずつ分注する.

2) 調製したテンプレートより 10 μL をとり, 1 段目の PCR 反応液 (90 μL) を入れたチューブ 1 本ずつに加える.

3) 94°C で 30 秒間の変性, プライマーに適した温度 (例示のプライマーの場合は 55°C) で 2 分間のアニーリング, 72°C で 2 分間の伸長を, 30 回繰り返して DNA 増幅を行う.

4. 2 段目 PCR

1) 耐熱性 DNA ポリメラーゼ, dNTP 溶液, インナープライマー, 反応緩衝液 (Mg イオンを含む) を混合し, 1 本のチューブに 99 μL ずつ分注する.

2) 1 段目の PCR を終了したチューブから, それぞれの生成物 (1 μL) をとり, 2 段目の PCR 反応液 (99 μL) を入れたチューブ 1 本ずつに加える.

3) 94°C で 30 秒間の変性, プライマーに適した温度 (例示のプライマーの場合は 55°C) で 2 分間のアニーリング, 72°C で 2 分間の伸長を, 30 回繰り返して DNA 増幅を行う.

5. アガロースゲル電気泳動

1) 1 段目及び 2 段目の PCR 生成物 (10 μL) を, 泳動の先端を確認するための適当な色素液 (2 μL) と混合し, 1 % アガロースゲル電気泳動を行う.

2) アガロースゲルをエチジウムブロマイドにより染色し, 紫外線照射条件下で写真撮影する.

3) DNA バンドが検出された場合, 陽性と判定する.

[プライマーの例示]

・マイコプラズマ検出用

アウタープライマー

F1:5'-ACACCATGGGAG(C/T)TGGTAAT-3'

R1:5'-CTTC(A/T)TCGACTT(C/T)CAGACCCAAGG-CAT-3'

インナープライマー

F2:5'-GTG(G/C)GG(A/C)TGGATCACCTCCT-3'

R2:5'-GCATCCACCA(A/T)A(A/T)AC(C/T)CTT-3'

() は混合

[PCR 反応液]

[1 段目] [2 段目]

dNTP 溶液 (各 1.25 mol) 16 μL 16 μL

| | | | | |
|---|----|------------------|----|------------------|
| プライマー (10 pmol/ μL) | F1 | 2 μL | F2 | 2 μL |
| プライマー (10 pmol/ μL) | R1 | 2 μL | R2 | 2 μL |
| 耐熱性 DNA ポリメラーゼ (1 U/ μL) | | 2 μL | | 2 μL |
| 反応緩衝液 | | | | |
| 25 mmol/L 塩化マグネシウム | | 8 μL | | 8 μL |
| 10 倍緩衝液* | | 10 μL | | 10 μL |
| 滅菌精製水 | | 50 μL | | 59 μL |

*10 倍緩衝液の組成

| | |
|---|------------|
| 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3- プロパンジオール・塩酸 (pH 8.4) | 100 mmol/L |
| 塩化カリウム | 500 mmol/L |
| 塩化マグネシウム | 20 mmol/L |
| ゼラチン | 0.1 g/L |

[Vero 細胞中でマイコプラズマを増殖させる方法]

1) 試験検体, 陽性対照及び陰性対照について, それぞれ 2 枚以上のディッシュを使用する.

2) 細胞培養用ディッシュ (直径 35 mm) に, 10 % ウシ胎児血清 (PCR によりあらかじめマイコプラズマ DNA が検出されないことを確認しておく) を含むイーグル最少必須培地を用いて調製した Vero 細胞懸濁液 (1×10^4 細胞/mL) を 2 mL ずつ加え, 5 % 炭酸ガスを含む空气中, $36 \pm 1^\circ\text{C}$ で 1 日培養する.

3) 古い培地を新鮮な培地と交換し, 試験検体 (細胞培養上清) 0.5 mL を Vero 細胞の培養ディッシュ 2 枚以上に接種する. 陽性対照 (例えば 100 CFU 以下又は 100 CCU 以下の *M. hyorhinis* (ATCC29052, ATCC17981 又は同等の種又は株)) と陰性対照についても同じ操作を行う.

4) 試験検体, 陽性対照並びに陰性対照を接種した Vero 細胞の培養ディッシュをそれぞれ 5 % 炭酸ガスを含む空气中, $36 \pm 1^\circ\text{C}$ で 3 ~ 6 日間培養する.

参考情報に次の 32. 近赤外吸収スペクトル測定法, 33. 蛍光染色による細菌数の迅速測定法, 34. システム適合性及び 35. 粉体の細かさの表示法を加える.

32. 近赤外吸収スペクトル測定法

近赤外吸収スペクトル測定法 (NIR) は, 被検物質による近赤外領域における光の吸収スペクトルを測定し, その解析を行うことにより, 物質の定性的又は定量的評価を行うための分光学的方法の一つである.

近赤外光は, 可視光と赤外光の間であって, 通常, 750 ~ 2500 nm ($13333 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$) の波長 (波数) 範囲の光を指す. 近赤外光の吸収は, 主として赤外領域 ($4000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$) における基準振動の倍音 (over-tones) 又は結合音 (combinations) による振動によって生じ, 特に水素原子が関与する O-H, N-H, C-H, S-H による吸収が主である. 例えば, N-H の非対称伸縮振動は 3400 cm^{-1} 付近にあるが, その第 1 倍音による吸収は 3400 cm^{-1} の 2 倍弱の 6600 cm^{-1} (波長 1515 nm) 付近に現れる.

近赤外域における吸収は, 赤外域における基準振動による吸

収よりもはるかに弱い。また、近赤外光は、可視光に比較して長波長であることから、光は粉体を含む固体試料中、数 mm の深さまで侵入することができる。この過程で吸収される光のスペクトル変化（透過光又は反射光）より、試料に関わる物理的及び化学的知見が得られることから、本法は、非破壊分析法としても広く活用されている。

近赤外吸収スペクトルの解析法としては、検量線法などの一般的な分光学的手法が適用可能であれば、これを用いるが、通常、ケモメトリックスの手法を用いて解析を行う。ケモメトリックスは、通例、化学データを数量化し、情報化するための数学的手法及び統計学的手法を指すが、近赤外吸収スペクトル測定法におけるケモメトリックスとしては、重回帰分析法をはじめ、種々の多変量解析法が用いられ、これにより有効成分の定性的又は定量的評価などが行われる。

近赤外吸収スペクトル測定法は、水分の測定又は物質の確認などにおいて、既存の確立された分析法に代えて、迅速かつ非破壊的な分析法として用いられるものであり、この分析法を品質評価試験法として日常的試験に用いる場合、既存の分析法を基準として比較試験を行うことにより、その同等性を確認しておく必要がある。

医薬品分野における近赤外分光法の応用としては、原薬及び製剤中の有効成分、添加剤又は水分について、定性的又は定量的評価を行うことができる。また、結晶形、結晶化度、粒子径等の物理的状態の評価に用いることもできる。更に光ファイバーを用いることにより、装置本体から離れた場所にある試料について、サンプリングを行うことなくスペクトル測定が可能であることから、医薬品の製造工程管理をオンラインで行うための有力な手段としても活用することができる。

1. 装置

近赤外分光光度計には、分散型近赤外分光光度計及びフーリエ変換型近赤外分光光度計がある¹⁾。別に分光部に干渉フィルターを用いた干渉フィルター型近赤外分光光度計もあるが、この方式の装置は医薬品の品質管理分野で用いられることはほとんどない。

1.1 分散型近赤外分光光度計

装置は、光源部、試料部、分光部、測光部、信号処理部、データ処理部及び表示・記録・出力部より構成されている。光源には、ハロゲンランプ、タングステンランプ、発光ダイオード等、近赤外光を高輝度かつ安定に放射するものが用いられる。試料部は、試料セル及び試料ホルダーより構成される。光ファイバー及びコリメーターなどより構成される光ファイバー部を有する装置においては、分光光度計本体から離れた場所に設置された試料部に光を伝送する機能が付与されている。光ファイバーの材質としては、通例、石英が用いられる。

分光部は、分散素子を用いて必要とする波長の光を取り出すためのものであり、スリット、ミラー、分散素子から構成されている。分散素子には、プリズム、回折格子、音響光学素子(AOTF)、液晶チューナブルフィルター(LCTF)等がある。測光部は、検出器及び増幅器で構成されている。検出器としては、半導体検出器(シリコン、硫化鉛、インジウム・ガリウム・ヒ素、インジウム・アンチモン等)のほか、光電子増倍管も用いられる。半導体検出器による検出方法としては、通例、単一素子による検出が行われるが、複数の素子を用いたアレイ型検出器が用いられることもあり、これにより複数波長(波

数)の光の同時検出が可能となる。信号処理部では、増幅器の出力信号から測定に必要な信号を分離し、出力する。データ処理部では、データ変換、スペクトル解析等を行う。表示・記録・出力部は、データ、分析結果及びデータ処理結果等をプリンターに出力する。

1.2 フーリエ変換型近赤外分光光度計

装置の構成は、分光測光部及び信号処理部を除き、基本的に1.1の分散型装置の構成と同様である。

分光測光部は、干渉計、サンプリング信号発生器、検出器、増幅器、A/D変換器等で構成される。干渉計には、マイケルソン干渉計、トランセプト干渉計及び偏光干渉計等がある。信号処理部については、分散型装置で要求される機能に加え、得られた干渉波形(インターフェログラム)をフーリエ変換により吸収スペクトルへ読み替える機能が付与されている。

2. 測定法

近赤外吸収スペクトル測定法には透過法、拡散反射法及び透過反射法の3種の測定法がある。測定法の選択は、試料の形状及び用途に依存し、粉体を含む固体試料には透過法又は拡散反射法が、液体試料には透過法又は透過反射法が用いられる。

2.1 透過法

透過法では、光源からの光が試料を通過する際の入射光強度の減衰の度合いを透過率 T (%) 又は吸光度 A として表す。試料は、光源と検出器の間の光路中に置かれるが、この配置は、通常の分光学的計測法におけるものと同様である。

$$T = 100 t$$

$$t = I / I_0 = 10^{-\alpha c l}$$

I_0 : 入射光の強度
 I : 透過光の強度
 α : 吸光係数
 c : 溶液の濃度
 l : 層長(試料厚さ)

$$A = -\log t = \log(1/t) = \log(I_0/I) = \alpha c l$$

本法は、液体又は溶液試料に適用される方法であり、石英ガラスセル、フローセルなどに注入し、層長 1 ~ 5 mm 程度で測定する。また、粉体を含む固体試料に対しても適用可能であり、拡散透過法とも呼ばれる。この場合、試料の粒度、表面状態などにより透過光強度は変化することから、適切な層長の選択が重要となる。

2.2 拡散反射法

拡散反射法では、試料から広い立体角範囲に放射する反射光強度 I と対照となる物質表面からの反射光強度 I_r との比を反射率 R (%) として表す。近赤外光は、粉体を含む固体試料中、数 mm の深さまで侵入し、その過程で透過、屈折、反射、散乱を繰り返す、拡散するが、この拡散光の一部は再び試料表面から放射され、検出器に捕捉される。通例、反射率の逆数の対数を波長(波数)に対してプロットすることにより、拡散反射吸光度(A_r)のスペクトルが得られる。

$$R = 100 r$$

$$r = I/I_0$$

I : 試料から拡散反射する反射光強度

I_0 : 対照となる物質表面からの反射光強度

$$A_r = \log(1/r) = \log(I_0/I)$$

また、拡散反射スペクトルの強度表現には Kubelka-Munk (K-M) 関数によるものがある。K-M 関数は十分な厚さを有する試料を仮定して導かれたものであり、試料の濃度、近赤外光に対する吸光係数及び粒子の大きさ、形状、充てんの度合い(疎密)等により定まる光散乱係数を用いて表される。

本法は、粉体を含む固体試料に適用される方法であり、測定に際して、拡散反射装置が必要となる。

2.3 透過反射法

透過反射法は、透過法と反射法を組み合わせたものである。透過反射率 T^* (%) を測定する場合、ミラーを用いて試料を透過した光を再反射させる。光路長は試料厚さの 2 倍にする。一方、対照光は、鏡面で反射して検出器に入る反射光を用いる。ただし、本法を懸濁試料に適用する場合、ミラーの代わりに拡散反射する粗面をもつ金属板又はセラミック反射板などが用いられる。

本法における透過反射吸光度 (A^*) は、次式により得られる。

$$T^* = 100 t^*$$

$$t^* = I/I_T$$

I : 試料が置かれた場合の透過光及び反射光強度

I_T : 試料がない場合の反射光強度

$$A^* = \log(1/t^*)$$

本法は、粉体を含む固体試料、液体試料及び懸濁試料に適用される方法である。固体試料に適用する場合、試料厚さを調節する必要があるが、通例、検出器の直線性と S/N 比が最良となる吸光度で 0.1 ~ 2 (透過率で 79 ~ 1 %) となるように調節する。なお、粉体試料に適用する場合、粉体の粒度に応じて適切な層長をもつセルを選択する必要がある。

3. スペクトルに影響を与える要因

近赤外吸収スペクトル測定法を適用しようとするとき、特に定量的な分析においては、スペクトルに影響を与える要因として、以下の事項に留意する必要がある。

3.1 試料温度

温度が数 °C 違うとスペクトルに有意な変化(例えば、波長シフト)を生ずることがある。特に試料が水溶液であるか、水分を含む場合、注意する必要がある。

3.2 水分又は残留溶媒

試料中の水分又は残留溶媒及び測定環境中の水分(湿度)も近赤外領域の吸収帯に有意な影響を与える可能性がある。

3.3 試料厚さ

試料の厚さは、スペクトル変化の要因であり、一定の厚さに管理する必要がある。例えば、拡散反射法では、試料は十分に厚いことが想定されているが、一定の厚さ以下である場合、高反射率の支持板の上に試料を置き、透過反射法とするなどの工

夫が必要である。

3.4 試料の充てん状態

固体又は粉体試料の測定においては、試料の充てん状態がスペクトルに影響を与える可能性がある。試料のセルへの充てんにあたっては、一定量を一定手順により充てんするよう注意する必要がある。

3.5 試料の光学特性

物理的、化学的又は光学的に不均一な試料の場合、比較的大きな光束 (beam size) を用いるか、複数試料又は同一試料の複数点を測定するか、又は粉碎するなどして、試料の平均化を図る必要がある。また、粉末試料では、粒径、充てんの度合い、表面の粗さ等もスペクトルに影響を与える。

3.6 結晶多形

結晶構造の変化(結晶多形)もスペクトルに影響を与える。複数の結晶形が存在する場合、適用しようとする試料の特性を考慮して、検量線用の標準的な試料についても分析対象となる試料と同様な多形分布を持つように注意する必要がある。

3.7 試料特性の時間的变化

試料は、サンプリング後の時間経過又は保存に伴って化学的、物理的又は光学的性質に変化が生じる可能性があるが、それらの変化は、スペクトルに微妙な影響を与えることになる。例えば、同一試料であっても時間経過が異なれば、近赤外スペクトルとしての特性は有意に変化することがある。したがって、検量線作成の際には、試験室でのオフライン測定とするか、又は製造工程でのオンライン(又はインライン)測定とするかなど、測定までの時間経過を十分に考慮して検量線用試料の調製をするなどの注意が必要である。

4. 装置性能の管理^{2,3)}

4.1 波長(波数)精度

装置の波長(波数)の正確さは、吸収ピークの波長(波数)が確定された物質、例えば、ポリスチレン、希土類酸化物の混合物(ジスプロシウム/ホルミウム/エルビウム (1:1:1)) 又は水蒸気などの吸収ピークと装置の指示値との偏りから求める。通例、次の 3 ピーク位置付近での許容差は下記のとおりとする。

$$1200 \pm 1 \text{ nm} (8300 \pm 8 \text{ cm}^{-1})$$

$$1600 \pm 1 \text{ nm} (6250 \pm 4 \text{ cm}^{-1})$$

$$2000 \pm 1.5 \text{ nm} (5000 \pm 4 \text{ cm}^{-1})$$

ただし、基準として用いる物質により吸収ピークの位置が異なるので、上記 3 ピークに最も近い波長(波数)位置の吸収ピークを選んで適合性を評価する。例えば、希土類酸化物の混合物は 1261 nm, 1681 nm, 1971 nm に特徴的な吸収ピークを示す。

また、透過法での測定を行う場合、ジクロロメタンを基準とし、1155 nm, 1417 nm, 1649 nm, 2352 nm の吸収ピークを用いることができる(層長: 1.0 mm)。波数分解能の高いフーリエ変換型分光光度計では 7306.7 cm^{-1} の水蒸気の吸収ピークを用いることができる。

なお、妥当性が確認できれば、他の物質を基準として用いることもできる。

4.2 分光学的直線性

異なる濃度で炭素を含浸させた板状のポリマー (Carbon-doped polymer standards) など適当な標準板を用いて分光学的直線性の評価を行うことができる。ただし、直線性の確認の

ためには、反射率 10 ~ 90 % の範囲内の少なくとも 4 濃度レベルの標準板を用いる必要がある。また、吸光度 1.0 以上の測定が想定される場合、反射率 2 % 又は 5 % の標準板のいずれか又は両標準板を追加する必要がある。

これらの標準板につき、波長 1200 nm, 1600 nm 及び 2000 nm 付近の位置における吸光度 (A_{OBS}) を測定し、この値 (A_{OBS}) をそれぞれの標準板に付与されている各波長での吸光度 (A_{REF}) に対してプロットするとき、得られる直線の勾配は、いずれの波長においても 1.0 ± 0.05 、縦軸切片は 0 ± 0.05 の範囲内にあることを確認する。

4.3 測光ノイズ (Spectrophotometric noise)

装置の測光ノイズは、白色反射性セラミックタイル又は反射性熱可塑性樹脂 (例えば、ポリテトラフルオロエチレン) など適切な反射率標準板を用いてチェックすることができる。

4.3.1 高フラックスノイズ

高い反射率、例えば、反射率 99 % を有する標準板を用いて、測光ノイズを評価する。測定は、試料及び対照用試料のいずれに対しても標準板を使用して行う。1200 ~ 2200 nm の波長範囲につき、100 nm (セグメント) ごとにノイズの平均二乗根 (RMS) を計算するとき、その平均値は 0.3×10^{-3} 以下であり、個々の値は 0.8×10^{-3} を超えてはならない。

$$RMS = \{1/N \cdot \sum (A_i - A_m)^2\}^{1/2}$$

N : セグメントあたりの測定点数

A_i : セグメントの各測定点における吸光度

A_m : セグメントにおける平均吸光度

4.3.2 低フラックスノイズ

低い反射率、例えば、反射率 10 % を有する標準板を用いて、光量が小さいときの測光ノイズを評価する。この場合、光源、光学系、検出器及び電子回路系のいずれもが、ノイズに対して何らかの影響を与える。高フラックスノイズの場合と同様に、1200 ~ 2400 nm の波長範囲につき、100 nm ごとに RMS を計算するとき、その平均値は 1.0×10^{-3} 以下であり、個々の値は 2.0×10^{-3} を超えてはならない。

5. 定性又は定量分析への応用

近赤外領域では、赤外領域と異なり、主として基準振動の倍音又は結合音がスペクトルとして現れる。これらの吸収スペクトルは官能基及び原子団の吸収バンドが重なって観察されることが多い。したがって、近赤外吸収スペクトル測定法は、従来の分析法とは異なり、定性又は定量分析への応用のためには、通例、多変量解析など、ケモメトリックスの手法を用いてモデル分析法を作成し、それぞれの用途に応じた分析法を確立する必要がある。

また、ケモメトリックスの手法を用いて分析法を確立しようとする場合、近赤外吸収スペクトルの特徴を強調すること及びスペクトルの複雑さや吸収バンドの重なりの影響を減ずるために、スペクトルの一次若しくは二次微分処理又は正規化 (Normalization) などの数学的前処理を行うことは、重要な手順の一つとなる。なお、ケモメトリックスの手法やデータの数学的前処理法は多数あるが、分析目的に合わせ、適切な方法を組み合わせて選択する。

近赤外分析法の確立に際しては、通常、分析法バリデーションで要求される分析能パラメーターに基づくその妥当性の評価

が必要とされるが、パラメーターの選択は、分析法の用途に合わせて適切に行う必要がある。また、近赤外吸収スペクトル測定法の特徴に合わせて、下記の事項に留意する。

- (i) ある分析法で利用しようとする波長 (波数) が、与えられた条件下で分析対象の特性評価のために適しているか。
- (ii) 試料の取り扱い方 (例えば、粉末試料の充てんの度合い、充てん圧等) や構成マトリックスなどの変動要因に対して十分な堅牢性を有しているか。
- (iii) 既存の確立された基準となる分析法と比較して、ほぼ同等の真度及び精度が得られるか。
- (iv) 確立された後の分析法の性能を維持・管理することが重要であり、継続的かつ計画的な保守点検作業が必要とされる。また、製造工程又は原料などの変更及び装置の主要部品の交換などに伴う変更管理又は再バリデーションの実施などに関する適切な評価手順は用意されているか。
- (v) ある装置を用いることを前提として確立された分析法を他の装置に移設し (Model Transfer)、共通に利用しようとする場合、移設の妥当性を確認し得る適切な評価手順は用意されているか。

5.1 定性分析

分析対象となる各物質について、許容される範囲のロット間変動を含んだリファレンスライブラリーを作成し、多変量解析などケモメトリックスの手法を用いて分析法を確立した後、物質の確認などの定性的評価を行う。また、この手法によりロット間における品質特性の微小な差異を推定することもできる。

なお、多変量解析法としては波長相関法、残差平方和法、距離平方和法等の波長 (波数) 又は吸光度などを変数とする直接的な解析法のほか、主成分分析等の前処理をした後に適用される因子分析法、クラスター分析法、判別分析法及び SIMCA (Soft independent modeling of class analogy) 等の多変量解析法もある。

また、近赤外吸収スペクトル全体を一つのパターンと見なし、多変量解析法の適用により得られるパラメーター又は対象物質に特徴的な波長 (波数) でのピーク高さをモニタリングの指標とすることにより、原薬又は製剤の製造工程管理に利用することもできる。

5.2 定量分析

定量分析は、試料群のスペクトルと既存の確立された分析法によって求められた分析値との関係から、ケモメトリックスの手法を用いて、定量モデルを求め、換算方程式によって、測定試料中の各成分濃度や物性値を算出する。定量モデルを求めるためのケモメトリックスの手法には、重回帰分析法、主成分回帰分析法、PLS (Partial least squares) 回帰分析法などがある。

また、試料の組成が単純な場合、濃度既知の検量線作成用試料を用いて、ある特定波長 (波数) における吸光度又はこれに比例するパラメーターと濃度との関係をプロットして検量線とし、これを用いて試料中の分析対象成分の濃度を算出できることもある (検量線法)。

参考資料

- 1) 日本工業規格、近赤外分光分析通則 JIS K 0134 (2002)
- 2) European Pharmacopoeia 5.0 (2005), 2.2.40. Near-Infrared Spectrophotometry
- 3) US Pharmacopoeia 30 (2007), <1119>Near-Infrared

33. 蛍光染色による細菌数の迅速測定法

本法は、蛍光染色を基本として、生理活性をもつ細菌を迅速に計数する手法を示す。生菌数の測定には、寒天培地上で培養する方法が広く用いられている。しかし、環境中には増殖能を有しながらも通常的手法では培養困難な細菌が多く存在することから、蛍光又は発光等により細菌を捉える新たな細菌検出法が開発されている。蛍光染色法では、蛍光色素で染色した細菌を、蛍光顕微鏡やフローサイトメーターなど、蛍光シグナルを検出する種々の装置により計数する。また、染色剤を選択することにより、死菌を含めた全細菌から種々の生理活性を有する細菌まで、計数することができる。DNA や RNA に結合する核酸染色剤を用いて細菌を計数する方法は、蛍光染色法の中でも最も基本となるものであり、細菌の生死にかかわらず核酸をもつ全ての細胞を対象とする。蛍光活性染色法は、細菌の呼吸活性や細菌細胞内に普遍的に存在するエステラーゼの活性等を指標とする。マイクロコロニー法ではコロニー形成の初期段階であるマイクロコロニーを計数する。以下に、CFDA-DAPI 二重染色法とマイクロコロニー法を示す。なおここに示した方法は、迅速・高精度に生理活性をもつ細菌数を測定するための手法であり、生菌とする基準が他の方法と異なるため、測定値は他の生菌数測定法よりも高くなることが多い。本法に示した方法は、実施者の経験などによって変更可能である。すなわち、本法に示した以外の試薬、器具、装置も合理性があれば使用可能である。

1. CFDA-DAPI 二重染色法

エステラーゼ活性をもつ細菌の検出には fluorescein diacetate (FDA) 系試薬が一般的に用いられる。FDA 系試薬は細胞内のエステラーゼによって加水分解され、波長 490 nm 付近の青色励起光下で緑色蛍光を発する。なお FDA はグラム陰性菌に対する染色性が低いため、その修飾体である carboxyfluorescein diacetate (CFDA) 等が利用されている。核酸染色剤 4',6-diamidino-2-phenylindole (DAPI) を併用した CFDA-DAPI 二重染色法の原理は以下のとおりである。無極性の CFDA は細胞内に浸透し、細胞内のエステラーゼにより蛍光性の carboxyfluorescein に加水分解される。この carboxyfluorescein は極性をもつために生細胞内に蓄積される。したがって、エステラーゼ活性をもつ細胞に青色励起光を照射した場合、carboxyfluorescein 由来の緑色蛍光を発する。死細胞では CFDA は加水分解されないために、蛍光性の carboxyfluorescein は生じない。一方 DAPI は生菌・死菌の両細胞内に浸透し、DNA のアデニン及びチミンが豊富な部分に特異的に結合するために、DNA をもつ全ての細菌が染色され、紫外線励起光下で青色蛍光を発する。したがって、本二重染色法により、青色励起光下ではエステラーゼ活性をもつ細菌のみを特異的に計数でき、また紫外線励起光下では全菌数(生菌数+死菌数)を測定できるので、エステラーゼ活性をもつ細菌及び DNA をもつすべての細菌を計数することが可能となる。

1.1 装置

1.1.1 蛍光顕微鏡又はこれに準ずる蛍光観察装置

蛍光染色した細菌を計数するための装置で、種々の機種があ

る。使用する蛍光染色剤に応じた適切なフィルター系を用意する。蛍光顕微鏡、レーザー顕微鏡、フローサイトメーターなど、各種の蛍光観察装置がある。

1.2 器具

- (i) ろ過装置 (ファンネル, 吸引フラスコ, 吸引ポンプ)
- (ii) ポリカーボネート製メンブランフィルター (孔径: 0.2 μm); 粒子を表面で捕集できるフィルターであればポリカーボネート製でなくても良い
- (iii) スライドガラス
- (iv) カバーガラス
- (v) 計数用接眼マイクロメーター (10 × 10 のマス目を区切ったもの)

1.3 操作法

以下に、蛍光顕微鏡による測定法の一例を示す。

1.3.1 試料の調製

細菌が、液体 (水又は緩衝液) に均一に分散した状態となるように試料を調製する。

1.3.2 ろ過

ろ過装置のファンネルにポリカーボネート製メンブランフィルター (孔径: 0.2 μm) をセットする。適当量の試料をろ過し、試料中の細菌をフィルター上に捕集する。

1.3.3 染色

CFDA を終濃度 150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 及び DAPI を終濃度 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように混合した CFDA 染色用緩衝液適量を、ろ過装置のファンネルに注ぎ、約 3 分間、室温で染色したのち、吸引ろ過する。ファンネルに無菌水を適量注ぎ、吸引ろ過し、フィルターに残った余分な蛍光染色剤を除く。フィルターを十分に乾燥させる。

1.3.4 プレパラートの作製

スライドガラスに蛍光顕微鏡用イメージンオイルを 1 滴落とす。その上に風乾したフィルターをろ過面を上にして置く。その上に蛍光顕微鏡用イメージンオイルを 1 滴滴下し、カバーガラスを被せてフィルターを封入する。油浸対物レンズを用いる場合は、カバーガラスの上に更に蛍光顕微鏡用イメージンオイルを 1 滴滴下する。

1.3.5 計数

蛍光顕微鏡下で 1000 倍の倍率で観察・計数する。CFDA-DAPI 二重染色の場合は、紫外線励起光による退色を防ぐために、まず青色励起光下で緑色蛍光を発する (エステラーゼ活性をもつ) 細菌を計数した後、同一視野について紫外線励起光下で青色蛍光を発する (DNA をもつ) 細菌を計数する。蛍光顕微鏡の接眼マイクロメーターの計 100 マス内に観察される蛍光染色剤由来の蛍光を発する細菌について、無作為に視野を選んで 20 視野以上計数し、以下の式に従って細菌数を算出する。なお、検鏡面積はあらかじめ接眼マイクロメーターと対物マイクロメーターで測定しておく。また、計数に当たっては 1 視野当たり 10 ~ 100 細胞程度になるようにろ過量を調節する。したがって、1 視野当たりの細胞数が多すぎる、又は少な過ぎる場合は試料の再調製を行う。(1 視野当たりの平均細胞数が 2 個以下の場合、または 1 視野あたりの細胞数が 0 個の視野が 5 視野以上ある場合は、検出限界以下とする。)

菌数 (cells/mL)

$$= \{ (1 \text{ 視野当たりの細菌数の平均値}) \times (\text{ろ過面積}) \} / \{ (\text{ろ過量}) \times (\text{検鏡面積}) \}$$

1.4 試薬・試液

(i) 無菌水

水を孔径 0.2 μm のメンブランフィルターでろ過した後、121°C で 15 分間高圧蒸気滅菌する。注射用水を用いても良い。

(ii) CFDA 溶液, 10 mg/mL

CFDA 50 mg をジメチルスルホキシドに溶かし、5 mL とする。遮光下、-20°C で保存する。

(iii) CFDA 染色用緩衝液

塩化ナトリウム 5 g に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.5 mL 及び薄めたリン酸水素二ナトリウム試液 (1 → 3) を加えて溶かし、100 mL とする。この液にリン酸二水素ナトリウム二水和物溶液 (1 → 64) を加えて pH 8.5 に調整する。孔径 0.2 μm のメンブランフィルターでろ過する。

(iv) DAPI 溶液, 10 μg/mL

DAPI 10 mg を無菌水 100 mL に溶かす。無菌水で 10 倍希釈して、孔径 0.2 μm のメンブランフィルターでろ過する。遮光下、4°C で保存する。

(v) 蛍光顕微鏡用イメージングオイル

2. マイクロコロニー法

コロニー形成の初期段階であるマイクロコロニーを蛍光染色し、蛍光顕微鏡等で観察・計数することにより、増殖能をもつ細菌数を短時間の培養で測定することができる。本法ではメンブランフィルター上に細菌を捕集し、そのメンブランフィルターを培地上に静置し短時間培養した後、マイクロコロニーを計数する。肉眼で確認できる前段階のコロニーを検出するため、増殖能力をもつ細菌を迅速かつ高精度に計数することができる。マイクロコロニーの染色には、種々の核酸染色剤を用いることができる。

2.1 装置

2.1.1 蛍光顕微鏡又はこれに準ずる蛍光観察装置

蛍光染色した細菌を計数するための装置で、種々の機種がある。使用する蛍光染色剤に応じた適切なフィルター系を用意する。蛍光顕微鏡、レーザー顕微鏡など、各種の蛍光観察装置がある。

2.2 器具

- (i) ろ過装置 (ファンネル, 吸引フラスコ, 吸引ポンプ)
- (ii) ポリカーボネート製メンブランフィルター (孔径: 0.2 μm 以下); 粒子を表面で捕集できるフィルターであればポリカーボネート製でなくても良い
- (iii) スライドガラス
- (iv) カバーガラス
- (v) ろ紙 (No.2)
- (vi) 計数用接眼マイクロメーター (10 × 10 のマスを区切ったもの)

2.3 操作法

以下に、蛍光顕微鏡による測定法の一例を示す。

2.3.1 試料の調製

細菌が、液体 (水又は緩衝液) に均一に分散した状態となる

ように試料を調製する。

2.3.2 ろ過

ろ過装置のファンネルにポリカーボネート製メンブランフィルター (孔径: 0.2 μm) をセットする。適当量の試料をろ過し、試料中の細菌をフィルター上に捕集する。

2.3.3 培養

フィルターをろ過装置から外し、ろ過面を上にして培地上に静置し、適切な温度で適切な時間培養する。培地にフィルターを静置する際、培地とフィルターの間には空気が入らないように注意する。なお、サンプルにより適切な培養条件 (培地、培養温度、培養時間等) は異なるので注意する。

2.3.4 固定

ろ紙に中性緩衝ホルムアルデヒド試液適量をしみ込ませ、培地から外したフィルターを、その上にろ過面を上にして室温で 30 分以上静置し、マイクロコロニーを固定する。

2.3.5 染色

ろ紙に染色液 (1 μg/mL DAPI など, 2 % polyoxyethylene sorbitan monolaurate) 適量をしみ込ませ、ろ過面を上にしてフィルターをその上に室温・遮光下で 10 分間静置し、マイクロコロニーを染色する。無菌水をしみ込ませたろ紙の上にもろ過面を上にして 1 分間静置し、フィルターを洗浄する。フィルターを十分に風乾させる。

2.3.6 プレパラートの作製

スライドガラスに蛍光顕微鏡用イメージングオイルを 1 滴滴下する。その上に風乾したフィルターをろ過面を上にして置く。その上に蛍光顕微鏡用イメージングオイルを 1 滴滴下し、カバーガラスを被せてフィルターを封入する。

2.3.7 計数

蛍光顕微鏡下で 400 倍又は 200 倍の倍率で観察・計数する。蛍光顕微鏡の接眼マイクロメーターの計 100 マス内に観察される蛍光染色剤由来の蛍光を発するマイクロコロニーについて、無作為に視野を選んで 20 視野以上計数し、以下の式に従ってマイクロコロニー数を算出する。なお、検鏡面積はあらかじめ接眼マイクロメーターと対物マイクロメーターで測定しておく。1 視野当たりのマイクロコロニー数の平均値が 2 個以下の場合、又は 1 視野あたりのマイクロコロニー数が 0 個の視野が 5 視野以上ある場合は、検出限界以下とする。

マイクロコロニー数 (cells/mL)

$$= \{ (1 \text{ 視野当たりのマイクロコロニー数の平均値}) \times (\text{ろ過面積}) \} / \{ (\text{ろ過量}) \times (\text{検鏡面積}) \}$$

2.4 試薬・試液

(i) 無菌水

水を孔径 0.2 μm のメンブランフィルターでろ過したのち、121°C で 15 分間高圧蒸気滅菌する。注射用水を用いても良い。

(ii) 染色液

DAPI 10 mg を無菌水 100 mL に溶かす。無菌水で 10 倍希釈して、孔径 0.2 μm のメンブランフィルターでろ過する。遮光下、4°C で保存する。使用時に polyoxyethylene sorbitan monolaurate を終濃度 2 % となるように溶解する。

(iii) 中性緩衝ホルムアルデヒド試液 (4w/v% ホルムアルデヒド溶液; 中性緩衝化したもの)

(iv) 蛍光顕微鏡用イメージングオイル

34. システム適合性

試験結果の信頼性を確保するためには、日本薬局方などに記載されている試験法を含め、既存の試験法を医薬品の品質試験に適用する際に、試験を行う施設の分析システムを使って当該試験法が目的に合う試験結果を与えることをあらかじめ検証することが肝要であり、そうした検証を行った上で分析システムの稼働状態を日常的に確認する試験としてシステム適合性の試験を行う必要がある。

1. システム適合性の意義

「システム適合性」とは、試験法の適用時に目的に合う試験結果を与えることが検証された分析システムが、実際に品質試験を行う際にも適切な状態を維持していることを確認するための試験方法と適合要件について規定したものであり、通常、一連の品質試験ごとに適合性を確認するための試験が行われる。システム適合性の試験方法及び適合要件は、医薬品の品質規格に記載される試験方法の中で規定する。規定されたシステム適合性の適合要件が満たされない場合には、その分析システムを用いて行った品質試験の結果を採用してはならない。

システム適合性は、機器分析法による多くの規格試験法に不可欠な規定である。この規定は、装置、電子的情報処理系、分析操作及び分析試料、更には試験者から構成される分析システムが、全体として適切な状態にあることを確認するための試験方法と適合要件を当該試験法の中に規定することによって、システムとして完結するとの考え方に基づいている。

2. システム適合性設定時の留意事項

規格試験法中に設定すべきシステム適合性の項目は、試験の目的と用いられる分析法のタイプに依存している。また、システム適合性の試験は、日常的に行う試験であることから、使用する分析システムが目的とする品質試験を行うのに適切な状態を維持していることを確認するのに必要な項目を選び、迅速かつ簡便に行えるような試験として設定することが望ましい。

例えば、液体クロマトグラフィーやガスクロマトグラフィーを用いた定量的な純度試験の場合には、システムの性能（試験対象物質を特異的に分析しうることを確認）、システムの再現性（繰り返し注入におけるばらつき程度の確認）、検出の確認（限度値レベルでのレスポンスの数値的信頼性の確認）などの項目について設定する。

日本薬局方一般試験法「液体クロマトグラフィー」に記載されたシステム適合性の規定を補完する事項について以下に記載する。

1) 液体クロマトグラフィー及びガスクロマトグラフィーのシステムの再現性について

(1) 許容限度値の設定

日本薬局方一般試験法「液体クロマトグラフィー」のシステム適合性の項に「繰り返し注入の回数は 6 回を原則とする」、また、「システムの再現性の許容限度値は、当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要とされる精度を考慮して、適切なレベルに設定する。」と規定されていることから、6 回繰り返し注入における許容限度値を下記の記載を参考にして設定する。なお、日本薬局方記載の医薬品各条に規定された試験

法により試験を行う場合には、当該各条に規定された許容限度値に従う。

原薬の定量法（原薬の含量がほぼ 100 %、あるいはそれに近い場合）：分析システムが、製品中の有効成分含量のばらつきの評価に適切な精度で稼働していることを確認できるレベルに設定する。例えば、含量規格の幅が、液体クロマトグラフィーを用いた定量法において含量規格として設定されることの多い 98.0 ~ 102.0 % の場合のように、5 % 以下の場合には「1.0 % 以下」を目安として適切に設定する。

製剤の定量法：製剤の含量規格の幅、並びに原薬の定量法におけるシステム再現性の規定（原薬と製剤に同様の試験法が用いられている場合）を考慮に入れて、適切に設定する。
類縁物質試験：標準溶液やシステム適合性試験用溶液等、システム再現性の試験に用いる溶液中の有効成分濃度を考慮して、適切に設定する。試料溶液を希釈し、0.5 ~ 1.0 % の有効成分濃度の溶液を調製して、システム再現性の試験に用いる場合には、通例、「2.0 % 以下」を目安として適切に設定する。

なお、上記の目安は、ガスクロマトグラフィーの場合には適用しない。

(2) システムの再現性の試験の質を落とさずに繰り返し注入の回数を減らす方法

日本薬局方一般試験法「液体クロマトグラフィー」のシステム適合性の項に「繰り返し注入の回数は 6 回を原則とするが、グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合など、1 回の分析に時間がかかる場合には、6 回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように達成すべきばらつき許容限度値を厳しく規定することにより、繰り返し注入の回数を減らしてもよい。」と規定されている。これと関連して、システムの再現性の試験の質を落とさずに繰り返し注入の回数を減らす方法を以下に示した。この方法により、必要な場合には、繰り返し注入の回数を減らして設定することができるし、日常の品質試験の中でも同様な考えに基づいて運用することができる。

システムの再現性の試験の質を繰り返し注入の回数が 6 回 ($n=6$) の試験と同等に保つために、 $n=3\sim5$ の試験で達成すべきばらつき許容限度値を下記の表に示した。

しかしながら、繰り返し注入の回数を減らすということは、システムの再現性を確認する上での 1 回の試験の重みが増すということであり、適切な技術レベルにある試験者が担当するとともに、装置が適切に維持管理されることがより重要となることに留意する必要がある。

表 システムの再現性の試験の質を $n=6$ の試験と同等に保つために $n=3\sim5$ の試験で達成すべきばらつき許容限度値*

| n=6 の試験に規定されたばらつき許容限度値 | 許容限度値 (RSD) | | | | | | |
|------------------------|-------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 1 % | 2 % | 3 % | 4 % | 5 % | 10 % | |
| 達成すべきばらつき許容限度値 | | | | | | | |
| n=5 | 0.88 % | 1.76 % | 2.64 % | 3.52 % | 4.40 % | 8.81 % | |
| | n=4 | 0.72 % | 1.43 % | 2.15 % | 2.86 % | 3.58 % | 7.16 % |
| | | n=3 | 0.47 % | 0.95 % | 1.42 % | 1.89 % | 2.37 % |

* 排除すべき性能の分析システムがシステム適合性の試験に合格する確率を 5 % とした。

3. 分析システム変更時の考え方（分析システム変更時の管理）

目的に合う試験結果を与えることが検証された試験法と分析

システムが基本的に変更されずに、品質試験が日常的に繰り返される場合には、システム適合性で規定された適合要件を満たしていることを確認すればよい。

しかしながら、当該の品質試験が長期にわたって続けられる間には、試験法や分析システムにも種々の変更が必要となる状況も起こり得る。これらの変更は、製造方法の変更の場合のように製品の品質に直接影響を与えるものではないが、品質を評価する際の尺度に影響を与えるものであり、変更の結果、評価の尺度に狂いが生じれば、適切でない品質のものを許容したり、逆に適切な品質のものを排除したりすることも起こり得る。そのため、試験法や分析システムの変更時には当該の変更が適切なことを確認して、評価の尺度に狂いが生じないように管理する必要がある。

試験法を変更する場合には、変更の内容に応じた適切なバリデーションを行う。一方、例えば、同じ試験室において液体クロマトグラフィーの装置やカラムの更新、試験者の交替などを行う場合には、上述の変更時の管理の一環として、変更した分析システムにより少なくともシステム適合性の試験を行って、変更前と同等の結果が得られることを確認する。同等な結果が得られないとき、例えば、液体クロマトグラフィーのカラムを交換したとき、新しいカラムによって試験の対象成分と分離確認物質との溶出順が逆転するなどの溶出パターンの大きな変化がもたらされるような場合には、特異性などが担保されているかが懸念されるため、そのカラムを当該品質試験に用いても目的に合う試験結果が得られることを再検証する必要がある。

35. 粉体の細かさの表示法

本試験法は、三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である。

粉体の細かさの表示法について規定する。ふるい分け法は粒子の大多数が 75 μm より大きい場合に適しているが、より小さな粒子を含む試料であってもふるい分け法が検証されている場合には用いることができる。レーザー回折法も一般的に用いられる測定法であり、広い粒子径範囲に適用可能である。積算分布は分析用ふるい又は他の方法により測定され、粒子径については次のように表示される。

x_{90} ：積算ふるい下分布 90 % に相当する粒子径

x_{50} ：メジアン径 (50 % の粒子がこの値より小さく、50 % の粒子がこの値より大きい。)

x_{10} ：積算ふるい下分布 10 % に相当する粒子径

d も粒子径を表すのに用いられ、 d_{90} 、 d_{50} 、 d_{10} を使用することもできる。

下付き添字 r が粒度分布の基準を表すとして、積算ふるい下分布をもとに $Q_r(x)$ を定義する。

$Q_r(x)$ ：粒子径 x 以下の大きさをもつ粒子の積算分布割合

| | |
|---|---------|
| r | 粒度分布の基準 |
| 0 | 個数 |
| 1 | 長さ |
| 2 | 面積 |
| 3 | 体積 |

そこで、定義より： $x = x_{90}$ なら $Q_r(x) = 0.90$

$x = x_{50}$ なら $Q_r(x) = 0.50$

$x = x_{10}$ なら $Q_r(x) = 0.10$ となる。

次表の用語を用いることにより粉体の細かさを定性的に分類することもできる。

| 細かさによる粉体の分類 | | |
|-------------|---------------|--|
| 用語 | x_{50} (μm) | 体積基準積算分布割合 $Q_3(x)$ |
| 粗い | >355 | $Q_3(355) < 0.50$ |
| やや細かい | 180 ~ 355 | $Q_3(180) < 0.50$, $Q_3(355) \geq 0.50$ |
| 細かい | 125 ~ 180 | $Q_3(125) < 0.50$, $Q_3(180) \geq 0.50$ |
| 極めて細かい | ≤ 125 | $Q_3(125) \geq 0.50$ |

索 引

日本名索引

*イタリック体は製剤総則，一般試験法及び参考情報，ボールドイタリック体は医薬品各条の頁を示す。
 なお，下線のついていないものは「第十五改正日本薬局方」における頁を，1本下線のついていないものは「第十五改正日本薬局方第一追補」における頁を，2本下線がついているものは「第十五改正日本薬局方第二追補」における頁を示す。

ア

| | | | |
|---------------------|----------|-----------------------------|----------|
| アウリントリカルボン酸アンモニウム | 135 | アスכולビン酸・塩酸試液, 0.012 g/dL | 136 |
| 亜鉛 | 135 | アスכולビン酸・塩酸試液, 0.02 g/dL | 136 |
| 亜鉛 (標準試薬) | 135 | アスכולビン酸・塩酸試液, 0.05 g/dL | 136 |
| 亜鉛, ヒ素分析用 | 135 | L-アスכולビン酸・塩酸試液, 0.012 g/dL | 136 |
| 亜鉛, 無ヒ素 | 135 | L-アスכולビン酸・塩酸試液, 0.02 g/dL | 136 |
| 0.1 mol/L 亜鉛液 | 122 | L-アスכולビン酸・塩酸試液, 0.05 g/dL | 136 |
| 亜鉛華 | 538 | アスכולビン酸散 | 263 |
| 亜鉛華デンプン | 253 | アスכולビン酸注射液 | 263, 37 |
| 亜鉛華軟膏 | 253 | アストラガロシドIV, 薄層クロマトグラフィー用 | 136 |
| 亜鉛標準原液 | 133 | アズトレオナム | 264 |
| 亜鉛標準液 | 133 | アストロマイシン硫酸塩 | 265 |
| 亜鉛標準液, 原子吸光度用 | 133 | アスパラギン酸 | 136 |
| 亜鉛粉末 | 135 | DL-アスパラギン酸 | 136 |
| 亜鉛末 | 135 | L-アスパラギン酸 | 136, 266 |
| アカメガシワ | 1173 | アスピリン | 136, 267 |
| アクチノマイシン D | 253 | アスピリンアルミニウム | 268 |
| アクラルピシン塩酸塩 | 254 | アスピリン錠 | 268 |
| アクリノール | 135, 255 | アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ | 429 |
| アクリノール・亜鉛華軟膏 | 256 | アスポキシリン | 269 |
| アクリノール・チンク油 | 256 | アスポキシリン水和物 | 269 |
| アクリノール酸化亜鉛軟膏 | 256 | アセグタミドアルミニウム | 270 |
| アクリノール水和物 | 255 | アセタゾラミド | 271 |
| アクリルアミド | 135 | アセタゾールアミド | 271 |
| アコニチン, 純度試験用 | 135 | アセタール | 136 |
| アザチオプリン | 257 | アセチルアセトン | 137 |
| アザチオプリン錠 | 258, 33 | アセチルアセトン試液 | 137 |
| (E)-アサロン | 19 | アセチルキタサマイシン | 447 |
| 亜酸化窒素 | 136, 259 | アセチルサリチル酸 | 267 |
| アジ化ナトリウム | 19 | アセチルサリチル酸アルミニウム | 268 |
| アシクロビル | 33 | アセチルサリチル酸錠 | 268 |
| アジスロマイシン | 260 | アセチルスピラマイシン | 606 |
| アジスロマイシン水和物 | 260 | アセチルロイコマイシン | 447 |
| 亜ジチオン酸ナトリウム | 136 | アセチレン | 137 |
| アジピン酸 | 136 | <i>l</i> -アセトアニシジド | 137 |
| アジピン酸ピペラジン | 892 | アセトアニリド | 137 |
| アジマリン | 261 | 2-アセトアミドグルタルイミド | 137 |
| アジマリン, 定量用 | 136 | アセトアミノフェン | 137, 273 |
| アジマリン錠 | 261, 37 | アセトアルデヒド | 137 |
| 亜硝酸アミル | 262 | アセトアルデヒド, ガスクロマトグラフィー用 | 137 |
| 亜硝酸カリウム | 136 | アセトアルデヒド, 定量用 | 137 |
| 亜硝酸ナトリウム | 136 | アセトニトリル | 137 |
| 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 | 122 | アセトニトリル, 液体クロマトグラフィー用 | 137 |
| 亜硝酸ナトリウム試液 | 136 | アセトヘキサミド | 273 |
| アスכולビン酸 | 136, 262 | アセトリゾン酸 | 137 |
| L-アスכולビン酸 | 136 | アセトン | 137 |
| アスכולビン酸, 鉄試験用 | 136 | アセトン, 生薬純度試験用 | 137 |
| | | アセトン, 非水滴定用 | 137 |
| | | アセナフテン | 138 |
| | | アセプトロール塩酸塩 | 275 |

- アセメタシン **38, 19**
 アセメタシン, 定量用 **19**
 アセメタシンカプセル **34**
 アセメタシン錠 **35**
 アゼラスチン塩酸塩 **38**
 アゼラスチン塩酸塩顆粒 **36**
 亜セレン酸 **138**
 亜セレン酸・硫酸試液 **138**
 亜セレン酸ナトリウム **138**
 アセンヤク **1173**
 阿仙葉 **1173**
 アセンヤク末 **1173**
 阿仙葉末 **1173**
 アテノロール **276**
 亜テルル酸カリウム **138**
 アトラクチレノリドⅢ, 薄層クロマトグラフィー用 **138**
 アドレナリン **276**
 アドレナリン液 **277**
 アドレナリン注射液 **277**
 アトロピン硫酸塩 **278**
 アトロピン硫酸塩水和物 **278**
 アトロピン硫酸塩注射液 **279**
p-アニスアルデヒド **138**
p-アニスアルデヒド・酢酸試液 **138**
p-アニスアルデヒド・硫酸試液 **138**
 アニソール **138**
 アニリン **138**
 アネスタミン **293**
 亜ヒ酸 **541**
 亜ヒ酸パスタ **280**
 アプリンジン塩酸塩 **37**
 アプリンジン塩酸塩カプセル **38**
 アフロクアロン **280**
 アフロクァロン **280**
 アプロチニン **138**
 アプロチニン試液 **139**
 アヘン・トコン散 **1173**
 アヘンアルカロイド・アトロピン注射液 **283**
 アヘンアルカロイド・スコボラミン注射液 **285**
 アヘンアルカロイド塩酸塩 **282**
 アヘンアルカロイド塩酸塩注射液 **283**
 アヘン散 **282**
 アヘンチンキ **282**
 アヘン末 **281**
 α -アポオキシテトラサイクリン **139**
 β -アポオキシテトラサイクリン **139**
 アマチャ **1174**
 甘茶 **1174**
 アマチャ末 **1174**
 甘茶末 **1174**
 アマンタジン塩酸塩 **287**
 アミオダロン塩酸塩 **39**
 アミオダロン塩酸塩錠 **40**
 アミカシン硫酸塩 **288**
 アミカシン硫酸塩注射液 **39**
 アミグダリン, 成分含量測定用 **30**
 アミグダリン, 薄層クロマトグラフィー用 **139, 29**
 6-アミジノ-2-ナフトールメタンスルホン酸塩 **30**
 アミドトリゾ酸 **289**
 アミドトリゾ酸, 定量用 **139**
 アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液 **290, 41**
 アミドトリゾ酸メグルミン注射液 **291**
 アミトリプチリン塩酸塩 **292**
 アミトリプチリン塩酸塩錠 **292, 39**
 アミド硫酸 (標準試薬) **139**
 アミド硫酸アンモニウム **139**
 アミド硫酸アンモニウム試液 **139**
 4-アミノアセトフェノン **139**
p-アミノアセトフェノン **139**
 4-アミノアセトフェノン試液 **139**
p-アミノアセトフェノン試液 **139**
 4-アミノ安息香酸 **139**
p-アミノ安息香酸 **139**
 4-アミノ安息香酸イソプロピル **139**
p-アミノ安息香酸イソプロピル **139**
 アミノ安息香酸エチル **139, 293**
 4-アミノアンチピリン **139**
 4-アミノアンチピリン試液 **139**
 2-アミノエタノール **139**
 2-アミノエタンチオール塩酸塩 **139**
 3-(2-アミノエチル)インドール **139**
 アミノエチルスルホン酸 **701**
 6-アミノキノリル-*N*-ヒドロキシスクシンイミジル
 カルバメート **19**
 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン,
 薄層クロマトグラフィー用 **139**
 アミノ酢酸 **464**
 アミノ酸分析法 **1573**
 アミノ酸分析用無水ヒドラジン **139**
 L-2-アミノスベリン酸 **139**
 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 **140**
 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 **140**
 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール **140**
 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール
 塩酸塩 **140**
 アミノピリン **30**
 アミノフィリン **293**
 アミノフィリン水和物 **293**
 アミノフィリン注射液 **294, 40, 41**
 3-アミノフェノール **140**
m-アミノフェノール **140**
 2-アミノ-1-ブタノール **140**
 アミノプロピルシリル化シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用 **245**
 アミノプロピルシリル化シリカゲル, 前処理用 **140**
N-アミノヘキサメチレンイミン **140**
 アミノベンジルベニシリン **317**
 アミノベンジルベニシリンナトリウム **319**
 2-アミノベンズイミダゾール **19**
 4-アミノメチル安息香酸 **140**
n-アミルアルコール **140**
t-アミルアルコール **140**
 アミルアルコール, イソ **140**
 アミルアルコール, 第三 **140**
 アムホテリシン B **295**
 アムホテリシン B 錠 **296**

- アムホテリシン B シロップ296
 アムロジピンベシル酸塩40
 アムロジピンベシル酸塩錠42
 アモキサピン297
 アモキシシリン140, 297
 アモキシシリンカプセル43
 アモキシシリン水和物297, 42
 アモスラロール塩酸塩41
 アモスラロール塩酸塩錠42
 アモバルビタール298
 アラセブリン140, 300
 アラセブリン, 定量用140
 アラセブリン錠301
 L-アラニン140, 44
 アラビアゴム1174
 アラビアゴム末1175
 L-アラビノース140
 アリザリン S140
 アリザリン S 試液140
 アリザリンエロー GG140
 アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液140
 アリザリンエロー GG 試液140
 アリザリンコンプレキソン140
 アリザリンコンプレキソン試液140
 アリザリンレッド S141
 アリザリンレッド S 試液141
 アリストロキア酸 I, 生薬純度試験用141
 アリストロキア酸について1579
 アリソール A, 薄層クロマトグラフィー用141
 アリメマジン酒石酸塩302
 亜硫酸水141
 亜硫酸水素ナトリウム141, 302
 亜硫酸水素ナトリウム試液141
 亜硫酸ナトリウム141
 亜硫酸ナトリウム, 無水141
 亜硫酸ナトリウム試液, 1 mol/L141
 亜硫酸ナトリウム七水和物141
 亜硫酸ピスマス・インジケーター141
 アルガトロバン45
 アルガトロバン水和物45
 アルカリ性 1,3-ジニトロベンゼン試液141
 アルカリ性 *m*-ジニトロベンゼン試液141
 アルカリ性銅試液141
 アルカリ性銅試液 (2)19
 アルカリ性銅溶液141
 アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液141
 アルカリ性ピクリン酸試液141
 アルカリ性ヒドロキシルアミン試液141
 アルカリ性フェノールフタレイン試液141
 アルカリ性フェリシアン化カリウム試液141
 アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液141
 アルカリ性ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液141
 アルカリ性ホスファターゼ19
 アルカリ性ホスファターゼ試液19
 アルカリ性硫酸銅試液141
 アルカリ銅試液141
 L-アルギニン141, 303
 L-アルギニン塩酸塩304
 L-アルギニン塩酸塩注射液305, 43
 アルキレングリコールフタル酸エステル,
 ガスクロマトグラフィー用141
 アルコール366
 アルコール数測定法17
 アルコール数測定用エタノール141
 アルシアンブルー 8 GX19
 アルシアンブルー染色液19
 アルジオキサ305
 アルセナゾⅢ141
 アルセナゾⅢ試液141
 アルデヒドデヒドロゲナーゼ141
 アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液142
 RPMI-1640 粉末培地142
 アルピフロリン142, 29
 アルブチン, 成分含量測定用142
 アルブチン, 薄層クロマトグラフィー用142
 アルブミン試液142
 アルブラゾラム306
 アルブレノロール塩酸塩307
 アルブプロスタジル307
 アルブプロスタジル アルファデクス308
 アルブプロスタジルアルファデクス308
 アルブプロスタジル注射液43
 アルベカシン硫酸塩310
 アルベカシン硫酸塩注射液311
 α-アルミナ, 熱分析用248
 α-アルミナ, 比表面積測定用248
 アルミニウム142
 アルミニウム標準原液133
 アルミニウム標準液, 原子吸光度用29
 アルミノプロフェン45
 アルミノプロフェン, 定量用30
 アルミノプロフェン錠46
 アルミノン142
 アルミノン試液142
 アロエ1175
 アロエ末1176
 アロチノロール塩酸塩311
 アロプリノール312, 19
 アロプリノール, 定量用19
 アロプリノール錠47
 安息香酸142, 313
 安息香酸イソアミル142
 安息香酸イソプロピル142
 安息香酸エストラジオール361
 安息香酸エストラジオール水性懸濁注射液362
 安息香酸エストラジオール注射液362
 安息香酸エチル142
 安息香酸コレステロール142
 安息香酸ナトリウム142, 313
 安息香酸ナトリウムカフェイン314
 安息香酸フェニル142
 安息香酸ブチル31
 安息香酸プロピル142
 安息香酸ベンジル142, 315
 安息香酸メチル143
 安息香酸メチル, エストリオール試験用143

| | |
|-------------------------------------|----------|
| アンソッコウ | 1177 |
| 安息香 | 1177 |
| アンチトロンピンⅢ | 143 |
| アンチトロンピンⅢ試液 | 143 |
| アンチピリン | 143, 316 |
| アントロン | 143 |
| アントロン試液 | 143 |
| アンナカ | 314 |
| アンピシリン | 317 |
| アンピシリン水和物 | 317 |
| アンピシリンナトリウム | 319 |
| アンペノニウム塩化物 | 320 |
| アンミントリクロロ白金酸アンモニウム, 液体クロマトグラフィー用 | 143 |
| アンモニア・ウイキョウ精 | 1177 |
| アンモニア・エタノール試液 | 143 |
| アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 8.0 | 143 |
| アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 10.0 | 143 |
| アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 10.7 | 143 |
| アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液, pH 11.0 | 143 |
| アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 8.0 | 143 |
| アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 8.5 | 143 |
| アンモニアガス | 143 |
| アンモニア試液 | 143 |
| アンモニア試液, 1 mol/L | 143 |
| アンモニア試液, 13.5 mol/L | 143 |
| アンモニア水 | 143, 320 |
| アンモニア水 (28) | 143 |
| アンモニア水, 1 mol/L | 143 |
| アンモニア水, 13.5 mol/L | 143 |
| アンモニア水, 強 | 143 |
| アンモニア銅試液 | 143 |
| アンモニア飽和 1-ブタノール試液 | 144 |
| アンモニウム試験法 | 18 |
| アンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液 | 144 |
| アンモニウム試験用精製水 | 144 |
| アンモニウム標準液 | 133 |
| アンレキサノクス | 48 |
| アンレキサノクス錠 | 49 |

イ

| | |
|------------------------|----------|
| EMB 平板培地 | 144 |
| イオウ | 144, 321 |
| イオウ・カンフルローション | 321 |
| イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏 | 322 |
| イオタラム酸 | 322 |
| イオタラム酸, 定量用 | 144 |
| イオタラム酸ナトリウム注射液 | 323, 47 |
| イオタラム酸メグルミン注射液 | 324, 48 |
| イオトロクス酸 | 325 |
| イオパミドール | 325 |
| イオボダートナトリウム, 定量用 | 144 |
| イカリイン, 薄層クロマトグラフィー用 | 144 |
| イクタモール | 327 |
| イコサペント酸エチル | 327 |
| イサチン | 144 |
| イセパマイシン硫酸塩 | 329 |
| イセパマイシン硫酸塩注射液 | 48 |
| イソamilアルコール | 144 |
| イソオクタン | 144 |
| イソクスプリン塩酸塩 | 50 |
| イソクスプリン塩酸塩錠 | 51 |
| イソソルビド | 330 |
| イソソルビド硝酸エステル | 586 |
| イソソルビド硝酸エステル錠 | 586 |
| イソニアジド | 144, 331 |
| イソニアジド, 定量用 | 144 |
| イソニアジド試液 | 144 |
| イソニアジド錠 | 331, 48 |
| イソニアジド注射液 | 332, 48 |
| イソニコチン酸 | 144 |
| イソニコチン酸アミド | 144 |
| イソフェンインシュリン水性懸濁注射液 | 332 |
| イソフェンインスリン水性懸濁注射液 | 332 |
| イソブタノール | 144 |
| イソフルラン | 333 |
| l-イソプレナリン塩酸塩 | 335 |
| イソプロパノール | 144, 335 |
| イソプロパノール, 液体クロマトグラフィー用 | 144 |
| イソプロピルアミン | 144 |
| イソプロピルアミン・エタノール試液 | 144 |
| イソプロピルアルコール | 335 |
| イソプロピルアンチピリン | 336 |
| イソプロピルエーテル | 144 |
| l-イソロイシン | 144, 336 |
| イダルビシン塩酸塩 | 337 |
| 胃腸薬の pH 試験法 | 1579 |
| 一硫酸カナマイシン | 422 |
| 一酸化炭素 | 144 |
| 一酸化窒素 | 144 |
| 一酸化鉛 | 144 |
| 一臭化ヨウ素 | 144 |
| EDTA ナトリウム | 376 |
| 遺伝子解析による微生物の迅速同定法 | 1580 |
| 遺伝子情報を利用する生薬の純度試験 | 200 |
| イドクスウリジン | 338 |
| イドクスウリジン点眼液 | 339, 52 |
| イトラコナゾール | 52 |
| イフェンプロジル酒石酸塩 | 340 |
| イブジラスト | 53 |
| イブプロフェン | 144, 341 |
| イプラトロピウム臭化物 | 341 |
| イプラトロピウム臭化物水和物 | 341 |
| イプリフラボン | 49 |
| イプリフラボン錠 | 50 |
| イミダゾール | 144 |
| イミダゾール, 薄層クロマトグラフィー用 | 144 |
| イミダゾール試液 | 144 |
| イミダプリル塩酸塩 | 50 |
| イミダプリル塩酸塩錠 | 51 |
| イミノジベンジル | 144 |
| イミプラミン塩酸塩 | 342 |
| イミプラミン塩酸塩錠 | 343, 54 |
| イミベネム | 344 |
| イミベネム水和物 | 344 |

| | |
|---------------------------------------|-----------|
| 医薬品の残留溶媒ガイドライン, 残留溶媒試験法及び医薬品各条記載例 | 1581 |
| イルソグラジンマレイン酸塩 | 53 |
| イルソグラジンマレイン酸塩細粒 | 53 |
| イルソグラジンマレイン酸塩錠 | 54 |
| イレイセン | 1177, 131 |
| 威霊仙 | 1177, 131 |
| 色の比較液 | 134, 135 |
| インジウム, 熱分析用 | 248 |
| インジゴカルミン | 144, 346 |
| インジゴカルミン試液 | 144 |
| インジゴカルミン注射液 | 346, 56 |
| インシュリン | 347 |
| インシュリン亜鉛水性懸濁注射液 | 349 |
| インシュリン注射液 | 348 |
| インスリン | 347 |
| インスリン亜鉛水性懸濁注射液 | 349 |
| インスリン注射液 | 348 |
| インダパミド | 56 |
| インダパミド錠 | 57 |
| インターロイキン-2 依存性マウス ナチュラルキラー細胞 NKC 3 | 144 |
| インチンコウ | 1178 |
| 茵陳蒿 | 1178 |
| インデノロール塩酸塩 | 352 |
| インドメタシン | 144, 353 |
| インドメタシンカプセル | 353, 54 |
| インドメタシン坐剤 | 354, 58 |
| 2,3-インドリンジオン | 144 |
| インフルエンザ HA ワクチン | 355 |
| インヨウカク | 1178 |
| 淫羊藿 | 1178 |

ウ

| | |
|--|----------------|
| ウィイス試液 | 145 |
| ウイキョウ | 1179 |
| 茴香 | 1179 |
| ウイキョウ末 | 1179 |
| 茴香末 | 1179 |
| ウイキョウ油 | 1179 |
| ウコン | 1180, 131, 161 |
| 鬱金 | 1180, 131 |
| ウコン末 | 131, 161 |
| 鬱金末 | 131 |
| ウサギ脱繊維血 | 145 |
| ウシ血清 | 145 |
| ウシ血清アルブミン | 145 |
| ウシ血清アルブミン, ウリナスタチン試験用 | 145 |
| ウシ血清アルブミン, 定量用 | 145 |
| ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液, pH 7.2 | 145 |
| ウシ血清アルブミン・生理食塩液 | 145 |
| 1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・ 塩化ナトリウム試液 | 145 |
| ウシ血清アルブミン加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 | 145 |
| 0.1 % ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 | 19 |
| ウシ血清アルブミン試液, セクレチン標準品用 | 145 |

| | |
|----------------------|--------------|
| ウシ血清アルブミン試液, セクレチン用 | 145 |
| ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 | 145 |
| ウシ胎児血清 | 145 |
| ウシ由来活性化血液凝固 X 因子 | 145 |
| 薄めたエタノール | 145 |
| ウベニメクス | 54 |
| ウベニメクス, 定量用 | 19 |
| ウベニメクスカプセル | 58 |
| 馬血清 | 208 |
| ウヤク | 1180, 131 |
| 烏薬 | 1180, 131 |
| ウラシル | 145 |
| ウラピジル | 355 |
| ウリナスタチン | 355 |
| ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン | 145 |
| ウリナスタチン試験用トリプシン試液 | 145 |
| ウリナスタチン定量用結晶トリプシン | 145 |
| ウルソデオキシコール酸 | 145, 357, 59 |
| ウルソデオキシコール酸, 定量用 | 19 |
| ウルソデオキシコール酸顆粒 | 60 |
| ウルソデオキシコール酸錠 | 61 |
| ウルソデオキシコール酸 | 357 |
| ウルソデオキシコール酸顆粒 | 60 |
| ウルソデオキシコール酸錠 | 61 |
| ウレタン | 145 |
| ウロキナーゼ | 358 |
| ウワウルシ | 1180 |
| ウワウルシ流エキス | 1181, 131 |

エ

| | |
|------------------------------------|----------|
| エアゾール剤 | 9 |
| エイジツ | 1181 |
| 菅実 | 1181 |
| エイジツ末 | 1181 |
| 菅実末 | 1181 |
| エオシン | 145 |
| エオシンメチレンブルーカンテン培地 | 145 |
| エオシン Y | 145 |
| A 型赤血球浮遊液 | 145 |
| エカベトナトリウム | 62 |
| エカベトナトリウム顆粒 | 63 |
| エカベトナトリウム水和物 | 62 |
| エカベトナトリウム水和物, 定量用 | 20 |
| 液剤 | 9 |
| 液状石炭酸 | 922 |
| 液状チオグリコール酸培地 | 145 |
| 液状フェノール | 922 |
| エキス剤 | 9, 7 |
| 液体クロマトグラフィー | 32, 9, 6 |
| 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル | 145 |
| 液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化 シリカゲル | 245 |
| 液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸 アンモニウム | 145 |
| 液体クロマトグラフィー用イソプロパノール | 145 |
| 液体クロマトグラフィー用エレウテロシド B | 145 |

- 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245
- 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
シリコンポリマー被覆シリカゲル245
- 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
ポリビニルアルコールゲルポリマー246
- 液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂246
- 液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化
シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用 3'-クロロ-3'-
デオキシチミジン31
- 液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂
(架橋度 6 %)246
- 液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂
(架橋度 8 %)246
- 液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化
シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を
結合した合成高分子246
- 液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-メタクリラート
共重合体246
- 液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化
シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用 *N,N*-ジメチルホルムアミド146
- 液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂246
- 液体クロマトグラフィー用シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン
共重合体246
- 液体クロマトグラフィー用スルホンアミド基を結合した
ヘキサデシルシリル化シリカゲル31
- 液体クロマトグラフィー用セルモロイキン146
- 液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニル
ベンゼン共重合体35
- 液体クロマトグラフィー用チミン31
- 液体クロマトグラフィー用 2'-デオキシウリジン146
- 液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン146
- 液体クロマトグラフィー用トリプシン146
- 液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化
シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用ヒドロキシプロピルシリル化
シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用 2-プロパノール146
- 液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲル246
- 液体クロマトグラフィー用ヘキサシラン146
- 液体クロマトグラフィー用 *n*-ヘキサシラン146
- 液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサミノ化
ポリビニルアルコールポリマービーズ246
- 液体クロマトグラフィー用メタノール146
- 液体クロマトグラフィー用 1-メチル-1*H*-テトラゾール-
5-チオール146
- 液体クロマトグラフィー用 5-ヨードウラシル146
- エコチオパートヨウ化物359
- エスタゾラム360
- SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法1583
- エストラジオール安息香酸エステル361
- エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液362, 64
- エストラジオール安息香酸エステル注射液362
- エストリオール363
- エストリオール試験用安息香酸メチル146
- エストリオール錠363
- エストリオール水性懸濁注射液364, 64
- エタクリン酸365
- エタクリン酸, 定量用146
- エタクリン酸錠365
- エタノール146, 366
- エタノール (95)146
- エタノール (99.5)146
- エタノール, 薄めた146
- エタノール, ガスクロマトグラフィー用146
- エタノール, 希146
- エタノール, 消毒用146
- エタノール, 中和146
- エタノール, 無アルデヒド146
- エタノール, 無水146
- エタノール, メタノール不含146
- エタノール (95), メタノール不含146
- エタノール・生理食塩液146
- エタノール不含クロロホルム146
- エタンブール塩酸塩368
- エチオナミド369
- エチゾラム369
- エチゾラム, 定量用31
- エチゾラム細粒55
- エチゾラム錠56
- エチドロン酸二ナトリウム370
- エチドロン酸二ナトリウム, 定量用146
- エチドロン酸二ナトリウム錠371
- エチニルエストラジオール146, 372, 64
- エチニルエストラジオール錠372
- エチルコハク酸エリスロマイシン389
- L*-エチルシステイン塩酸塩373
- エチル炭酸キニーネ450
- 2-エチル-2-フェニルマロンジアミド146
- エチルベンゼン146
- N*-エチルマレイミド146
- エチルモルヒネ塩酸塩374
- エチルモルヒネ塩酸塩水和物374
- エチレフリン塩酸塩375
- エチレフリン塩酸塩錠375
- エチレングリコール146
- エチレングリコール, 水分測定用146
- エチレンジアミン146, 376
- エチレンジアミン試液146
- 0.1 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液122
- 0.05 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液123
- 0.02 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液123

- 0.01 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液123
- 0.001 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液123
- エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液,
0.04 mol/L146
- エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液,
0.1 mol/L146
- エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液,
0.4 mol/L, pH 8.5147
- エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物147
- エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム147, 376
- エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛147
- エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物147
- 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液123
- 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液123
- 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液123
- 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液123
- 0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液123
- エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液, 0.1 mol/L147
- エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅147
- エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物147
- エドト酸ナトリウム376
- エドト酸ナトリウム水合物376
- エーテル147, 377
- エーテル, 生薬純度試験用147
- エーテル, 麻酔用147
- エーテル, 無水147
- エテンザミド147, 378, 64
- 3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド147
- 4-エトキシフェノール147
- p-エトキシフェノール147
- エトキシベンズアミド378
- エトスクシミド379
- エトドラク379
- エトポシド380
- エドロホニウム塩化物381
- エドロホニウム塩化物注射液382, 58
- エナラプリルマレイン酸塩58
- エナラプリルマレイン酸塩錠59
- エナント酸テストステロン743
- エナント酸テストステロン注射液743
- エナント酸フルフェナジン955
- エナント酸メテノロン147, 1084
- エナント酸メテノロン, 定量用147
- エナント酸メテノロン注射液1084
- NN 指示薬148
- エノキサシン382
- エノキサシン水合物382
- 4-エピオキシテトラサイクリン148
- エピネフリン276
- エピネフリン液277
- エピネフリン注射液277
- エビリゾール383
- エビルピシン塩酸塩384
- エフェドリン塩酸塩385
- エフェドリン塩酸塩散 10 %386
- エフェドリン塩酸塩錠386, 60, 64
- エフェドリン塩酸塩注射液387, 60
- エペリゾン塩酸塩387
- MTT 試液148
- エモルファゾン61
- エモルファゾン, 定量用20
- エモルファゾン錠65
- エリオクロムブラック T148
- エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬148
- エリオクロムブラック T 試液148
- エリキシル剤10
- エリスロマイシン388
- エリスロマイシン B148
- エリスロマイシン C148
- エリスロマイシンエチルコハク酸エステル389
- エリスロマイシンステアリン酸塩390
- エリスロマイシン腸溶錠61, 65
- エリスロマイシンラクトビオン酸塩391
- エルカトニン391
- エルカトニン試験用トリブシン試液148
- エルゴカルシフェロール394
- エルゴタミン酒石酸塩395
- エルゴメトリンマレイン酸塩396
- エルゴメトリンマレイン酸塩錠396
- エルゴメトリンマレイン酸塩注射液397, 66
- エレウテロシド B, 液体クロマトグラフィー用148
- 塩化亜鉛148, 398
- 塩化亜鉛試液148
- 塩化亜鉛試液, 0.04 mol/L148
- 塩化アルミニウム148
- 塩化アルミニウム (Ⅲ) 六水和物148
- 塩化アルミニウム試液148
- 塩化アルミニウム (Ⅲ) 試液148
- 塩化アンチモン (Ⅲ)148
- 塩化アンチモン (Ⅲ) 試液148
- 塩化アンペノニウム320
- 塩化アンモニウム149
- 塩化アンモニウム・アンモニア試液149
- 塩化アンモニウム緩衝液, pH 10149
- 塩化アンモニウム試液149
- 塩化インジウム (¹¹¹In) 注射液398
- 塩化エドロホニウム381
- 塩化エドロホニウム注射液382, 58
- 塩化カリウム149, 398
- 塩化カリウム, 赤外吸収スペクトル用149
- 塩化カリウム, 導電率測定用149
- 塩化カリウム・塩酸緩衝液149
- 塩化カリウム試液, 0.2 mol/L149
- 塩化カリウム試液, 酸性149
- 塩化カルシウム149, 399
- 塩化カルシウム, 乾燥用149
- 塩化カルシウム, 水分測定用149
- 塩化カルシウム試液149
- 塩化カルシウム水合物399
- 塩化カルシウム注射液399, 62
- 塩化カルシウム二水和物149
- 塩化金酸149
- 塩化金酸試液149
- 塩化コバルト149

- 塩化コバルト・エタノール試液149
 塩化コバルト(Ⅱ)・エタノール試液149
 塩化コバルト試液149
 塩化コバルト(Ⅱ)試液149
 塩化コバルトの色の比較原液134
 塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液134
 塩化コバルト(Ⅱ)六水和物149
 塩化コリン149
 塩化水銀(Ⅱ)149
 塩化水銀(Ⅱ)試液149
 塩化水素・エタノール試液149
 塩化スキサメトニウム599
 塩化スキサメトニウム, 薄層クロマトグラフィー用149
 塩化スキサメトニウム注射液600, 82
 塩化スズ(Ⅱ)・塩酸試液149
 塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液149
 塩化スズ(Ⅱ)試液149
 塩化スズ(Ⅱ)試液, 酸性149
 塩化スズ(Ⅱ)二水和物149
 塩化ストロンチウム149
 塩化セシウム31
 塩化セシウム試液31
 塩化第一スズ149
 塩化第一スズ・硫酸試液149
 塩化第一スズ試液149
 塩化第一スズ試液, 酸性149
 塩化第二水銀149
 塩化第二鉄149
 塩化第二鉄・酢酸試液149
 塩化第二鉄・ピリジン試液, 無水149
 塩化第二鉄・メタノール試液149
 塩化第二鉄・ヨウ素試液149
 塩化第二鉄試液149
 塩化第二鉄試液, 希149
 塩化第二鉄試液, 酸性149
 塩化第二鉄の色の比較原液135
 塩化第二銅149
 塩化第二銅・アセトン試液149
 塩化タリウム (²⁰¹Tl) 注射液399
 塩化チオニル149
 塩化チタン(Ⅲ)(20)149
 塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液150
 0.1 mol/L 塩化チタン(Ⅲ)液123
 塩化チタン(Ⅲ)試液149
 塩化ツボクラリン731, 91
 塩化ツボクラリン注射液732, 91
 塩化鉄(Ⅲ)・酢酸試液150
 塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液, 無水150
 塩化鉄(Ⅲ)・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液150
 塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液150
 塩化鉄(Ⅲ)・ヨウ素試液150
 塩化鉄(Ⅲ)試液150
 塩化鉄(Ⅲ)試液, 希150
 塩化鉄(Ⅲ)試液, 酸性150
 塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液135
 塩化鉄(Ⅲ)六水和物150
 塩化テトラ *n*-ブチルアンモニウム150
 塩化銅(Ⅱ)・アセトン試液150
 塩化銅(Ⅱ)二水和物150
 塩化トリフェニルテトラブリン150
 塩化トリフェニルテトラブリン試液150
 塩化ナトリウム150, 400
 塩化ナトリウム試液150
 塩化ナトリウム試液, 0.1 mol/L150
 塩化ナトリウム試液, 0.2 mol/L20
 塩化ナトリウム試液, 1 mol/L150
 0.9 % 塩化ナトリウム注射液626, 82
 10 % 塩化ナトリウム注射液401, 62
 塩化ナトリウム(標準試薬)150
 塩化 *p*-ニトロベンゼンジアズニウム試液150
 塩化 *p*-ニトロベンゼンジアズニウム試液, 噴霧用150
 塩化白金酸150
 塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液150
 塩化白金酸試液150
 塩化パラジウム150
 塩化パラジウム(Ⅱ)150
 塩化パラジウム試液150
 塩化パラジウム(Ⅱ)試液150
 塩化バリウム150
 0.1 mol/L 塩化バリウム液123
 0.02 mol/L 塩化バリウム液124
 0.01 mol/L 塩化バリウム液124
 塩化バリウム試液150
 塩化バリウム二水和物150
 塩化パルマチン150
 塩化ビニル150
 塩化ビニル標準液133
 塩化 *n*-ブチル150
 塩化物試験法19
 塩化ベタネコール997
 塩化ベルベリン150, 1018
 塩化ベルベリン, 薄層クロマトグラフィー用150
 塩化ベンザルコニウム151, 1019
 塩化ベンザルコニウム液1020
 塩化ベンゼトニウム1025
 塩化ベンゼトニウム, 定量用151
 塩化ベンゼトニウム液1026
 塩化ベンゾイル151
 塩化マグネシウム151
 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液124
 0.01 mol/L 塩化マグネシウム液124
 塩化マグネシウム六水和物151
 塩化メチルロザニリン151, 1083
 塩化メチルロザニリン試液151
 塩化ランタン試液31
 塩化リゾチーム1132
 塩化リゾチーム用基質試液151
 塩化リチウム151
 エンゴサク1182, 131
 延胡索1182, 131
 エンゴサク末132
 延胡索末132
 塩酸151, 401
 2 mol/L 塩酸124
 1 mol/L 塩酸124
 0.5 mol/L 塩酸124

| | | | |
|--------------------------|----------|-----------------------|----------|
| 0.2 mol/L 塩酸 | 124 | 塩酸イミダプリル, 定量用 | 20 |
| 0.1 mol/L 塩酸 | 124 | 塩酸イミプラミン | 151, 342 |
| 0.05 mol/L 塩酸 | 125 | 塩酸イミプラミン錠 | 343, 54 |
| 0.02 mol/L 塩酸 | 125 | 塩酸インデノロール | 352 |
| 0.01 mol/L 塩酸 | 125 | 塩酸エカラジン | 770 |
| 0.001 mol/L 塩酸 | 125 | 塩酸エタンプトール | 368 |
| 塩酸, 希 | 151 | 塩酸エチルシステイン | 373 |
| 塩酸, 精製 | 151 | 塩酸 L-エチルシステイン | 373 |
| 塩酸・エタノール試液 | 151 | 塩酸エチルモルヒネ | 374 |
| 塩酸・塩化カリウム緩衝液, pH 2.0 | 152 | 塩酸エチレフリン | 151, 375 |
| 塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 3.5 | 152 | 塩酸エチレフリン, 定量用 | 151 |
| 塩酸・2-プロパノール試液 | 154 | 塩酸エチレフリン錠 | 375 |
| 塩酸・メタノール試液, 0.01 mol/L | 155 | 塩酸 6-エピドキシサイクリン | 151 |
| 塩酸・メタノール試液, 0.05 mol/L | 155 | 塩酸エピネフリン液 | 277 |
| 塩酸アクリルピシシ | 254 | 塩酸エピネフリン注射液 | 277 |
| 塩酸アセプトロール | 275 | 塩酸エビルピシシ | 384 |
| 塩酸アゼラスチン | 38 | 塩酸エフェドリン | 151, 385 |
| 塩酸アゼラスチン顆粒 | 36 | 塩酸エフェドリン, 定量用 | 151 |
| 塩酸アゼラスチン, 定量用 | 20 | 塩酸エフェドリン散 | 386 |
| 塩酸アドレナリン液 | 277 | 塩酸エフェドリン散 10 % | 386 |
| 塩酸アドレナリン注射液 | 277 | 塩酸エフェドリン錠 | 386, 60 |
| 塩酸 14-アニソイルアコニン, 成分含量測定用 | 20 | 塩酸エフェドリン注射液 | 387, 60 |
| 塩酸アブリンジン | 37 | 塩酸エベリゾン | 387 |
| 塩酸アブリンジンカプセル | 38 | 塩酸エメチン, 成分含量測定用 | 151 |
| 塩酸アブリンジン, 定量用 | 20 | 塩酸オキシコドン | 406 |
| 塩酸アヘンアルカロイド | 282 | 塩酸オキシコドン, 定量用 | 152 |
| 塩酸アヘンアルカロイド注射液 | 283 | 塩酸オキシテトラサイクリン | 409 |
| 塩酸アマタジン | 287 | 塩酸オキシプロカイン | 414 |
| 塩酸アミオダロン | 39 | 塩酸オクスプレノロール | 416 |
| 塩酸アミオダロン錠 | 40 | 塩酸カルテオロール | 433 |
| 塩酸アミオダロン, 定量用 | 20 | 塩酸キニーネ | 451 |
| 塩酸アミトリプチリン | 292 | 塩酸クリンダマイシン | 469 |
| 塩酸アミトリプチリン錠 | 292, 39 | 塩酸クリンダマイシンカプセル | 469 |
| 塩酸 4-アミノアンチピリン | 151 | 塩酸クロカプラミン | 475 |
| 塩酸 4-アミノアンチピリン試液 | 151 | 塩酸クロコナゾール | 478 |
| 塩酸 4-アミノフェノール | 151 | 塩酸クロニジン | 482 |
| 塩酸 p-アミノフェノール | 151 | 塩酸クロフェダノール | 484 |
| 塩酸アモスラロール | 41 | 塩酸クロベラスチン | 485 |
| 塩酸アモスラロール, 定量用 | 31 | 塩酸クロミプラミン | 487 |
| 塩酸アモスラロール錠 | 42 | 塩酸クロルプロマジン | 501 |
| 塩酸アルギニン | 304 | 塩酸クロルプロマジン, 定量用 | 152 |
| 塩酸 L-アルギニン | 151, 304 | 塩酸クロルプロマジン錠 | 501, 72 |
| 塩酸アルギニン注射液 | 305, 43 | 塩酸クロルプロマジン注射液 | 502, 72 |
| 塩酸 L-アルギニン注射液 | 305, 43 | 塩酸クロルヘキシジン | 503, 20 |
| 塩酸アルプレノロール | 307 | 塩酸 (2-クロロエチル) ジエチルアミン | 21 |
| 塩酸アロチノロール | 311 | 塩酸ケタミン | 509 |
| 塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル | 836 | 塩酸コカイン | 515 |
| 塩酸アンピシリンフタリジル | 702 | 塩酸 2,4-ジアミノフェノール | 152 |
| 塩酸イソクスブリン | 50 | 塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液 | 152 |
| 塩酸イソクスブリン, 定量用 | 31 | 塩酸試液, 0.001 mol/L | 152 |
| 塩酸イソクスブリン錠 | 51 | 塩酸試液, 0.01 mol/L | 152 |
| l-塩酸イソプレナリン | 335 | 塩酸試液, 0.02 mol/L | 152 |
| l-塩酸イソプロテレノール | 335 | 塩酸試液, 0.05 mol/L | 152 |
| 塩酸イソプロメタジン, 薄層クロマトグラフィー用 | 151 | 塩酸試液, 0.1 mol/L | 152 |
| 塩酸イダルピシシ | 337 | 塩酸試液, 0.2 mol/L | 152 |
| 塩酸イプロベラトリル | 1014 | 塩酸試液, 0.5 mol/L | 152 |
| 塩酸イミダプリル | 20, 50 | 塩酸試液, 1 mol/L | 152 |
| 塩酸イミダプリル錠 | 51 | 塩酸試液, 2 mol/L | 152 |

| | | | |
|---|----------|-------------------------|----------|
| 塩酸試液, 3 mol/L | 152 | 塩酸ドバミン, 定量用 | 153 |
| 塩酸試液, 5 mol/L | 152 | 塩酸ドバミン注射液 | 771, 93 |
| 塩酸試液, 6 mol/L | 152 | 塩酸ドブタミン | 772 |
| 塩酸試液, 7.5 mol/L | 152 | 塩酸トリヘキシフェニジル | 788 |
| 塩酸試液, 10 mol/L | 152 | 塩酸トリヘキシフェニジル錠 | 788 |
| 塩酸ジエタノールアミン | 152 | 塩酸トリメタジジン | 790, 94 |
| 塩酸シクロペントラート | 554 | 塩酸トリメタジジン, 定量用 | 153 |
| L-塩酸システイン | 152 | 塩酸トリメタジジン錠 | 791 |
| 塩酸ジフェニドール | 152, 573 | 塩酸トリメトキノール | 792 |
| 塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン, 薄層クロマトグラフィー用 | 152 | 塩酸トルペリゾン | 796 |
| 塩酸ジフェンヒドラミン | 574 | 塩酸トレトキノール | 792 |
| 塩酸ジブカイン | 153, 576 | 塩酸ナファゾリン | 802 |
| 塩酸シプロヘプタジン | 577 | 塩酸ナルコチン | 830 |
| 塩酸 N,N-ジメチル-p-フェニレンジアミン | 153 | 塩酸ナロキソン | 805 |
| 塩酸ジラゼブ | 591 | 塩酸ニカルジピン | 807 |
| 塩酸ジルチアゼム | 153, 591 | 塩酸ニカルジピン, 定量用 | 153 |
| 塩酸シンコカイン | 576 | 塩酸ニカルジピン注射液 | 807, 98 |
| 塩酸スペクチノマイシン | 608 | 塩酸ノスカピン | 830 |
| 塩酸スレオプロカテロール | 153 | 塩酸ノルアドレナリン注射液 | 831, 100 |
| 塩酸セチリジン | 82 | 塩酸ノルエピネフリン注射液 | 831, 100 |
| 塩酸セチリジン, 定量用 | 31 | 塩酸ノルトリプチリン | 835 |
| 塩酸セチリジン錠 | 83 | 塩酸バカンピシリン | 836 |
| 塩酸セトラキサート | 627 | 塩酸パバベリン | 153, 845 |
| 塩酸セフェピム | 643 | 塩酸パバベリン, 定量用 | 153 |
| 塩酸セフォゾプラン | 647 | 塩酸パバベリン注射液 | 101, 846 |
| 塩酸セフォチアム | 649 | 塩酸パラアミノフェノール | 153 |
| 塩酸セフォチアムヘキセチル | 651 | 塩酸バンコマイシン | 863 |
| 塩酸セフカベン ピボキシル | 656 | 塩酸ピオグリタゾン | 120 |
| 塩酸セフカベン ピボキシル細粒 | 658 | L-塩酸ヒスチジン | 153 |
| 塩酸セフカベン ピボキシル錠 | 658 | 塩酸ヒドララジン | 153, 872 |
| 塩酸セフカベンピボキシル | 153 | 塩酸ヒドララジン, 定量用 | 153 |
| 塩酸セフメノキシム | 681 | 塩酸ヒドララジン散 | 873 |
| 塩酸セミカルバジド | 153 | 塩酸ヒドララジン錠 | 873, 104 |
| 塩酸ダウノルピシン | 700 | 塩酸ヒドロキシアンモニウム | 153 |
| 塩酸タムスロシン | 153, 701 | 塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 | 153 |
| 塩酸タランピシリン | 702 | 塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液 | 153 |
| 塩酸チアブリド | 104 | 塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 | 153 |
| 塩酸チアブリド錠 | 104 | 塩酸ヒドロキシアンモニウム試液, pH 3.1 | 154 |
| 塩酸チアブリド, 定量用 | 21 | 塩酸ヒドロキシジン | 874 |
| 塩酸チアミン | 714 | 塩酸ヒドロキシルアミン | 154 |
| 塩酸チアミン散 | 716 | 塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液 | 154 |
| 塩酸チアミン注射液 | 716, 89 | 塩酸ヒドロキシルアミン試液 | 154 |
| 塩酸チアラミド | 717 | 塩酸ヒドロキシルアミン試液, pH 3.1 | 154 |
| 塩酸チアラミド, 定量用 | 153 | 塩酸ヒドロコタルニン | 879 |
| 塩酸チアラミド錠 | 718 | 塩酸ヒドロコタルニン, 定量用 | 154 |
| 塩酸チオリダジン | 722 | 塩酸ピブメシリナム | 886 |
| 塩酸チクロピジン | 723 | 塩酸ピブメシリナム錠 | 122 |
| 塩酸チザニジン | 724 | 塩酸ピベリジン | 154 |
| 塩酸ツロブテロール | 732 | 塩酸ピベリデン | 893 |
| 塩酸テトラカイン | 753 | 塩酸 1-(4-ピリジル)ピリジニウムクロリド | 154 |
| 塩酸テトラサイクリン | 153, 753 | 塩酸ピリドキシム | 154, 900 |
| 塩酸デメチルクロルテトラサイクリン | 757 | 塩酸ピリドキシム注射液 | 900, 107 |
| 塩酸ドキサプラム | 761 | 塩酸ピレンゼピン | 902 |
| 塩酸ドキシサイクリン | 761 | 塩酸ピレンゼピン水和物 | 902 |
| 塩酸ドキソルピシン | 765 | 塩酸ピロカルピン | 904 |
| 塩酸ドドララジン | 770 | 塩酸 1,10-フェナントロリニウム一水和物 | 154 |
| 塩酸ドバミン | 771 | 塩酸 o-フェナントロリン | 154 |
| | | 塩酸フェニルヒドラジニウム | 154 |

塩酸フェニルヒドラジニウム試液……………154
 塩酸フェニルヒドラジン……………154
 塩酸フェニルヒドラジン試液……………154
 塩酸フェニルピペラジン……………154
 塩酸フェニレフリン……………919
 塩酸フェネチルアミン……………154
 塩酸ブクモロール……………926
 塩酸ブソイドエフェドリン……………154
 塩酸ブナゾシン……………934
 塩酸ブフェトロール……………936
 塩酸ブプラノロール……………937
 塩酸ブプレノルフィン……………112
 塩酸ブホルミン……………112
 塩酸ブホルミン、定量用……………31
 塩酸ブホルミン錠……………113
 塩酸ブホルミン腸溶錠……………114
 塩酸ブラゾシン……………127
 塩酸フラボキサート……………945
 塩酸フルスルチアミン……………954
 塩酸フルラゼパム……………957
 塩酸ブレオマイシン……………960
 塩酸プロカイン……………154, 968
 塩酸プロカイン、定量用……………154
 塩酸プロカイン注射液……………968
 塩酸プロカインアミド……………154, 969
 塩酸プロカインアミド、定量用……………154
 塩酸プロカインアミド錠……………969
 塩酸プロカインアミド注射液……………970
 塩酸プロカテロール……………154, 970
 塩酸プロカルバジン……………971
 塩酸プロパフェノン……………138
 塩酸プロパフェノン錠……………139
 塩酸プロパフェノン、定量用……………21
 塩酸プロプラノロール……………983
 塩酸プロプラノロール、定量用……………154
 塩酸プロプラノロール錠……………984
 塩酸プロムヘキシシ……………988
 塩酸プロメタジン……………989
 塩酸ベタキソロール……………143
 塩酸ベチジン……………1007
 塩酸ベチジン、定量用……………154
 塩酸ベチジン注射液……………1008, 116
 塩酸ベニジピン……………154, 1008
 塩酸ベニジピン、定量用……………154
 塩酸ベニジピン錠……………1009
 塩酸ベノキシネート……………414
 塩酸ベラバミル……………1014
 塩酸ベラバミル、定量用……………154
 塩酸ベラバミル錠……………1014
 塩酸ベンセラジド……………1026
 塩酸ベンゾイルヒパコニン、成分含量測定用……………21
 塩酸ベンゾイルメサコニン、成分含量測定用……………21
 塩酸ベンゾイルメサコニン、薄層クロマトグラフィー用……………154, 18
 塩酸ホモクロルシクリジン……………1041
 塩酸マニジピン……………119
 塩酸マニジピン錠……………120
 塩酸マプロチリン……………1053

塩酸ミノサイクリン……………1061, 31
 塩酸ミノサイクリン錠……………146
 塩酸メキシレチン……………1064
 塩酸メクロフェノキサート……………1066
 塩酸メタサイクリン……………155
 塩酸メタンフェタミン……………1069
 dl-塩酸メチルエフェドリン……………155, 1072
 dl-塩酸メチルエフェドリン、定量用……………155
 dl-塩酸メチルエフェドリン散……………1073
 dl-塩酸メチルエフェドリン散 10 %……………1073
 塩酸メトホルミン……………1090
 塩酸メトホルミン、定量用……………155
 塩酸メトホルミン錠……………1090
 塩酸メビパカイン……………1095
 塩酸メビパカイン、定量用……………155
 塩酸メビパカイン注射液……………1095
 塩酸メフロキン……………155, 1098
 塩酸モルヒネ……………155, 1103
 塩酸モルヒネ、定量用……………155
 塩酸モルヒネ錠……………1104, 125
 塩酸モルヒネ注射液……………1105
 塩酸ラニチジン……………1124
 塩酸ラベタロール……………31, 126
 塩酸ラベタロール、定量用……………31
 塩酸ラベタロール錠……………127
 塩酸リジン……………1131
 塩酸 L-リジン……………155, 1131
 塩酸リゾチーム……………1132
 塩酸リドカイン注射液……………1133
 塩酸リトドリン……………155, 1134
 塩酸リトドリン錠……………1135
 塩酸リモナーデ……………402
 塩酸リンコマイシン……………1148
 塩酸リンコマイシン注射液……………154
 塩酸レナンピシリン……………1156
 塩酸ロキサチジンアセタート……………155, 1162
 塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル……………1163
 炎色反応試験法……………19
 塩素……………155
 塩素酸カリウム……………155
 塩素試液……………155
 遠藤培地……………155
 遠藤平板培地……………155
 エンドトキシン規格値の設定……………1587
 エンドトキシン試験法……………70, 14
 エンドトキシン試験用水……………155
 エンドトキシン試験用トリス緩衝液……………155
 エンピオマイシン硫酸塩……………402
 エンフルラン……………155, 403

オ

オウギ……………1182, 162
 黄耆……………1182
 オウゴン、薄層クロマトグラフィー用……………155
 オウゴン……………1183, 132
 黄芩……………1183, 132
 オウゴン末……………1183, 133

黄芩末1183, 133
 黄色ワセリン1169
 王水155
 オウセイ1184, 162
 黄精1184
 オウバク1185
 黄柏1185
 オウバク・タンナルピン・ピスマス散1186
 オウバク末1185
 黄柏末1185
 オウレン1187, 133
 黄連1187, 133
 オウレン末1188, 133
 黄連末1188, 133
 黄蠟1059
 オキサゾラム404
 オキサピウムヨウ化物405
 オキサプロジン406
p-オキシ安息香酸155
p-オキシ安息香酸イソプロピル155
p-オキシ安息香酸ベンジル155
 2-オキシ-1-(2'-オキシ-4'-スルホ-1'-ナフチルアゾ)-3-
 ナフトエ酸155
 8-オキシキノリン155
 オキシコドン塩酸塩406
 オキシコドン塩酸塩水和物406
 オキシテトラサイクリン塩酸塩409
 オキシトシン155, 410
 オキシトシン注射液413
 オキシドール413
 オキシプロカイン塩酸塩414
 オキシメトロン414
 オキセサゼイン415
 オキセタカイン415
 オクスプレノロール塩酸塩416
n-オクタデカン155
 オクタデシルシリル化シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用246
 オクタデシルシリル化シリカゲル,
 薄層クロマトグラフィー用246
 オクタデシルシリル化シリカゲル,
 薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)246
 オクタデシルシリル化シリカゲル, 前処理用155
 オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用246
 オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー,
 液体クロマトグラフィー用246
 1-オクタノール155
n-オクタン155
 オクタン, イソ155
 1-オクタンスルホン酸ナトリウム155
 オクチルアルコール156
 オクチルシリル化シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用246
n-オクチルベンゼン156
 オザグレルナトリウム62
 オストール, 薄層クロマトグラフィー用156
 オスモル濃度測定法43

オピアト注射液283
 オピアル282
 オピアル注射液283
 オピスコ注射液285
 オフロキサシン416, 21
 オフロキサシン脱メチル体156
 オペリジン1007
 オペリジン注射液1008, 116
 オメブラゾール63
 オリブ油156, 417
 オルシプレナリン硫酸塩418
 オルシン156
 オルシン・塩化第二鉄試液156
 オルシン・塩化鉄(Ⅲ)試液156
 オルトキシレン156
 オルトトルエンスルホンアミド156
 オレイン酸31
 オレンジ油418
 オンジ1189, 134
 遠志1189, 134
 オンジ末1189, 134
 遠志末1189, 134
 温度計251

カ

海砂156
 カイニン酸156, 419
 カイニン酸, 定量用156
 カイニン酸・サントニン散419
 カイニン酸水和物419
 海人草1273
 過塩素酸156
 0.1 mol/L 過塩素酸125
 0.05 mol/L 過塩素酸125
 0.02 mol/L 過塩素酸125
 過塩素酸・エタノール試液156
 0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液125
 0.05 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液125
 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液125
 0.004 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液125
 0.05 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液125
 0.004 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液125
 過塩素酸・無水エタノール試液156
 過塩素酸カリウム156
 過塩素酸第二鉄156
 過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液156
 過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液156
 過塩素酸鉄(Ⅲ)六水和物156
 過塩素酸ナトリウム156
 過塩素酸バリウム156
 0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液125
 過塩素酸ヒドロキシルアミン156
 過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液156
 過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液156
 過塩素酸ヒドロキシルアミン試液156
 カオリン420
 カカオ脂420

- 化学用体積計249
- 過ギ酸156
- 核磁気共鳴スペクトル測定法35
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロホルム156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化
ジメチルスルホキシド156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化溶媒156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシラン156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用トリフルオロ酢酸156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリル
プロパンスルホン酸ナトリウム156
- 核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリル
プロピオン酸ナトリウム-d₄156
- 加香ヒマシ油895
- 加工ブシ1260, 152
- 加工ブシ末1261, 153
- カゴソウ1189
- 夏枯草1189
- かさ密度61
- かさ密度及びタップ密度測定法61, 8
- 過酸化水素・水酸化ナトリウム試液157
- 過酸化水素 (30)156
- 過酸化水素試液156
- 過酸化水素試液, 希156
- 過酸化水素水, 強157
- 過酸化ナトリウム157
- 過酸化ベンゾイル, 25 % 含水157
- カシアフラスコ249
- カシユウ1190, 134
- 何首烏1190, 134
- ガジュツ1190, 134
- 菘蓐1190, 134
- 加水ラノリン1125
- ガスえそウマ抗毒素421
- ガスえそ抗毒素421
- ガスクロマトグラフィー33, 12
- ガスクロマトグラフィー用アセトアルデヒド157
- ガスクロマトグラフィー用アルキレングリコール
フタル酸エステル157
- ガスクロマトグラフィー用エタノール157
- ガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボン246
- ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土246
- ガスクロマトグラフィー用コハク酸
ジエチレングリコールポリエステル157
- ガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピル-
6 % フェニル-メチルシリコンポリマー157
- ガスクロマトグラフィー用 7 % シアノプロピル-
7 % フェニル-メチルシリコンポリマー157
- ガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニル
シリコン21
- ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコール
アジピン酸エステル157
- ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコール
コハク酸エステル157
- ガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・
95 % ジメチルポリシロキサン157
- ガスクロマトグラフィー用シリカゲル246
- ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸157
- ガスクロマトグラフィー用ゼオライト (孔径 0.5 nm)246
- ガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチル
テトラコサン類分枝炭化水素混合物 (L)157
- ガスクロマトグラフィー用 D-ソルビトール157
- ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル-
ジビニルベンゼン共重合体
(孔径 0.06 ~ 0.08 μm, 100 ~ 200 m²/g)246
- ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-
ジビニルベンゼン共重合体
(平均孔径 0.0075 μm, 500 ~ 600 m²/g)246
- ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-
ジビニルベンゼン共重合体
(平均孔径 0.0085 μm, 300 ~ 400 m²/g)246
- ガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズ246
- ガスクロマトグラフィー用
テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン157
- ガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン157
- ガスクロマトグラフィー用テフロン246
- ガスクロマトグラフィー用テレフタル酸157
- ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ
(エチレンオキシ) エタノール157
- ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸157
- ガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル-
25 % シアノプロピル-メチルシリコンポリマー157
- ガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル-
メチルシリコンポリマー157
- ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-
メチルシリコンポリマー157
- ガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル-
メチルシリコンポリマー157
- ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-
50 % メチルポリシロキサン157
- ガスクロマトグラフィー用ポリアクリル酸メチル31
- ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール157
- ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール
モノエーテル157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
エステル化物157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 400157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 1500
.....157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000
.....157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
15000-ジエポキシド157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
20 M157
- ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
2-ニトロテレフタレート21
- ガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサン21
- ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸157

- ガスクロマトグラフィー用メチルシリコンポリマー157
 ガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマー246
 カゼイン (乳製)158
 カゼイン, 乳製157
 カゼイン製ペプトン158
 カチリ923
 カッコウ162
 藿香162
 カッコン1190
 葛根1190
 葛根湯エキス1191, 134, 163
 活性アルミナ158
 活性炭158
 活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液158
 活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬158
 過テクネチウム酸ナトリウム (^{99m}Tc) 注射液421
 カテコール158
 果糖158, 421
 果糖注射液422, 64
 カドミウム・ニンヒドリン試液158
 カドミウム地金158
 カドミウム標準原液133
 カドミウム標準液133
 カドララジン66
 カドララジン, 定量用21
 カドララジン錠67
 カナマイシン-硫酸塩422
 カナマイシン硫酸塩423
 カノコソウ1193, 136, 163
 カノコソウ末1193, 136, 163
 カフェイン158, 425
 カフェイン, 無水158
 カフェイン水和物425
 カブサイシン, 成分含量測定用158, 29
 (E)-カブサイシン, 成分含量測定用31
 カブサイシン, 薄層クロマトグラフィー用158, 29
 (E)-カブサイシン, 薄層クロマトグラフィー用31, 18
 カプセル425
 カプセル剤10
 カプトプリル426
 カプリル酸158
 n-カプリル酸エチル158
 ガベキサートメシル酸塩426, 64
 火麻仁1273
 過マンガン酸カリウム158, 427
 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液125
 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液126
 過マンガン酸カリウム試液158
 過マンガン酸カリウム試液, 酸性158
 加味逍遙散エキス1193, 137
 カモスタットメシル酸塩428, 65
 過ヨウ素酸カリウム158
 過ヨウ素酸カリウム試液158
 過ヨウ素酸ナトリウム158
 過ヨウ素酸ナトリウム試液158
 β-ガラクトシダーゼ (アスペルギルス)429
 β-ガラクトシダーゼ (パニシリウム)429
 ガラクトース159
 D-ガラクトース159
 ガラスウール248
 ガラス繊維248
 ガラスろ過器248
 カラムクロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂35
 カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂247
 カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム247
 カラムクロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル
 セルロース247
 カラムクロマトグラフィー用中性アルミナ247
 カラムクロマトグラフィー用ポリアミド247
 カリウム標準原液133
 カリジノゲナーゼ430
 カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (1)159
 カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (2)159
 カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (3)159
 カリジノゲナーゼ測定用基質試液 (4)159
 カリ石ケン433
 顆粒剤10
 過硫酸アンモニウム159
 過硫酸カリウム159
 カルシウム標準液133
 カルシウム標準液, 原子吸光度用133
 カルシトニン (サケ)68
 カルシフェロール394
 カルテオロール塩酸塩433
 カルナウバロウ433
 カルバゾクロム159
 カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム434
 カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム, 成分含量測定用159
 カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物434
 カルバゾール22
 カルバゾール試液22
 カルバマゼピン435
 カルバミン酸エチル159
 カルバミン酸クロルフェネシン498, 70
 カルバミン酸クロルフェネシン, 定量用32
 カルバミン酸クロルフェネシン錠71
 カルビドパ435
 カルビドパ水和物435
 カールフィッシャー法44, 13
 カルボキシメチルスターチナトリウム91
 カルボキシメチルセルロース437
 カルボキシメチルセルロースカルシウム438
 カルボキシメチルセルロースナトリウム438
 L-カルボシステイン436
 カルメロース437, 71
 カルメロースカルシウム438, 71
 カルメロースナトリウム438, 71
 カルモナムナトリウム439
 カルモフル441
 カロコン1196
 栝楼根1196
 カンキョウ1196, 139
 乾姜1196, 139
 還元鉄159
 丸剤10
 緩衝液, セルモロイキン用159

緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液159
 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液159
 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・
 0.2 mol/L 塩化カリウム試液159
 緩衝液用 1 mol/L リン酸一水素カリウム試液159
 緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液159
 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液159
 乾生姜1226
 乾生姜末1227
 25 % 含水過酸化ベンゾイル159
 4 % 含水中性アルミナ159
 カンゾウ1197
 甘草1197
 乾燥亜硫酸ナトリウム303
 カンゾウエキス1198, 139
 甘草エキス1198, 139
 乾燥減量試験法41
 乾燥甲状腺513
 乾燥酵母514
 乾燥細胞培養痘そうワクチン759
 乾燥ジフテリアウマ抗毒素576
 乾燥ジフテリア抗毒素576
 乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン416
 乾燥弱毒生風しんワクチン916
 乾燥弱毒生麻疹ワクチン1053
 乾燥水酸化アルミニウムゲル597
 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒597, 90
 カンゾウ粗エキス1199, 139
 乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン453
 乾燥炭酸ナトリウム159, 705
 乾燥痘苗759
 乾燥痘そうワクチン759
 乾燥日本脳炎ワクチン822
 乾燥破傷風ウマ抗毒素841
 乾燥破傷風抗毒素841
 乾燥はぶウマ抗毒素846
 乾燥はぶ抗毒素846
 乾燥 BCG ワクチン869
 乾燥ボツリヌスウマ抗毒素1038
 乾燥ボツリヌス抗毒素1038
 カンゾウ末1198
 甘草末1198
 乾燥まむしウマ抗毒素1054
 乾燥まむし抗毒素1054
 甘草羔1199, 139
 乾燥用塩化カルシウム159
 乾燥用合成ゼオライト159
 乾燥硫酸アルミニウムカリウム1144
 カンテン159, 1199
 寒天1199
 カンテン斜面培地159
 カンテン培地, 普通159
 カンテン末1200
 寒天末1200
 含糖ペブシン159, 441
 眼軟膏剤10, 7
 眼軟膏剤の金属性異物試験法97, 23
 ガンピール1173

ガンピール末1173
d-カンファスルホン酸159
 カンフル159
d-カンフル442
dl-カンフル443
 肝油443
 カンレノ酸カリウム444

キ

希エタノール159
 希塩化第二鉄試液159
 希塩化鉄 (Ⅲ) 試液159
 希塩酸159, 401
 希過酸化水素試液159
 希ギムザ試液159
 キキョウ1200
 桔梗根1200
 桔梗根末1200
 キキョウ末1200
 キキョウ流エキス1201, 140
 キクカ1201
 菊花1201
 希五酸化バナジウム試液159
 希酢酸159
 キササゲ1201
 ギ酸159
 ギ酸アンモニウム159
 ギ酸アンモニウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.0159
 希酸化バナジウム (V) 試液159
 キサンテン159
 キサンテン-9-カルボン酸160
 キサントヒドロール160
 キサントン160
 ギ酸 *n*-ブチル160
 希次酢酸鉛試液160
 希次硝酸ピスマス・ヨウ化カリウム試液, 噴霧用160
 キジツ1202
 枳実1202
 基質緩衝液, セルモロイキン用160
 基質試液, 塩化リゾチム用160
 基質試液 (1), カリジノゲナーゼ測定用160
 基質試液 (2), カリジノゲナーゼ測定用160
 基質試液 (3), カリジノゲナーゼ測定用160
 基質試液 (4), カリジノゲナーゼ測定用160
 希 2,6-ジブromo-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノン
 モノイミン試液160
 希 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・
 塩化第二鉄試液160
 希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・
 塩化鉄 (Ⅲ) 試液160
 希硝酸160
 キシリット444
 キシリット注射液445, 65
 キシリトール160, 444
 キシリトール注射液445, 65
 キシレノールオレンジ160
 キシレノールオレンジ試液160

キシレン160
o-キシレン160
 キシレンシアノール FF160
 キシロース160
D-キシロース160
 希水酸化カリウム・エタノール試液160
 希水酸化ナトリウム試液160
 キタサマイシン446
 キタサマイシン酢酸エステル447
 キタサマイシン酒石酸塩448
 希チモールブルー試液160
 キッカ1201
 吉草根1193, 136
 吉草根末1193, 136
n-吉草酸160
 吉草酸ジフルコルトロン86
 吉草酸ベタメタゾン1002
 吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシクリーム1002
 吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏1004
 希鉄・フェノール試液160
 キニジン硫酸塩449
 キニジン硫酸塩水和物449
 キニーネエチル炭酸エステル450
 キニーネ塩酸塩451
 キニーネ塩酸塩水和物451
 キニーネ硫酸塩452
 キニーネ硫酸塩水和物452
 キニノーゲン160
 キニノーゲン試液161
 8-キノリノール161
 キノリン161
 キノリン試液161
 希フェノールレッド試液161
 希フォリン試液161
 希プロモフェノールブルー試液161
 希ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・
 ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液32
 希ホルムアルデヒド試液161
 ギムザ試液161
 希メチルレッド試液161
 キャピラリー電気泳動法1587
 牛脂452
 吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド161
 吸収スペクトル用ヘキサシ161
 吸収スペクトル用 *n*-ヘキサシ161
 吸水軟膏806
 強アンモニア水161
 強塩基性イオン交換樹脂161
 強塩基性イオン交換樹脂, カラムクロマトグラフィー用35
 強過酸化水素水161
 キョウカツ1202, 140
 羌活1202, 140
 凝固点測定法41
 強酢酸第二銅試液161
 強酢酸銅(Ⅱ)試液161
 強酸性イオン交換樹脂161
 強酸性イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用247
 強酸性イオン交換樹脂, カラムクロマトグラフィー用247

強酸性イオン交換シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用247
 希ヨウ素試液161
 キョウニン1202, 140, 163
 杏仁1202, 140
 キョウニン水1203
 杏仁水1203
 強熱減量試験法42
 強熱残分試験法42
 希ヨードチンキ1115
 希硫酸161
 希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液161
 希硫酸第二鉄アンモニウム試液161
 近赤外吸収スペクトル測定法224
 金標準原液133
 銀標準原液133
 金標準液, 原子吸光光度用133
 銀標準液, 原子吸光光度用133
 [6]-ギングロール, 成分含量測定用32
 [6]-ギングロール, 薄層クロマトグラフィー用161, 29
 ギンセノシド Rc161
 ギンセノシド Re161
 ギンセノシド Rg₁, 薄層クロマトグラフィー用161
 金属ナトリウム161
 金チオリンゴ酸ナトリウム453
 キンヒドロシ161

ク

グアイフェネシシ161, 454
 グアナベンズ酢酸塩455
 グアニシ22
 グアネチジン硫酸塩455
 グアヤコール161
 グアヤコール, 定量用22
 グアヤコールグリセリンエーテル454
 グアヤコールスルホン酸カリウム162, 456
 クエン酸162, 457
 クエン酸・酢酸試液162
 クエン酸・無水酢酸試液162
 クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液162
 クエン酸アンモニウム162
 クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)162
 クエン酸一水和物162
 クエン酸ガリウム (⁶⁷Ga) 注射液458
 クエン酸カルベタペンタン1027
 クエン酸カルベタペンテン1027
 クエン酸クロミフェン486
 クエン酸クロミフェン錠486
 クエン酸三カリウム一水和物162
 クエン酸三ナトリウム二水和物162
 クエン酸試液, 0.01 mol/L162
 クエン酸試液, 1 mol/L, 緩衝液用162
 クエン酸ジエチルカルバマジン546
 クエン酸ジエチルカルバマジン錠546
 クエン酸水素二アンモニウム162
 クエン酸水和物457
 クエン酸第二鉄アンモニウム162

- クエン酸ナトリウム……………162, 458
クエン酸ナトリウム水和物……………458
クエン酸フェンタニール……………925
クエン酸フェンタニル……………925
クエン酸ベントキシペリン……………1027
クエン酸モサブリド……………149
クエン酸モサブリド, 定量用……………22
クエン酸モサブリド錠……………150
クコシ……………1203
枸杞子……………1203
クジン……………1203, 140
苦参……………1203, 140
クジン末……………1204, 140
苦参末……………1204, 140
屈折率測定法……………42
クペロン……………162
クペロン試液……………162
クーマシー染色試液……………162
クーマシーブリリアントブルー G-250……………162
クーマシーブリリアントブルー R-250……………162
苦味重曹水……………1225
苦味チンキ……………1204
グラファイトカーボン, ガスクロマトグラフィー用……………247
クラブラン酸カリウム……………459
グラミシジン……………460
クラリスロマイシン……………461
クラリスロマイシン錠……………462
グリクラジド……………71
グリココール酸ナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用……………22
グリコールエーテル化シリカゲル,
液体クロマトグラフィー用……………247
グリコール酸……………162
グリシン……………162, 464
グリース・ロメン亜硝酸試薬……………162
グリース・ロメン硝酸試薬……………162
クリスタルバイオレット……………162, 1083
クリスタルバイオレット試液……………162
グリセオフルピン……………464
グリセオフルピン錠……………65, 72
グリセリン……………162, 465
85% グリセリン……………162
グリセリン塩基性試液……………162
グリセリンカリ液……………467
グリセリンモノステアリン酸エステル……………1103
グリセロール……………465
グリチルリチン酸, 薄層クロマトグラフィー用……………162
クリノフィブラート……………467
グリベンクラミド……………468
クリンダマイシン塩酸塩……………469, 72
クリンダマイシン塩酸塩カプセル……………469, 72
クリンダマイシンリン酸エステル……………470
クリンダマイシンリン酸エステル注射液……………66
クルクマ紙……………248
クルクミン……………162
クルクミン, 成分含量測定用……………22
クルクミン試液……………162
4'-O-グルコシル-5-O-メチルピサミノール,
薄層クロマトグラフィー用……………23
グルコースオキシダーゼ……………162
グルコース検出用試液……………162
グルコース検出用試液, ペニシリウム由来
β-ガラクトシダーゼ用……………162
グルコン酸カルシウム……………471
グルコン酸カルシウム, 薄層クロマトグラフィー用……………163
グルコン酸カルシウム水和物……………471
グルコン酸クロルヘキシジン液……………503
グルタチオン……………472
グルタチオン (還元型)……………472
L-グルタミン……………163, 66
L-グルタミン酸……………163
グルタミン試液……………163
7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-
メチルクマリン……………163
7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-
メチルクマリン試液……………163
クレオソート……………473, 67, 73
クレゾール……………163, 473
m-クレゾール……………163
p-クレゾール……………23
クレゾール水……………473
クレゾール石ケン液……………474
クレゾールレッド……………163
クレゾールレッド試液……………163
クレボプリドリノゴ酸塩……………75
クレマスチンフマル酸塩……………474
クロカブラミン塩酸塩……………475
クロカブラミン塩酸塩水和物……………475
クロキサシリンナトリウム……………476
クロキサシリンナトリウム水和物……………476
クロキサゾラム……………163, 477
クロコナゾール塩酸塩……………478
クロスカルメロースナトリウム……………478, 75
クロチアゼパム……………480
クロトリマゾール……………163, 480
クロナゼパム……………481
クロニジン塩酸塩……………482
クロフィブラート……………483
クロフィブラートカプセル……………483
クロフェダノール塩酸塩……………484
γ-グロブリン……………163
クロベタゾールプロピオン酸エステル……………67
クロベラスチン塩酸塩……………485
クロマトグラフィー用ケイソウ土……………247
クロマトグラフィー用担体/充てん剤……………245, 35, 31
クロマトグラフィー用中性アルミナ……………247
クロミフェンクエン酸塩……………486
クロミフェンクエン酸塩錠……………486, 75
クロミブラミン塩酸塩……………487
クロム酸・硫酸試液……………163
クロム酸カリウム……………163
クロム酸カリウム試液……………163
クロム酸銀飽和クロム酸カリウム試液……………163
クロム酸ナトリウム (⁵¹Cr) 注射液……………488
クロモグリク酸ナトリウム……………488
クロモトローブ酸試液……………163
クロモトローブ酸試液, 濃……………163

| | |
|---|----------|
| クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物 | 163 |
| クロモトローブ酸 | 163 |
| クロモトローブ酸試液 | 163 |
| クロモトローブ酸試液, 濃 | 163 |
| クロラゼブ酸二カリウム | 68 |
| クロラゼブ酸二カリウム, 定量用 | 32 |
| クロラゼブ酸二カリウムカプセル | 69 |
| クロラミン | 163 |
| クロラミン試液 | 163 |
| クロラムフェニコール | 163, 488 |
| クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム | 489 |
| クロラムフェニコールパルミチン酸エステル | 490 |
| p-クロルアニリン | 163 |
| p-クロル安息香酸 | 163 |
| クロルジアゼボキシド | 163, 491 |
| クロルジアゼボキシド, 定量用 | 163 |
| クロルジアゼボキシド散 | 492 |
| クロルジアゼボキシド錠 | 492, 70 |
| クロルフェニラミン・カルシウム散 | 496 |
| クロルフェニラミンマレイン酸塩 | 493 |
| d-クロルフェニラミンマレイン酸塩 | 497 |
| クロルフェニラミンマレイン酸塩散 | 494 |
| クロルフェニラミンマレイン酸塩錠 | 495 |
| クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液 | 496 |
| クロルフェネシカルバミン酸エステル | 498, 70 |
| クロルフェネシカルバミン酸エステル錠 | 71 |
| p-クロルフェノール | 163 |
| クロルプロパミド | 499 |
| クロルプロパミド, 定量用 | 163 |
| クロルプロパミド錠 | 500, 72 |
| クロルプロマジン塩酸塩 | 501 |
| クロルプロマジン塩酸塩錠 | 501, 72 |
| クロルプロマジン塩酸塩注射液 | 502, 72 |
| クロルヘキシジン塩酸塩 | 503 |
| クロルヘキシジングルコン酸塩液 | 503 |
| p-クロルベンゼンスルホンアミド | 163 |
| クロルマジノン酢酸エステル | 504 |
| 4-クロロアニリン | 163 |
| 4-クロロ安息香酸 | 163 |
| クロロゲン酸, 薄層クロマトグラフィー用 | 163, 29 |
| (E)-クロロゲン酸, 薄層クロマトグラフィー用 | 32 |
| クロロ酢酸 | 164 |
| 1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン | 164 |
| 3'-クロロ-3'-デオキシチミジン, 液体クロマトグラフィー用 | 32 |
| (2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール, 薄層クロマトグラフィー用 | 164 |
| 4-クロロフェノール | 164 |
| クロロブタノール | 164, 505 |
| 4-クロロベンゼンジアゾニウム塩試液 | 164 |
| 4-クロロベンゼンスルホンアミド | 164 |
| クロロホルム | 164 |
| クロロホルム, エタノール不含 | 164 |

ケ

| | |
|---|----------|
| ケイガイ | 1204 |
| 荊芥穂 | 1204 |
| 蛍光光度法 | 37 |
| 蛍光染色による細菌数の迅速測定法 | 228 |
| 経口生ポリオワクチン | 1042 |
| ケイ酸マグネシウム | 508 |
| 軽質無水ケイ酸 | 505 |
| 軽質流動パラフィン | 852 |
| 桂枝茯苓丸エキス | 140 |
| ケイソウ土 | 164 |
| ケイソウ土, ガスクロマトグラフィー用 | 247 |
| ケイソウ土, クロマトグラフィー用 | 247 |
| ケイタングステン酸二十六水和物 | 164 |
| ケイヒ | 1204 |
| 桂皮 | 1204 |
| 経皮吸収型製剤 | 11 |
| ケイ皮酸 | 164 |
| (E)-ケイ皮酸, 成分含量測定用 | 164 |
| (E)-ケイ皮酸, 薄層クロマトグラフィー用 | 164 |
| ケイヒ末 | 1205 |
| 桂皮末 | 1205 |
| ケイヒ油 | 1205 |
| 桂皮油 | 1205 |
| 計量器・用器 | 249 |
| 計量器 | 249 |
| ケタミン塩酸塩 | 509 |
| 血液カンテン培地 | 23 |
| 1%血液浮遊液 | 23 |
| 結晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液 | 350 |
| 結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液 | 350 |
| 結晶セルロース | 694, 100 |
| 結晶トリブシン | 165 |
| 結晶トリブシン, ウリナスタチン定量用 | 165 |
| 結晶ベニシリン G カリウム | 1022 |
| 血清性性腺刺激ホルモン | 621 |
| ケツメイシ | 1205 |
| 決明子 | 1205 |
| ケトコナゾール | 23, 76 |
| ケトコナゾール, 定量用 | 23 |
| ケトコナゾール液 | 77 |
| ケトコナゾール外用液 | 77 |
| ケトコナゾールクリーム | 77 |
| ケトコナゾールローション | 78 |
| ケトチフェンフマル酸塩 | 509 |
| ケトプロフェン | 510 |
| ゲニボシド, 成分含量測定用 | 166 |
| ゲニボシド, 薄層クロマトグラフィー用 | 166 |
| ケノデオキシコル酸 | 511 |
| ケノデオキシコル酸, 薄層クロマトグラフィー用 | 166 |
| ゲファルナート | 78 |
| ゲル型強酸性イオン交換樹脂 (架橋度 6%), 液体クロマトグラフィー用 | 247 |
| ゲル型強酸性イオン交換樹脂 (架橋度 8%), 液体クロマトグラフィー用 | 247 |
| ケロシン | 166 |
| ケンゴシ | 1206 |
| 牽牛子 | 1206 |
| 原子吸光光度法 | 37 |
| 原子吸光光度用亜鉛標準液 | 133 |
| 原子吸光光度用アルミニウム標準液 | 29 |

原子吸光光度用カルシウム標準液133
 原子吸光光度用金標準液133
 原子吸光光度用銀標準液133
 原子吸光光度用鉄標準液29
 原子吸光光度用マグネシウム標準液29
 懸濁剤・乳剤11
 ゲンタマイシン B166
 ゲンタマイシン硫酸塩512
 ゲンタマイシン硫酸塩点眼液79
 ゲンチアナ1206, 142
 ゲンチアナ・重曹散1207
 ゲンチアナ末1206, 142
 ゲンチオピクロシド, 薄層クロマトグラフィー用166
 ゲンノショウコ1207
 ゲンノショウコ末1207

コ

抗ウサギ抗体結合ウエル166
 抗ウリナスタチンウサギ血清166
 抗ウロキナーゼ血清166
 抗 A 血液型判定用抗体167
 コウカ1207
 紅花1207
 広藿香162
 硬化油513
 コウジン1208
 紅参1208
 校正球, 粒子密度測定用249
 合成ケイ酸アルミニウム506
 合成ケイ酸マグネシウム, カラムクロマトグラフィー用247
 合成樟脳443
 合成ゼオライト, 乾燥用167
 抗生物質の微生物学的力価試験法73
 抗生物質用リン酸塩緩衝液, pH 6.5167
 抗生物質用リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0167
 酵素試液167
 抗大腸菌由来たん白質抗体原液167
 抗体フラグメント (Fab')167
 抗 B 血液型判定用抗体167
 コウブシ1209, 142
 香附子1209, 142
 コウブシ末1209, 142
 香附子末1209, 142
 抗ブラジキニン抗体167
 抗ブラジキニン抗体試液167
 酵母エキス167
 コウボク1209, 143
 厚朴1209, 143
 コウボク末1210, 143
 厚朴末1210, 143
 鉍油試験法20
 ゴオウ1210
 牛黄1210
 コカイン塩酸塩515
 五酸化バナジウム167
 五酸化バナジウム試液167
 五酸化バナジウム試液, 希167
 五酸化リン167
 ゴシツ1211
 ゴシツ, 薄層クロマトグラフィー用23
 牛膝1211
 牛車腎気丸エキス164
 ゴシユ1211
 呉茱萸1211
 固相化プレート167
 固体又は粉体の密度1592
 コデインリン酸塩515
 コデインリン酸塩散 1 %516
 コデインリン酸塩散 10 %517
 コデインリン酸塩錠517, 80
 コデインリン酸塩水和物515
 ゴナドレリン酢酸塩518
 コハク酸エリスロマイシンエチル389
 コハク酸クロラムフェニコールナトリウム489
 コハク酸ジエチレングリコールポリエステル,
 ガスクロマトグラフィー用167
 コハク酸シベンゾリン77
 コハク酸シベンゾリン, 定量用32
 コハク酸シベンゾリン錠78
 コハク酸トコフェロール168
 コハク酸トコフェロールカルシウム168, 766
 コハク酸ヒドロコルチゾン880
 コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム881
 コハク酸プレドニゾロン965
 コハク酸メチルプレドニゾロン1081
 コバルチ亜硝酸ナトリウム168
 コバルチ亜硝酸ナトリウム試液168
 ゴボウシ1212
 牛蒡子1212
 ゴマ油168, 519
 ゴミシ1212
 五味子1212
 コムギデンプン520, 81
 小麦澱粉520
 コメデンプン1212, 81
 米澱粉1212
 コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム522
 コリスチン硫酸塩521
 コール酸, 薄層クロマトグラフィー用168
 コルチゾン酢酸エステル522
 コルヒチン524
 コレカルシフェロール525
 コレステロール168, 526
 コレラワクチン526
 コロジオン168
 コロホニウム1278
 コロンボ1212, 143, 167
 コロンボ末1213, 144, 167
 混合ガス調製器249
 コンゴレッド168
 コンゴレッド紙248
 コンゴレッド試液168
 コンズランゴ1213
 コンズランゴ流エキス1213, 144

サ

- サイクロスポリン A550
 サイクロセリン526
 サイコ1213, 167
 柴胡1213
 サイコサポニン a, 成分含量測定用168
 サイコサポニン a, 薄層クロマトグラフィー用168
 サイコサポニン b₂, 成分含量測定用168
 サイコサポニン b₂, 薄層クロマトグラフィー用169
 サイコサポニン d, 成分含量測定用169
 サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液169
 最終滅菌医薬品の無菌性保証1593
 最終滅菌法及び滅菌指標体1596
 サイシン1214, 144
 細辛1214, 144
 細胞懸濁液, テセロイキン用169
 柴苓湯エキス1215
 酢酸169, 527
 酢酸 (31)169
 酢酸 (100)169
 酢酸, 希169
 酢酸, 非水滴定用169
 酢酸, 氷169
 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 3.0170
 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 4.5170
 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 4.8170
 酢酸・酢酸カリウム緩衝液, pH 4.3170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.0170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.6170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.0170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 1 mol/L, pH 5.0170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.0170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5, 鉄試験用170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.7170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.0170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.5170
 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.6170
 酢酸・酢酸ナトリウム試液170
 酢酸・酢酸ナトリウム試液, 0.02 mol/L170
 酢酸・酢酸ナトリウム試液, pH 7.023
 酢酸・硫酸試液171
 酢酸亜鉛169
 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液126
 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液126
 酢酸亜鉛緩衝液, 0.25 mol/L, pH 6.4169
 酢酸亜鉛二水和物170
 酢酸アンモニウム170
 酢酸アンモニウム試液170
 酢酸アンモニウム試液, 0.5 mol/L170
 酢酸イソアミル170
 酢酸ウラニル170
 酢酸ウラニル・亜鉛試液170
 酢酸ウラニル試液170
 酢酸ウラニル二水和物170
 酢酸エチル170
 酢酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 5.0170
 酢酸塩緩衝液, pH 3.5170
 酢酸塩緩衝液, pH 4.5170
 酢酸塩緩衝液, pH 5.4170
 酢酸塩緩衝液, pH 5.5170
 酢酸カドミウム170
 酢酸カドミウム二水和物170
 酢酸カリウム170
 酢酸カリウム試液170
 酢酸グアナベンズ455
 酢酸クロルマジノン504
 酢酸ゴナドレリン518
 酢酸コルチゾン170, 522
 酢酸試液, 0.25 mol/L170
 酢酸試液, 6 mol/L170
 酢酸水銀 (II)170
 酢酸水銀 (II) 試液, 非水滴定用170
 酢酸セミカルバジド試液170
 酢酸第二水銀170
 酢酸第二水銀試液, 非水滴定用170
 酢酸第二銅170
 酢酸第二銅試液, 強170
 酢酸銅 (II) 一水和物171
 酢酸銅 (II) 試液, 強171
 酢酸トコフェロール171, 768
 酢酸 dl- α -トコフェロール768
 酢酸ナトリウム171, 528
 酢酸ナトリウム, 無水171
 酢酸ナトリウム・アセトン試液171
 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液126
 酢酸ナトリウム三水和物171
 酢酸ナトリウム試液171
 酢酸ナトリウム水和物528
 酢酸鉛171
 酢酸鉛 (II) 三水和物171
 酢酸鉛紙248
 酢酸鉛 (II) 紙248
 酢酸鉛試液171
 酢酸鉛 (II) 試液171
 酢酸ヒドロキシコバラミン171, 877
 酢酸ヒドロコルチゾン171, 882
 酢酸ビニル171
 酢酸フタル酸セルロース687
 酢酸 n-ブチル171
 酢酸フルドロコルチゾン131
 酢酸ブレドニゾロン171, 967
 酢酸ミデカマイシン1060
 酢酸メチル23
 酢酸 3-メチルブチル171
 酢酸メテノロン1085
 酢酸 L-リジン152
 酢酸リチウム二水和物171
 酢酸レチノール1154
 サケカルシトニン (合成)68
 坐剤11
 サッカリン528
 サッカリンナトリウム529
 サッカリンナトリウム水和物529

サフラン1217
 サラシ粉171, 530
 サラシ粉試液171
 サラシミツロウ1059
 サラゾスルファピリジン530
 サリチル・ミョウバン散533
 サリチルアミド171
 サリチルアルダジン171
 サリチルアルデヒド171
 サリチル酸171, 531, 72
 サリチル酸, 定量用171
 サリチル酸イソブチル171
 サリチル酸試液172
 サリチル酸精532
 サリチル酸鉄試液172
 サリチル酸ナトリウム172, 534
 サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液172
 サリチル酸絆創膏533
 サリチル酸メチル172, 534
 ザルトプロフェン172, 535
 ザルトプロフェン, 定量用172
 ザルトプロフェン錠536
 サルブタモール硫酸塩537
 三塩化アンチモン172
 三塩化アンチモン試液172
 三塩化チタン172
 三塩化チタン・硫酸試液172
 0.1 mol/L 三塩化チタン液126
 三塩化チタン試液172
 三塩化ヨウ素172
 酸化亜鉛538
 酸化亜鉛デンプン253
 酸化亜鉛軟膏253
 酸化アルミニウム172
 酸化カルシウム172, 538
 酸化クロム (VI)172
 酸化クロム (VI) 試液172
 酸化チタン539
 酸化チタン (IV)172
 酸化チタン (IV) 試液172
 酸化鉛 (II)172
 酸化鉛 (IV)172
 酸化バナジウム (V)172
 酸化バナジウム (V) 試液172
 酸化バナジウム (V) 試液, 希172
 酸化バリウム172
 酸化マグネシウム172, 539
 酸化メシチル172
 酸化モリブデン (III)172
 酸化モリブデン (III)・クエン酸試液172
 酸化ランタン (III)172
 酸化リン (V)172
 サンキライ1218, 144
 山婦来1218, 144
 サンキライ末1218, 144
 山婦来末1218, 144
 散剤11
 サンザシ145

山査子145
 三酸化クロム172
 三酸化クロム試液172
 三酸化ナトリウムビスマス172
 三酸化ニヒ素172, 541
 三酸化ニヒ素試液173
 三酸化ヒ素173, 541
 三酸化ヒ素試液173
 三酸化モリブデン173
 三酸化モリブデン・クエン酸試液173
 サンシシ1218
 山梔子1218
 サンシシ末1219
 山梔子末1219
 サンシュユ1219, 167
 山茱萸1219
 サンショウ1220, 168
 山椒1220
 参照抗インターロイキン-2 抗血清試液173
 参照抗インターロイキン-2 抗体, テセロイキン用173
 サンショウ末1220, 168
 山椒末1220
 酸処理ゼラチン173
 酸性塩化カリウム試液173
 酸性塩化スズ (II) 試液173
 酸性塩化第一スズ試液173
 酸性塩化第二鉄試液173
 酸性塩化鉄 (III) 試液173
 酸性過マンガン酸カリウム試液173
 酸性白土173
 酸性硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液173
 酸素173, 541
 サンソウニン1220
 酸棗仁1220
 酸素フラスコ燃焼法20
 サントニン173, 542
 サントニン, 定量用173
 三ナトリウム五シアノアミン第一鉄試液173
 三ナトリウム五シアノアミン鉄 (II) 試液173
 3 倍濃厚乳糖ブイヨン173
 三フッ化ホウ素173
 三フッ化ホウ素・メタノール試液173
 酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液173
 サンヤク1221, 145
 山薬1221, 145
 サンヤク末1221, 145
 山薬末1221, 145
 残留溶媒試験法42

シ

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液173
 次亜塩素酸ナトリウム試液173
 次亜塩素酸ナトリウム試液, アンモニウム試験用173
 次亜臭素酸ナトリウム試液173
 ジアスターゼ543
 ジアスターゼ・重曹散543
 ジアセチル173

- ジアセチル試液173
 ジアゼパム543
 ジアゾ化滴定用スルファニルアミド174
 ジアゾ試液174
 ジアゾベンゼンスルホン酸試液174
 ジアゾベンゼンスルホン酸試液, 濃174
 シアナミド544
 1-シアノグアニジン174
 シアノコバラミン174, 545, 73
 シアノコバラミン注射液545, 74
 6% シアノプロピル-94% ジメチルシリコンポリマー,
 ガスクロマトグラフィー用174
 シアノプロピルシリル化シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用247
 7% シアノプロピル-7% フェニル-メチルシリコン
 ポリマー, ガスクロマトグラフィー用174
 シアノプロピルメチルフェニルシリコン,
 ガスクロマトグラフィー用23
 2,3-ジアミノナフタリン174
 次亜リン酸174
 シアン化カリウム174
 シアン化カリウム試液174
 シアン酢酸174
 シアン酢酸エチル174
 シアン標準原液133
 シアン標準液134
 ジイソプロピルアミン23
 ジェサコニチン, 純度試験用174
 ジエタノールアミン175
 ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子,
 液体クロマトグラフィー用247
 ジエチルアミノエチルセルロース,
 カラムクロマトグラフィー用247
 ジエチルアミン175
 ジエチルエーテル175
 ジエチルエーテル, 生薬純度試験用175
 ジエチルエーテル, 無水175
 ジエチルカルバマジンクエン酸塩546
 ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠546, 82
N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀175
N,N-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物175
 ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛175
 ジエチルジチオカルバミン酸銀175
 ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム175
N,N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物175
N,N-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミン
 シュウ酸塩175
N,N-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミン
 シュウ酸塩・アセトン試液175
N,N-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミン
 シュウ酸塩試液175
 ジエチレングリコール175
 ジエチレングリコールアジピン酸エステル,
 ガスクロマトグラフィー用175
 ジエチレングリコールコハク酸エステル,
 ガスクロマトグラフィー用175
 ジエチレングリコールジメチルエーテル175
 ジエチレングリコールモノエチルエーテル176
 ジエチレングリコールモノエチルエーテル, 水分測定用176
 CMC437
 CMC カルシウム438
 CMC ナトリウム438
 四塩化炭素176
 ジオウ1221, 145
 地黄1221, 145
 ジオキサン176
 1,4-ジオキサン176
 ジオニン374
 紫外可視吸光度測定法38
 歯科用アンチホルミン316
 歯科用次亜塩素酸ナトリウム液316
 歯科用トリオジンクパスタ781
 歯科用パラホルムパスタ853
 歯科用フェノール・カンフル924
 歯科用ヨード・グリセリン1115
 ジギトキシン547
 ジギトキシン錠548
 ジギトニン176
 シクラシリン549
 ジクロキサシリンナトリウム550
 ジクロキサシリンナトリウム水和物550
 シクロスポリン550
 シクロスポリン U176
 ジクロフェナクナトリウム551
 ジクロフェナミド552
 ジクロフェナミド錠553
 シクロヘキサン176
 シクロヘキシルアミン176
 シクロヘキシルメタノール176
 シクロペントラート塩酸塩554
 シクロホスファミド554
 シクロホスファミド水和物554
 1,2-ジクロロエタン176
 ジクロルフェナミド552
 ジクロルフェナミド錠553
 2,6-ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム176
 2,6-ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液
176
 2,6-ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液,
 滴定用176
 ジクロルフルオレセイン176
 ジクロルフルオレセイン試液176
 ジクロルメタン176
 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・
 酢酸ナトリウム試液23
 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液176
 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液, 滴定用176
 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物176
 1,2-ジクロロエタン176
 2,6-ジクロロフェノール176
 ジクロフルオレセイン176
 ジクロフルオレセイン試液176
 1,2-ジクロロベンゼン176
 ジクロルメタン176
 試験菌移植培地, テセロイキン用176
 試験菌移植培地斜面, テセロイキン用176

- シゴカ1222, 168
刺五加1222
ジゴキシン176, 555, 83
ジゴキシン錠556, 83
ジゴキシン注射液557, 83
ジコッピ1222, 146
地骨皮1222, 146
シコン1222, 146, 168
紫根1222, 146
次酢酸鉛試液176
次酢酸鉛試液, 希176
シザンドリン, 薄層クロマトグラフィー用176
ジシクロヘキシル176
ジシクロヘキシルウレア176
N, N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド177
N, N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド・
エタノール試液177
N, N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド・
無水エタノール試液177
次硝酸ビスマス177, 558
次硝酸ビスマス試液177
ジスチグミン臭化物559
ジスチグミン臭化物錠559, 84
L-シスチン177
L-システイン74
L-システイン塩酸塩一水和物177
L-システイン塩酸塩水和物75
L-システイン酸177
システム適合性230
シスプラチン177, 560
ジスルフィラム560
磁製るつぼ248
ジソピラミド561
シソマイシン硫酸塩562
紫蘇葉1236, 147
2, 6-ジ-第三ブチル-*p*-クレゾール177
2, 6-ジ-第三ブチル-*p*-クレゾール試液177
シトラピン563
ジチオジグリコール酸24
ジチオジプロピオン酸24
ジチオスレイトール177
1, 1'-[3, 3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-
L-ジプロリン177
ジチゾン177
ジチゾン液, 抽出用177
ジチゾン試液177
シッカニン564
シツリシ1223
疾梨子1223
シトシン177
ジドブジン76
ジドロゲステロン564
ジドロゲステロン, 定量用177
ジドロゲステロン錠565
2, 4-ジニトロクロルベンゼン177
2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン177
2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液177
2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン・
ジエチレングリコールジメチルエーテル試液177
2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン試液177
2, 4-ジニトロフェノール177
2, 4-ジニトロフェノール試液178
2, 4-ジニトロフルオルベンゼン178
1, 2-ジニトロベンゼン32
1, 3-ジニトロベンゼン178
m-ジニトロベンゼン178
1, 3-ジニトロベンゼン試液178
m-ジニトロベンゼン試液178
1, 3-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性178
m-ジニトロベンゼン試液, アルカリ性178
シネオール, 定量用178
シノキサシン84
シノキサシン, 定量用24
シノキサシンカプセル85
ジノスタチン スチマラマー566
ジノスタチンスチマラマー566
シノブファギン, 成分含量測定用178
ジノプロスト567
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩568
ジヒドロエルゴトキシメシル酸塩569
ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート305
2, 4-ジヒドロキシ安息香酸178
1, 3-ジヒドロキシナフタレン178
2, 7-ジヒドロキシナフタレン178
2, 7-ジヒドロキシナフタレン試液178
ジヒドロコデインリン酸塩570
ジヒドロコデインリン酸塩散 1 %571
ジヒドロコデインリン酸塩散 10 %572
3, 4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン179
1-[(2*R*, 5*S*)-2, 5-ジヒドロ-5-(ヒドロキシメチル)-2-フリル]
チミン, 薄層クロマトグラフィー用32
ジビニルベンゼン-メタクリレート共重合体,
液体クロマトグラフィー用247
 α , α' -ジピリジル179
1, 3-ジ-(4-ピリジル)プロパン179
ジピリダモール572
ジフェニドール塩酸塩573
ジフェニル179
5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン,
ガスクロマトグラフィー用179
ジフェニルアミン179
ジフェニルアミン・酢酸試液179
ジフェニルアミン・氷酢酸試液179
ジフェニルアミン試液179
9, 10-ジフェニルアントラセン179
ジフェニルイミダゾール179
ジフェニルエーテル179
ジフェニルカルバジド179
ジフェニルカルバジド試液179
ジフェニルカルバゾン179
ジフェニルカルバゾン試液179
1, 5-ジフェニルカルボノヒドラジド179
1, 5-ジフェニルカルボノヒドラジド試液179
ジフェニルヒダントイン916
ジフェニルヒダントイン散917

- ジフェニルヒダントイン錠917
- 1,4-ジフェニルベンゼン179
- ジフェンヒドラミン179, 574
- ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散575
- ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント575
- ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散575
- ジフェンヒドラミン塩酸塩574
- ジブカイン塩酸塩576
- ジブチルアミン24
- ジ-*n*-ブチルエーテル179
- 2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール179
- 2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液179
- ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛179
- ジフテリアトキソイド576
- ジフテリア破傷風混合トキソイド577
- ジフルコルトロン吉草酸エステル86
- ジプロピオン酸ベタメタゾン1005
- ジプロフィリン179
- シプロヘプタジン塩酸塩577
- シプロヘプタジン塩酸塩水和物577
- 2,6-ジプロムキノククロイミド179
- 2,6-ジプロムキノククロイミド試液179
- 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノモノイミン180
- 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノモノイミン
試液180
- 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノノモノイミン
試液, 希180
- 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノノモノイミン180
- 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノノモノイミン
試液180
- 2,6-ジプロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノノモノイミン
試液, 希180
- ジベカシン硫酸塩578
- ジベカシン硫酸塩点眼液87
- ジベンジル180
- ジベンズ [*a, h*] アントラセン24
- シベンゾリンコハク酸塩77
- シベンゾリンコハク酸塩錠78
- 脂肪油180
- シメチジン578
- N, N*-ジメチルアセトアミド180
- ジメチルアニリン180
- N, N*-ジメチルアニリン180
- (ジメチルアミノ) アゾベンゼンスルホニルクロリド24
- 4-ジメチルアミノアンチピリン180
- 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド180
- 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液180
- p*-ジメチルアミノシンナムアルデヒド180
- p*-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液180
- ジメチルアミノフェノール180
- ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル,
液体クロマトグラフィー用247
- 4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン180
- 4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液180
- p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン180
- p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液180
- 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド180
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド181
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液181
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液,
希181
- 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (Ⅲ) 試液181
- 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (Ⅲ) 試液,
希181
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (Ⅲ) 試液181
- 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液181
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液181
- 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液181
- 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用181
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液181
- p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液, 噴霧用181
- ジメチルアミン181
- N, N*-ジメチル-*n*-オクチルアミン181
- ジメチルグリオキシム181
- ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液181
- ジメチルグリオキシム試液181
- ジメチルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り),
薄層クロマトグラフィー用247
- ジメチルスルホキシド181
- ジメチルスルホキシド, 吸収スペクトル用181
- 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-
3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル,
薄層クロマトグラフィー用181
- N, N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩181
- ジメチルホルムアミド181
- N, N*-ジメチルホルムアミド181
- N, N*-ジメチルホルムアミド,
液体クロマトグラフィー用181
- ジメトキシメタン24
- ジメドン181
- ジモルファンリン酸塩579
- ジメルカプロール580
- ジメルカプロール注射液580
- ジメンヒドリナート580
- ジメンヒドリナート, 定量用24
- ジメンヒドリナート錠581, 87
- 次没食子酸ピスマス582
- ジモルホラミン582
- ジモルホラミン, 定量用181
- ジモルホラミン注射液583
- 試薬・試液135, 30
- 弱アヘンアルカロイド・スコボラミン注射液286
- 弱塩基性 DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体 (Cl 型)
.....181
- 弱オピスコ注射液286
- 弱酸性イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用247
- 弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体 (H 型)181
- シャクヤク1223
- 芍薬1223
- シャクヤク末1224
- 芍薬末1224
- ジャショウシ1225
- 蛇床子1225
- シャゼンシ1225
- シャゼンシ, 薄層クロマトグラフィー用24
- 車前子1225

- シャゼンソウ1225
 車前草1225
 重亜硫酸ナトリウム302
 重塩酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用181
 臭化イプラトロピウム341
 臭化カリウム182, 584
 臭化カリウム, 赤外吸収スペクトル用182
 臭化シアン試液182
 臭化ジスチグミン559
 臭化ジスチグミン, 定量用182
 臭化ジスチグミン錠559
 臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-
 ジフェニル-2H-テトラゾリウム182
 臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-
 ジフェニル-2H-テトラゾリウム試液182
 臭化水素酸182
 臭化水素酸アレコリン, 薄層クロマトグラフィー用182
 臭化水素酸スコポラミン182, 602
 臭化水素酸スコポラミン, 薄層クロマトグラフィー用182
 臭化水素酸セファエリン182
 臭化水素酸デキストロメトर्फアン742
 臭化水素酸ホマトロピン182, 1040
 臭化ダクロニウム, 薄層クロマトグラフィー用182
 臭化チメジウム728
 臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム182
 臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム試液, 0.005 mol/L
 182
 臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム182
 臭化テトラ *n*-プロピルアンモニウム182
 臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム182
 臭化テトラ *n*-ペンチルアンモニウム183
 臭化ナトリウム183, 584
 臭化パンクロニウム863
 臭化ピリドスチグミン901
 臭化ブチルスコポラミン929
 臭化ブトロピウム933
 臭化プロバンテリン183, 981
 臭化メチルベナクチジウム1082
 臭化メベンゾラート1099
 臭化ヨウ素 (II)183
 臭化リチウム183
 重金属試験法21, 5
 重クロム酸カリウム183
 重クロム酸カリウム (標準試薬)183
 重クロム酸カリウム・硫酸試液183
 1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液126
 重クロム酸カリウム試液183
 シュウ酸183
 シュウ酸アンモニウム183
 シュウ酸アンモニウム一水和物183
 シュウ酸アンモニウム試液183
 0.05 mol/L シュウ酸液126
 0.005 mol/L シュウ酸液126
 シュウ酸塩 pH 標準液134, 183
 シュウ酸試液183
 シュウ酸ナトリウム (標準試薬)183
 0.005 mol/L シュウ酸ナトリウム液126
 シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレン
 ジアミン183
 シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレン
 ジアミン・アセトン試液183
 シュウ酸 *N*-(1-ナフチル)-*N'*-ジエチルエチレン
 ジアミン試液183
 シュウ酸二水和物183
 重水, 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 重水素化ギ酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 重水素化クロホルム, 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 重水素化ジメチルスルホキシド,
 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 重水素化ピリジン, 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 重水素化メタノール, 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 重水素化溶媒, 核磁気共鳴スペクトル測定用183
 臭素183
 臭素・酢酸試液183
 臭素・シクロヘキサン試液183
 臭素・水酸化ナトリウム試液183
 臭素・四塩化炭素試液183
 重曹705
 0.05 mol/L 臭素液126
 臭素酸カリウム183
 1/60 mol/L 臭素酸カリウム液126
 臭素試液183
 重炭酸ナトリウム705
 重炭酸ナトリウム注射液705, 89
 ジュウヤク1226
 十葉1226
 シュクシャ1226
 縮砂1226
 シュクシャ末1226
 縮砂末1226
 酒精剤11
 酒石酸183, 585
 L-酒石酸183
 酒石酸アリメマジン302
 酒石酸アンモニウム183
 L-酒石酸アンモニウム183
 酒石酸イフェンプロジル340
 酒石酸エルゴタミン395
 酒石酸カリウム183
 酒石酸カリウムナトリウム183
 酒石酸緩衝液, pH 3.0183
 酒石酸キサマイシン448
 酒石酸水素ナトリウム183
 酒石酸水素ナトリウム一水和物183
 酒石酸水素ナトリウム試液183
 酒石酸ゾルピデム100
 酒石酸第一鉄試液183
 酒石酸鉄 (II) 試液183
 酒石酸ナトリウム183
 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物183
 酒石酸ナトリウム二水和物184
 酒石酸プロチレリン980
 酒石酸メトプロロール1088
 酒石酸メトプロロール, 定量用184
 酒石酸メトプロロール錠1089

- 酒石酸レバロルファン1157
 酒石酸レバロルファン, 定量用184
 酒石酸レバロルファン注射液1158, 129
 酒石酸ロイコマイシン448
 純度試験用アコニチン184
 純度試験用ジェサコニチン184
 純度試験用ヒパコニチン184
 純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液184
 純度試験用メサコニチン184
 消化力試験法76
 ショウキョウ1226
 生姜1226
 ショウキョウ末1227
 生姜末1227
 錠剤11
 錠剤の摩損度試験法1598
 硝酸184
 硝酸, 希184
 硝酸, 発煙184
 硝酸アンモニウム184
 硝酸イソソルビド586
 硝酸イソソルビド, 定量用24
 硝酸イソソルビド錠586, 88
 硝酸カリウム184
 硝酸カルシウム184
 硝酸カルシウム四水和物184
 硝酸銀184, 585
 硝酸銀・アンモニア試液184
 0.1 mol/L 硝酸銀液127
 0.02 mol/L 硝酸銀液127
 0.01 mol/L 硝酸銀液127
 0.005 mol/L 硝酸銀液127
 0.001 mol/L 硝酸銀液127
 硝酸銀試液184
 硝酸銀点眼液585
 硝酸コバルト184
 硝酸コバルト (II) 六水和物184
 硝酸試液, 2 mol/L184
 硝酸ジルコニル184
 硝酸ジルコニル二水和物184
 硝酸ストリキニーネ, 定量用184
 硝酸セリウム (III) 試液184
 硝酸セリウム (III) 六水和物184
 硝酸第一セリウム185
 硝酸第一セリウム試液185
 硝酸第二鉄185
 硝酸第二鉄試液185
 硝酸チアミン185, 716
 硝酸鉄 (III) 九水和物185
 硝酸鉄 (III) 試液185
 硝酸デヒドロコリダリン, 成分含量測定用185, 29
 硝酸ナトリウム185
 硝酸ナファゾリン185, 802
 硝酸ナファゾリン, 定量用185
 硝酸鉛185
 硝酸鉛 (II)185
 硝酸二アンモニウムセリウム (IV)185
 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 試液185
 硝酸バリウム185
 硝酸バリウム試液185
 硝酸ピスマス185
 硝酸ピスマス・ヨウ化カリウム試液185
 0.01 mol/L 硝酸ピスマス液127
 硝酸ピスマス五水和物185
 硝酸ピスマス試液185
 硝酸標準液134
 硝酸マグネシウム185
 硝酸マグネシウム六水和物185
 硝酸ミコナゾール1058, 32
 常水595
 ショウズク1227, 168
 小豆蔻1227, 168
 小豆蔻168
 焦性ブドウ酸ナトリウム185
 消石灰598
 焼セッコウ1228
 焼石膏1228
 消毒用アルコール368
 消毒用エタノール185, 368
 消毒用石炭酸922
 消毒用石炭酸水923
 消毒用フェノール922
 消毒用フェノール水923
 樟腦442
 ショウマ1227, 146
 升麻1227, 146
 生薬試験法88
 生薬純度試験用アセトン185
 生薬純度試験用アリストロキア酸 I185
 生薬純度試験用エーテル185
 生薬純度試験用ジエチルエーテル185
 生薬純度試験用ヘキサン185
 生薬の微生物限度試験法91
 蒸留水, 注射用185
 [6]-ショーガオール, 薄層クロマトグラフィー用184
 食塩400
 触媒用ラニ-ニッケル186
 植物油186
 ジョサマイシン186, 587
 ジョサマイシン錠79, 88
 ジョサマイシンプロピオン酸エステル588
 ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩600
 シラザブリル32, 79
 シラザブリル, 定量用32
 シラザブリル水和物79
 シラザブリル錠80
 シラスタチンアンモニウム, 定量用186
 シラスタチンナトリウム589
 ジラゼブ塩酸塩591
 ジラゼブ塩酸塩水和物591
 シリカゲル186
 シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用247
 シリカゲル, ガスクロマトグラフィー用247
 シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用247
 シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り)247

| | |
|---|---------------|
| シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (混合蛍光剤入り) | 247 |
| シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (粒径 5 ~ 7 μm , 蛍光剤入り) | 247 |
| シリコン樹脂 | 187 |
| シリコン樹脂 | 187 |
| シリコン油 | 187 |
| シリコン油 | 187 |
| ジルコニル・アリザリン S 試液 | 187 |
| ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 | 187 |
| ジルチアゼム塩酸塩 | 591 |
| シロスタゾール | 593 |
| シロスタゾール錠 | 594, 81 |
| シロップ剤 | 12 |
| シロップ用セファトリジン | 92 |
| シロップ用セファトリジンプロピレングリコール | 92 |
| シロップ用セファドロキシル | 86 |
| シロップ用セファレキシシ | 94 |
| シロップ用セフロキサジン | 98 |
| シロップ用ファロペネムナトリウム | 914, 109, 125 |
| シンイ | 1227 |
| 辛夷 | 1227 |
| シンコニジン | 187 |
| シンコニン | 187 |
| ジンコン | 187 |
| ジンコン試液 | 187 |
| 浸剤・煎剤 | 12 |
| 親水性シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 | 247 |
| 親水軟膏 | 806 |
| 親水ワセリン | 1170 |
| 診断用クエン酸ナトリウム液 | 459 |
| 浸透圧測定法 (オスモル濃度測定法) | 43 |
| シナナムアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 | 187, 30 |
| (E)-シナナムアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 | 32 |
| シンバスタチン | 88 |
| 真武湯エキス | 168 |

ス

| | |
|------------------------------------|----------|
| 水銀 | 187 |
| 水銀標準液 | 134 |
| 水酸化カリウム | 187, 597 |
| 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 | 127 |
| 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 | 128 |
| 水酸化カリウム・エタノール試液 | 187 |
| 水酸化カリウム・エタノール試液, 0.1 mol/L | 187 |
| 水酸化カリウム・エタノール試液, 希 | 187 |
| 1 mol/L 水酸化カリウム液 | 127 |
| 0.5 mol/L 水酸化カリウム液 | 127 |
| 0.1 mol/L 水酸化カリウム液 | 127 |
| 水酸化カリウム試液 | 187 |
| 水酸化カリウム試液, 0.02 mol/L | 187 |
| 水酸化カリウム試液, 0.05 mol/L | 187 |
| 水酸化カリウム試液, 8 mol/L | 187 |
| 水酸化カルシウム | 187, 598 |
| 水酸化カルシウム, pH 測定用 | 187 |
| 水酸化カルシウム試液 | 187 |
| 水酸化カルシウム pH 標準液 | 134, 187 |
| 水酸化第二銅 | 187 |
| 水酸化銅 (II) | 187 |
| 水酸化ナトリウム | 187, 598 |
| 水酸化ナトリウム・ジオキサソニル試液 | 188 |
| 水酸化ナトリウム・メタノール試液 | 188 |
| 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 | 128 |
| 水酸化ナトリウム試液 | 187 |
| 水酸化ナトリウム試液, 0.01 mol/L | 187 |
| 水酸化ナトリウム試液, 0.05 mol/L | 187 |
| 水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L | 187 |
| 水酸化ナトリウム試液, 0.5 mol/L | 188 |
| 水酸化ナトリウム試液, 2 mol/L | 188 |
| 水酸化ナトリウム試液, 4 mol/L | 188 |
| 水酸化ナトリウム試液, 6 mol/L | 188 |
| 水酸化ナトリウム試液, 8 mol/L | 188 |
| 水酸化ナトリウム試液, 希 | 188 |
| 水酸化バリウム | 188 |
| 水酸化バリウム試液 | 188 |
| 水酸化バリウム八水和物 | 188 |
| 水素 | 188 |
| 水素化ホウ素ナトリウム | 188 |
| 水分測定法 (カールフィッシャー法) | 44, 13 |
| 水分測定用イミダゾール | 188 |
| 水分測定用エチレングリコール | 188 |
| 水分測定用塩化カルシウム | 188 |
| 水分測定用クロロホルム | 188 |
| 水分測定用試液 | 188 |
| 水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル | 188 |
| 水分測定用炭酸プロピレン | 188 |
| 水分測定用ピリジン | 188 |
| 水分測定用ホルムアミド | 188 |
| 水分測定用メタノール | 188 |
| 水分測定用 2-メチルアミノピリジン | 188 |
| 水分測定用陽極液 A | 25 |
| スウェルチアマリン, 薄層クロマトグラフィー用 | 188 |
| スキサメトニウム塩化物 | 599 |
| スキサメトニウム塩化物水和物 | 599 |
| スキサメトニウム塩化物注射液 | 600, 82 |
| スクラルファート | 600 |
| スクラルファート水和物 | 600 |
| スコボラミン臭化水素酸塩 | 602 |
| スコボラミン臭化水素酸塩水和物 | 602 |
| スズ | 188 |
| スズ, 熱分析用 | 249 |
| スズ標準液 | 134 |
| ズダン III | 188 |
| ズダン III 試液 | 188 |
| スチレン | 188 |
| スチレン-ジビニルベンゼン共重合体, 液体クロマトグラフィー用 | 247 |
| p-スチレンスルホン酸ナトリウム | 188 |
| ステアリアルアルコール | 188, 602 |

| | |
|--|----------|
| ステアリン酸 | 603 |
| ステアリン酸, ガスクロマトグラフィー用 | 188 |
| ステアリン酸エリスロマイシン | 390 |
| ステアリン酸カルシウム | 603 |
| ステアリン酸ポリオキシシル 40 | 605 |
| ステアリン酸マグネシウム | 604 |
| ストレプトマイシン硫酸塩 | 605 |
| ストロンチウム試液 | 25 |
| スピラマイシン酢酸エステル | 606 |
| スピロノラクトン | 607 |
| スペクチノマイシン塩酸塩水和物 | 608 |
| スリンダク | 90 |
| スルタミシリントシル酸塩 | 609, 82 |
| スルタミシリントシル酸塩水和物 | 609, 82 |
| スルチアム | 610 |
| スルバクタムナトリウム | 611, 82 |
| スルバクタムナトリウム, スルバクタムベニシラミン用 | 189 |
| スルバクタムベニシラミン用スルバクタムナトリウム | 189 |
| スルピリド | 612 |
| スルピリド, 定量用 | 189 |
| スルピリドカプセル | 613 |
| スルピリド錠 | 613 |
| スルピリン | 189, 614 |
| スルピリン, 定量用 | 189 |
| スルピリン水和物 | 614 |
| スルピリン注射液 | 614, 82 |
| スルファサラジン | 530 |
| スルファジアジン銀 | 615 |
| スルファチアゾール | 189 |
| スルファニルアミド | 189 |
| スルファニルアミド, ジアゾ化滴定用 | 189 |
| スルファニル酸 | 189 |
| スルファフラゾール | 618 |
| スルファミン酸 (標準試薬) | 189 |
| スルファミン酸アンモニウム | 189 |
| スルファミン酸アンモニウム試液 | 189 |
| スルファメチゾール | 616 |
| スルファメトキサゾール | 616 |
| スルファモノメトキシシ | 617 |
| スルファモノメトキシシ水和物 | 617 |
| スルフィソキサゾール | 618 |
| スルフィソメゾール | 616 |
| スルフィンピラゾン | 618, 82 |
| スルフィンピラゾン錠 | 619, 82 |
| スルベニシリンナトリウム | 619 |
| スルホコハク酸ジ-2-エチルヘキシルナトリウム | 33 |
| スルホサリチル酸 | 189 |
| スルホサリチル酸試液 | 189 |
| 5-スルホサリチル酸二水和物 | 189 |
| スルホプロモフタレインナトリウム | 620 |
| スルホプロモフタレインナトリウム注射液 | 621 |
| スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化 シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 | 31 |
| L-スレオニン | 797 |

七

| | |
|----------|----|
| 製剤均一性試験法 | 97 |
|----------|----|

| | |
|---------------------------------|--------------|
| 製剤通則 | 9 |
| 製剤の粒度の試験法 | 99 |
| 制酸力試験法 | 99 |
| 青色リトマス紙 | 248 |
| 成人用沈降ジフテリアトキソイド | 576 |
| 精製塩酸 | 189 |
| 精製水 | 189, 595 |
| 精製水, アンモニウム試験用 | 189 |
| 精製水, 滅菌 | 189 |
| 精製ゼラチン | 688 |
| 精製セラック | 689 |
| 精製デヒドロコール酸 | 755 |
| 精製白糖 | 838 |
| 精製ヒアルロン酸ナトリウム | 119 |
| 精製メタノール | 189 |
| 精製ラノリン | 1126 |
| 精製硫酸 | 189 |
| 生石灰 | 538 |
| 成分含量測定用アミグダリン | 33 |
| 成分含量測定用アルブチン | 189 |
| 成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニン | 25 |
| 成分含量測定用塩酸エメチン | 189 |
| 成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン | 25 |
| 成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン | 25 |
| 成分含量測定用カプサイシン | 189 |
| 成分含量測定用 (E)-カプサイシン | 33 |
| 成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム | 189 |
| 成分含量測定用[6]-ギンゲロール | 33 |
| 成分含量測定用クルクミン | 25 |
| 成分含量測定用 (E)-ケイ皮酸 | 189 |
| 成分含量測定用ゲニポシド | 189 |
| 成分含量測定用サイコサポニン a | 189 |
| 成分含量測定用サイコサポニン b ₂ | 189 |
| 成分含量測定用サイコサポニン d | 189 |
| 成分含量測定用シノブファギン | 189 |
| 成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン | 189 |
| 成分含量測定用センノシド A | 189 |
| 成分含量測定用センノシド B | 190 |
| 成分含量測定用バルバロイン | 190 |
| 成分含量測定用 10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸 | 25 |
| 成分含量測定用プシモノエステルアルカロイド混合標準試液 | 25 |
| 成分含量測定用プファリン | 190 |
| 成分含量測定用ベオノール | 190 |
| 成分含量測定用ヘスベリジン | 190 |
| 成分含量測定用ベリルアルデヒド | 25 |
| 成分含量測定用マグノロール | 190 |
| 成分含量測定用リンコフィリン | 190 |
| 成分含量測定用レジブフォゲニン | 190 |
| 成分含量測定用ロガニン | 25 |
| 成分含量測定用ロスマリン酸 | 33 |
| 製薬用水の品質管理 | 1599, 193 |
| 精油 | 190 |
| 西洋ワサビベルオキシダーゼ | 190 |
| 生理食塩液 | 190, 626, 82 |
| ゼオライト (孔径 0.5 nm), ガスクロマトグラフィー用 | 247 |
| 赤外吸収スペクトル測定法 | 40 |
| 赤外吸収スペクトル用塩化カリウム | 190 |

- 赤外吸収スペクトル用臭化カリウム190
 赤色リトマス紙248
 石炭酸922
 石炭酸水923
 石油エーテル190
 石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物(L),
 ガスクロマトグラフィー用190
 石油ベンジン190, 627
 赤リン190
 セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液190
 セクレチン用ウシ血清アルブミン試液190
 セスキオレイン酸ソルビタン190, 698
 セタノール190, 627
 セチリジン塩酸塩82
 セチリジン塩酸塩錠83
 石灰乳190
 赤血球浮遊液, A 型190
 赤血球浮遊液, B 型190
 セッコウ1228
 石膏1228
 セトラキサート塩酸塩627
 セトリミド190
 セネガ1228, 146, 171
 セネガシロップ1229
 セネガ末1229, 146, 171
 セファクロル629
 セファクロルカプセル630
 セファクロル細粒633
 セファクロル複合顆粒631, 92
 セファゾリンナトリウム634
 セファゾリンナトリウム水和物635
 セファトリジンプロピレングリコールドライシロップ92
 セファトリジンプロピレングリコール190, 636, 85
 セファドロキシル190, 637
 セファドロキシルカプセル85
 セファドロキシルドライシロップ86
 セファピリンナトリウム638
 セファレキシム639
 セファレキシムカプセル93
 セファレキシンドライシロップ94
 セファロチンナトリウム640, 86
 セフィキシム642
 セフィキシムカプセル95
 セフェピム塩酸塩水和物643
 セフォジウムナトリウム645
 セフォセリス 3-エン異性体190
 セフォゾブラン塩酸塩647
 セフォタキシムナトリウム648
 セフォチアム ヘキセチル塩酸塩651
 セフォチアム塩酸塩649
 セフォチアムヘキセチル塩酸塩651
 セフォテタン653
 セフォペラゾンナトリウム655
 セフカベン ピボキシル塩酸塩細粒658
 セフカベン ピボキシル塩酸塩錠658
 セフカベン ピボキシル塩酸塩水和物656
 セフカベンピボキシル塩酸塩細粒658
 セフカベンピボキシル塩酸塩錠658
 セフカベンピボキシル塩酸塩水和物656
 セフジトレン ピボキシル659
 セフジトレン ピボキシル細粒660
 セフジトレン ピボキシル錠661
 セフジトレンピボキシル659
 セフジトレンピボキシル細粒660
 セフジトレンピボキシル錠661
 セフジニル662
 セフジニルカプセル663
 セフジニル細粒664
 セフジニルラクタム環開裂ラクトン190
 セフスロジンナトリウム665
 セフタジジム666
 セフタジジム水和物666
 セフチゾキシムナトリウム668
 セフチブテン669
 セフチブテン水和物669
 セフテラム ピボキシル670
 セフテラム ピボキシル細粒671
 セフテラム ピボキシル錠96
 セフテラムピボキシル670
 セフテラムピボキシル細粒671
 セフテラムピボキシル錠96
 セフトリアキソンナトリウム672
 セフトリアキソンナトリウム水和物672
 セフピラミドナトリウム674
 セフピロム硫酸塩676
 セフペラゾンナトリウム677
 セフポドキシム プロキセチル678
 セフポドキシムプロキセチル678
 セフミノクスナトリウム679
 セフミノクスナトリウム水和物679
 セフメタゾールナトリウム680
 セフメノキシム塩酸塩681
 セフロキサジン683
 セフロキサジン水和物683
 セフロキサジンドライシロップ98
 セフロキシム アキセチル684
 セフロキシムアキセチル684
 セフロキシムナトリウム686
 セボフルラン98
 セミマイクロケルダール法22, 5
 セラセフェート687, 100
 ゼラチン190, 688
 ゼラチン, 酸処理190
 ゼラチン・トリス緩衝液190
 ゼラチン・トリス緩衝液, pH 8.0191
 ゼラチン・リン酸塩緩衝液191
 ゼラチン・リン酸塩緩衝液, pH 7.0191
 ゼラチン・リン酸塩緩衝液, pH 7.4191
 ゼラチン試液190
 ゼラチン製ペプトン190
 セラペブターゼ690
 セラペブターゼ用トリクロロ酢酸試液191
 L-セリン191, 87
 セルモロイキン (遺伝子組換え)691
 セルモロイキン, 液体クロマトグラフィー用191
 セルモロイキン用緩衝液191

| | |
|-----------------------------|----------------|
| セルモロイキン用基質緩衝液 | 191 |
| セルモロイキン用濃縮ゲル | 191 |
| セルモロイキン用培養液 | 191 |
| セルモロイキン用分離ゲル | 191 |
| セルロース, 薄層クロマトグラフィー用 | 247 |
| セルロース, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り) | 247 |
| セレン | 191 |
| セレン標準原液 | 134 |
| セレン標準液 | 134 |
| センキュウ | 1229, 146 |
| 川芎 | 1229, 146 |
| センキュウ末 | 1229, 146 |
| 川芎末 | 1229, 146 |
| ゼンコ | 146 |
| 前胡 | 146 |
| 旋光度測定法 | 46, 14 |
| センコツ | 1230, 147, 171 |
| 川骨 | 1230, 147 |
| 前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル | 191 |
| 前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル | 191 |
| センソ | 1230 |
| 蟾酥 | 1230 |
| センナ | 1231 |
| センナ末 | 1232 |
| センノシド A, 成分含量測定用 | 191 |
| センノシド A, 薄層クロマトグラフィー用 | 191 |
| センノシド B, 成分含量測定用 | 192 |
| センブリ | 1233 |
| センブリ・重曹散 | 1234 |
| センブリ末 | 1233 |

ソ

| | |
|------------------------|----------------|
| ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 | 192 |
| ソウジュツ | 1234 |
| 蒼朮 | 1234 |
| ソウジュツ末 | 1235 |
| 蒼朮末 | 1235 |
| ソウハクヒ | 1235, 147 |
| 桑白皮 | 1235, 147 |
| ソーダ石灰 | 192 |
| ソボク | 1235 |
| 蘇木 | 1235 |
| ソヨウ | 1236, 147, 171 |
| 蘇葉 | 1236, 147 |
| ソルピタンセスキオレイン酸エステル | 698 |
| ゾルピデム酒石酸塩 | 100 |
| D-ソルビット | 698 |
| D-ソルビット液 | 699 |
| D-ソルビトール | 192, 698 |
| D-ソルビトール, ガスクロマトグラフィー用 | 192 |
| D-ソルビトール液 | 699 |

タ

| | |
|------------|------|
| 第一リン酸カルシウム | 1151 |
| ダイオウ | 1236 |
| 大黃 | 1236 |

| | |
|--|----------------|
| 大黃甘草湯エキス | 1238, 172 |
| ダイオウ末 | 1237 |
| 大黃末 | 1237 |
| 第三アミルアルコール | 192 |
| 第三ブタノール | 192 |
| 第 Xa 因子 | 192 |
| 第 Xa 因子試液 | 192 |
| 第十五改正日本薬局方における国際調和 | 1602, 194, 221 |
| ダイズ製ペプトン | 192 |
| ダイズ油 | 192, 700 |
| タイソウ | 1239 |
| 大棗 | 1239 |
| 大腸菌由来たん白質 | 192 |
| 大腸菌由来たん白質原液 | 192 |
| 第二ブタノール | 192 |
| 第二リン酸カルシウム | 1150, 129 |
| 胎盤性性腺刺激ホルモン | 625 |
| ダウノルピシン塩酸塩 | 700 |
| タウリン | 192, 701 |
| タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 | 25 |
| タクシャ | 1239 |
| 沢瀉 | 1239 |
| タクシャ末 | 1240 |
| 沢瀉末 | 1240 |
| ダクチノマイシン | 253 |
| タクロリムス水和物 | 101 |
| 多孔質シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 | 247 |
| 多孔性アクリロニトリル-ジビニルベンゼン共重合体 (孔径 0.06 ~ 0.08 μm , 100 ~ 200 m^2/g), ガスクロマトグラフィー用 | 247 |
| 多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.0075 μm , 500 ~ 600 m^2/g), ガスクロマトグラフィー用 | 247 |
| 多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体, 液体クロマトグラフィー用 | 35 |
| 多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.0085 μm , 300 ~ 400 m^2/g), ガスクロマトグラフィー用 | 247 |
| 多孔性ポリマービーズ, ガスクロマトグラフィー用 | 247 |
| タゾバクタム | 102 |
| 脱色フクシン試液 | 192 |
| タップ密度 | 61 |
| ダナゾール | 103 |
| タムスロシン塩酸塩 | 701 |
| タランビシリン塩酸塩 | 702 |
| 多硫化アンモニウム試液 | 192 |
| タルク | 192, 703, 88 |
| タングステン酸ナトリウム | 192 |
| タングステン (VI) 酸ナトリウム二水和物 | 192 |
| 炭酸アンモニウム | 193 |
| 炭酸アンモニウム試液 | 193 |
| 炭酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 9.6 | 193 |
| 炭酸塩 pH 標準液 | 134 |
| 炭酸ガス | 812 |
| 炭酸カリウム | 193, 704 |
| 炭酸カリウム, 無水 | 193 |
| 炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液 | 193 |

| | |
|-----------------------|----------|
| 炭酸カルシウム | 193 |
| 炭酸水素アンモニウム | 193 |
| 炭酸水素カリウム | 193 |
| 炭酸水素ナトリウム | 193, 705 |
| 炭酸水素ナトリウム, pH 測定用 | 193 |
| 炭酸水素ナトリウム試液 | 193 |
| 炭酸水素ナトリウム注射液 | 705, 89 |
| 炭酸水素ナトリウム注射液, 7 % | 193 |
| 炭酸脱水酵素 | 193 |
| 炭酸銅 | 193 |
| 炭酸銅一水和物 | 193 |
| 炭酸ナトリウム | 193, 706 |
| 炭酸ナトリウム (標準試薬) | 193 |
| 炭酸ナトリウム, pH 測定用 | 193 |
| 炭酸ナトリウム, 無水 | 193 |
| 炭酸ナトリウム試液 | 193 |
| 炭酸ナトリウム試液, 0.55 mol/L | 193 |
| 炭酸ナトリウム十水和物 | 193 |
| 炭酸ナトリウム水和物 | 706 |
| 炭酸プロピレン | 193 |
| 炭酸プロピレン, 水分測定用 | 193 |
| 炭酸マグネシウム | 706 |
| 炭酸リチウム | 707 |
| 胆汁酸塩 | 193 |
| 単シロップ | 708 |
| ダントロレンナトリウム | 709 |
| ダントロレンナトリウム水和物 | 709 |
| タンナルビン | 710 |
| 単軟膏 | 710 |
| タンニン酸 | 193, 710 |
| タンニン酸アルブミン | 710 |
| タンニン酸試液 | 193 |
| タンニン酸ジフェンヒドラミン | 193, 710 |
| タンニン酸ベルベリン | 711 |
| たん白質消化酵素試液 | 193 |
| たん白質定量法 | 1617 |
| たん白質のアミノ酸分析法 | 7 |

チ

| | |
|-----------------------------|-----------|
| チアプリド塩酸塩 | 104 |
| チアプリド塩酸塩錠 | 104 |
| チアマゾール | 712 |
| チアマゾール錠 | 712 |
| チアミラルナトリウム | 713 |
| チアミン塩化物塩酸塩 | 714 |
| チアミン塩化物塩酸塩散 | 716 |
| チアミン塩化物塩酸塩注射液 | 716, 89 |
| チアミン塩酸塩 | 714 |
| チアミン塩酸塩散 | 716 |
| チアミン塩酸塩注射液 | 716, 89 |
| チアミン硝化物 | 716 |
| チアラミド塩酸塩 | 717 |
| チアラミド塩酸塩錠 | 718 |
| チアントール | 193, 719 |
| 3-チエニルエチルペニシリンナトリウム | 193 |
| チオアセトアミド | 193 |
| チオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 | 193 |
| チオアセトアミド試液 | 193 |
| チオグリコール酸 | 193 |
| チオグリコール酸ナトリウム | 193 |
| チオグリコール酸培地 I, 無菌試験用 | 193 |
| チオグリコール酸培地 II, 無菌試験用 | 194 |
| チオシアン酸アンモニウム | 194 |
| チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 | 194 |
| チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 | 194 |
| 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 | 128 |
| 0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 | 128 |
| チオシアン酸アンモニウム試液 | 194 |
| チオシアン酸カリウム | 194 |
| チオシアン酸カリウム試液 | 194 |
| チオシアン酸第一鉄試液 | 194 |
| チオシアン酸鉄 (II) 試液 | 194 |
| チोजグリコール | 194 |
| チオセミカルバジド | 194 |
| チオテバ | 720 |
| チオ尿素 | 194 |
| チオ尿素試液 | 194 |
| チオベンタール, 定量用 | 194 |
| チオベンタールナトリウム | 721 |
| チオリダジン塩酸塩 | 722 |
| チオ硫酸ナトリウム | 194, 723 |
| 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 | 129 |
| 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 | 129 |
| 0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 | 129 |
| 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 | 129 |
| 0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 | 129 |
| 0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 | 129 |
| チオ硫酸ナトリウム五水和物 | 194 |
| チオ硫酸ナトリウム試液 | 194 |
| チオ硫酸ナトリウム水和物 | 723 |
| チオ硫酸ナトリウム注射液 | 723, 90 |
| チクセツサポニン IV, 薄層クロマトグラフィー用 | 194 |
| チクセツニンジン | 1240, 147 |
| 竹節人參 | 1240, 147 |
| チクセツニンジン末 | 1240, 148 |
| 竹節人參末 | 1240, 148 |
| チクロピジン塩酸塩 | 723 |
| チザニジン塩酸塩 | 724 |
| チタンエロー | 194 |
| 窒素 | 194, 725 |
| 窒素定量法 (セミマイクロケルダール法) | 22, 5 |
| チトクロム c | 194 |
| チニダゾール | 726 |
| チペピジンヒベンズ酸塩 | 726 |
| チペピジンヒベンズ酸塩錠 | 727, 90 |
| チミン | 194 |
| チミン, 液体クロマトグラフィー用 | 33 |
| チメピジウム臭化物 | 728 |
| チメピジウム臭化物水和物 | 728 |
| チメロサル | 194 |
| チモ | 1240, 148 |
| 知母 | 1240, 148 |
| チモール | 194, 729 |
| チモール, 定量用 | 194 |
| チモール, 噴霧試液用 | 33 |

チモール・硫酸・メタノール試液、噴霧用33
 チモールフタレイン194
 チモールフタレイン試液194
 チモールブルー194
 チモールブルー・ジオキサソ試液194
 チモールブルー・1,4-ジオキサソ試液194
 チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液194
 チモールブルー・N,N-ジメチルホルムアミド試液195
 チモールブルー試液194
 チモールブルー試液、希194
 チモロールマレイン酸塩729
 注射剤12
 注射剤の採取容量試験法100
 注射剤の不溶性異物検査法101
 注射剤の不溶性微粒子試験法101
 注射剤用ガラス容器試験法109
 注射用アズトレオナム37
 注射用アセチルコリン塩化物272, 38
 注射用アムホテリシン B296
 注射用アモバルビタールナトリウム299
 注射用アンピシリンナトリウム47
 注射用イダルビシン塩酸塩338
 注射用イミベネム・シラスタチンナトリウム345
 注射用塩化アセチルコリン272, 38
 注射用塩化スキサメトニウム600, 82
 注射用塩酸イダルビシン338
 注射用塩酸セフェピム644
 注射用塩酸セフォゾプラン648
 注射用塩酸セフォチアム650
 注射用塩酸ドキシソルピシン92
 注射用塩酸バンコマイシン865
 注射用塩酸ヒドララジン873
 注射用塩酸ミノサイクリン123
 注射用オザグレナトリウム63
 注射用コハク酸ブレドニゾロンナトリウム966, 115
 注射用ジフェニルヒダントインナトリウム917
 注射用蒸留水195
 注射用水195, 596, 82
 注射用スキサメトニウム塩化物600, 82
 注射用ストレプトマイシン硫酸塩90
 注射用血清性性腺刺激ホルモン623
 注射用胎盤性性腺刺激ホルモン626
 注射用セファゾリンナトリウム84
 注射用セフェピム塩酸塩644
 注射用セフォゾプラン塩酸塩648
 注射用セフォチアム塩酸塩650
 注射用セフタジジム86
 注射用セフメタゾールナトリウム87
 注射用チアミラルナトリウム714
 注射用チオベンタールナトリウム722, 90
 注射用テセロイキン (遺伝子組換え)752, 91
 注射用ドキシソルピシン塩酸塩92
 注射用バンコマイシン塩酸塩865
 注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン626
 注射用ヒドララジン塩酸塩873, 121
 注射用ピペラシリンナトリウム891
 注射用ビンブラスチン硫酸塩909
 注射用ファモチジン912, 108

注射用フェニトインナトリウム917
 注射用ブレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム966, 115
 注射用フロモキシセフナトリウム991
 注射用ペニシリン G カリウム117
 注射用ペプロマイシン硫酸塩116
 注射用ベンジルペニシリンカリウム117
 注射用ホスホマイシンナトリウム1037, 146
 注射用マイトマイシン C118
 注射用ミノサイクリン塩酸塩123, 147
 注射用メロベネム148
 注射用硫酸ストレプトマイシン90
 注射用硫酸ビンブラスチン909
 注射用硫酸ペプロマイシン116
 抽出用ジチゾン液195
 中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法1620
 中性アルミナ、4% 含水195
 中性アルミナ、カラムクロマトグラフィー用247
 中性アルミナ、クロマトグラフィー用247
 中性洗剤195
 中和エタノール195
 丁香1241
 丁香末1241
 チョウジ1241
 丁子1241
 チョウジ末1241
 丁子末1241
 チョウジ油1241
 丁子油1241
 チョウトウコウ1242
 釣藤鈎1242
 釣藤鈎1242
 貼付剤13
 チョレイ1242, 148
 猪苓1242, 148
 チョレイ末1243, 148
 猪苓末1243, 148
 L-チロシン90
 L-チロジン195, 90
 チンキ剤13, 7
 チンク油730
 沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド577
 沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン897
 沈降精製百日せきワクチン897
 沈降炭酸カルシウム704
 沈降破傷風トキソイド842
 沈降はぶトキソイド846
 沈降 B 型肝炎ワクチン866
 チンピ1243
 陳皮1243

ツ

ツバキ油731
 椿油731
 ツボクラリン塩化物731, 91
 ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物731, 91
 ツボクラリン塩化物塩酸塩注射液732, 91
 ツボクラリン塩化物注射液732, 91

ツロブテロール塩酸塩732

テ

DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体 (Cl 型),

弱塩基性195

テイコプラニン733, 105

定性反応22, 9, 6

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース876, 121

p, p'-DDE (2, 2-ビス(4-クロロフェニル)-
1, 1-ジクロロエチレン)195

o, p'-DDT (1, 1, 1-トリクロロ-2-(2-クロロフェニル)-
2-(4-クロロフェニル)エタン)195

p, p'-DDT (1, 1, 1-トリクロロ-
2, 2-ビス(4-クロロフェニル)エタン)195

p, p'-DDD (2, 2-ビス(4-クロロフェニル)-
1, 1-ジクロロエタン)195

低分子量ヘパリン, 分子量測定用195

定量分析用ろ紙248

定量用アジマリン195

定量用アセトアルデヒド195

定量用アセメタシン25

定量用アミドトリゾ酸195

定量用アラセプリル195

定量用アルミノプロフェン33

定量用アロプリノール25

定量用イオタラム酸195

定量用イオボダートナトリウム195

定量用イソニアジド195

定量用ウベニメクス25

定量用ウルソデオキシコール酸25

定量用エカベトナトリウム水和物25

定量用エタクリン酸195

定量用エチゾラム33

定量用エチドロン酸二ナトリウム195

定量用エナント酸メテノロン195

定量用エモルファゾン25

定量用塩化ベンゼトニウム195

定量用塩酸アゼラスチン25

定量用塩酸アプリンジン25

定量用塩酸アミオダロン25

定量用塩酸アモスラロール33

定量用塩酸イソクスプリン33

定量用塩酸イミダプリル25

定量用塩酸エチレフリン195

定量用塩酸エフェドリン195

定量用塩酸オキシコドン195

定量用塩酸クロルプロマジン195

定量用塩酸セチリジン33

定量用塩酸チアプリド25

定量用塩酸チアラミド195

定量用塩酸ドパミン195

定量用塩酸トリメタジジン195

定量用塩酸ニカルジピン195

定量用塩酸パバベリン195

定量用塩酸ヒドララジン195

定量用塩酸ヒドロコタルニン195

定量用塩酸ブホルミン33

定量用塩酸プロカイン196

定量用塩酸プロカインアミド196

定量用塩酸プロパフェノン25

定量用塩酸プロプラノロール196

定量用塩酸ベチジン196

定量用塩酸ベニジピン196

定量用塩酸ベラパミル196

定量用 *dl*-塩酸メチルエフェドリン196

定量用塩酸メトホルミン196

定量用塩酸メビバカイン196

定量用塩酸モルヒネ196

定量用塩酸ラベタロール33

定量用カイン酸196

定量用カドララジン25

定量用カルバミン酸クロルフェネシン33

定量用グアヤコール25

定量用クエン酸モサブリド25

定量用クロラゼブ酸二カリウム33

定量用クロルジアゼポキシド196

定量用クロルプロバミド196

定量用ケトコナゾール25

定量用コハク酸シベンゾリン33

定量用サリチル酸196

定量用ザルトプロフェン196

定量用サントニン196

定量用ジドロゲステロン196

定量用シネオール196

定量用シノキサシン25

定量用ジメンヒドリナート25

定量用ジモルホラミン196

定量用臭化ジスチグミン196

定量用酒石酸メトプロロール196

定量用酒石酸レバロルフアン196

定量用硝酸イソソルビド25

定量用硝酸ストリキニーネ196

定量用硝酸ナファゾリン196

定量用シラザプリル33

定量用シラスタチンアンモニウム196

定量用スルピリド196

定量用スルピリン196

定量用チオペンタール196

定量用チモール196

定量用テオフィリン25

定量用ドキシフルリジン196

定量用ドロキシドパ25

定量用ニコモール196

定量用ニセルゴリン196

定量用ニトレンジピン196

定量用バルプロ酸ナトリウム25

定量用ハロペリドール196

定量用ヒト血清アルブミン196

定量用ヒベンズ酸チベピジン196

定量用ファモチジン196

定量用フェニトイン25

定量用フェノバルビタール25

定量用フェノール196

定量用フェノールスルホンフタレイン196

定量用ブシラミン33

- 定量用ブフェキサマク196
 定量用フマル酸ビソプロロール33
 定量用フマル酸ベンシクラン196
 定量用ブラゼバム196
 定量用フルトブラゼバム25
 定量用フルラゼバム196
 定量用プロピルチオウラシル196
 定量用フロプロピオン196
 定量用ベザフィブラート196
 定量用ボグリボース196
 定量用マレイン酸イルソグラジン25
 定量用マレイン酸ペルフェナジン196
 定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン196
 定量用メシル酸ベタヒスチン196
 定量用メチルドバ196
 定量用メトクロブラミド196
 定量用メトロニダゾール196
 定量用メフルシド196
 定量用 *l*-メントール196
 定量用ヨウ化イソプロピル196
 定量用ヨウ化カリウム196
 定量用ヨウ化メチル196
 定量用ヨウ素196
 定量用リシノプリル196
 定量用リドカイン196
 定量用硫酸アトロピン196
 定量用硫酸ベタニジン196
 定量用リン酸コデイン196
 定量用リン酸ジヒドロコデイン196
 定量用レバミピド25
 定量用ワルファリンカリウム196
 2'-デオキシウリジン, 液体クロマトグラフィー用196
 テオフィリン196, 735
 テオフィリン, 定量用25
 テガフル736
 1-デカンスルホン酸ナトリウム197
 1-デカンスルホン酸ナトリウム試液, 0.0375 mol/L197
 デキサメサゾン737
 デキサメタゾン737
 デキストラン 40738, 91
 デキストラン 40 注射液739
 デキストラン 70739
 デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 5740
 デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 18741
 デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 5740
 デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18741
 デキストリン741
 デキストロメトルファン臭化水素酸塩742
 デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物742
 滴定終点検出法46
 滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液197
 テストステロンエナンチオン酸エステル743
 テストステロン26
 テストステロンエナンチオン酸エステル注射液743, 105
 テストステロンプロピオン酸エステル744
 テストステロンプロピオン酸エステル注射液744, 105
 デスラノシド745
 デスラノシド注射液746, 91
 テセロイキン (遺伝子組換え)746
 テセロイキン用細胞懸濁液197
 テセロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗体197
 テセロイキン用試験菌移植培地197
 テセロイキン用試験菌移植培地斜面197
 テセロイキン用等電点マーカー197
 テセロイキン用発色試液197
 テセロイキン用普通寒天培地197
 テセロイキン用分子量マーカー197
 テセロイキン用力価測定用培地197
 デソキシコール酸ナトリウム197
 鉄197
 鉄・フェノール試液197
 鉄・フェノール試液, 希197
 鉄試験法27
 鉄試験用アスコルビン酸197
 鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5197
 鉄標準原液29
 鉄標準液134
 鉄標準液, 原子吸光光度用29
 鉄粉197
 テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液197
 テトラカイン塩酸塩753
 テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン,
 ガスクロマトグラフィー用197
 テトラクロロ金 (III) 酸試液198
 テトラクロロ金 (III) 酸四水和物197
 テトラクロロ金試液198
 テトラサイクリン198
 テトラサイクリン塩酸塩753
 テトラヒドロキシキノロン198
 テトラヒドロキシキノロン指示薬198
 テトラヒドロフラン198
 テトラヒドロフラン, 液体クロマトグラフィー用198
 テトラヒドロフラン, ガスクロマトグラフィー用198
 テトラフェニルホウ酸ナトリウム198
 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液129
 テトラフェニルボロンカリウム試液198
 テトラフェニルボロンナトリウム198
 0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液129
 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・
 メタノール試液198
 10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・
 メタノール試液198
 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液129
 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液198
 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, 40 %198
 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液,
 0.005 mol/L198
 テトラブチルフェノールフタレインエチルエステル
 カリウム塩198
 テトラブチルフェノールフタレインエチルエステル試液198
 テトラブチルフェノールフタレインエチルエステル
 カリウム198
 テトラブチルフェノールフタレインエチルエステル試液198
 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド198
 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・
 メタノール液130

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・
メタノール試液……………199
0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液……………129
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液……………130
0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液……………130
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液……………199
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液, pH 5.5……………199
N, N, N', N'-テトラメチルエチレンジアミン……………199
テトラメチルシラン, 核磁気共鳴スペクトル測定用……………199
3, 3', 5, 5'-テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物……………199
デバルダ合金……………199
デヒドロコール酸……………754
デヒドロコール酸注射液……………755, 91
デヒドロコール酸ナトリウム注射液……………755, 91
デフェロキサミンメシル酸塩……………756, 91
テブレノン……………106
テフロン, ガスクロマトグラフィー用……………247
N-デメチルエリスロマイシン……………199
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩……………757
N-デメチルロキシスロマイシン……………199
デメトキシクルクミン……………26
テルフェニル……………199
p-テルフェニル……………199
テルブタリン硫酸塩……………758
デルマトール……………582
テレピン油……………199, 759
テレフタル酸……………199
テレフタル酸, ガスクロマトグラフィー用……………199
テレフタル酸ジエチル……………199
点眼剤……………14, 7
点眼剤の不溶性異物検査法……………24
点眼剤の不溶性微粒子試験法……………103, 23
天台烏薬……………1180, 131
天然ケイ酸アルミニウム……………507
デンプン……………199
デンプン, 溶性……………199
デンプン・塩化ナトリウム試液……………199
デンプングリコール酸ナトリウム……………91
デンプン試液……………199
でんぶん消化力試験用バレイショデンプン試液……………199
でんぶん消化力試験用フェーリング試液……………199
テンマ……………1243, 148
天麻……………1243, 148
テンモンドウ……………1243, 148
天門冬……………1243, 148

ト

銅……………199
銅(標準試薬)……………199
銅エチレンジアミン試液, 1 mol/L……………199
トウガシ……………1244
冬瓜子……………1244
トウガラシ……………1244
トウガラシ・サリチル酸精……………1246
トウガラシチンキ……………1246
トウガラシ末……………1245
透過率校正用光学フィルター……………249

トウキ……………1247
当帰……………1247
トウキ末……………1247
当帰末……………1247
銅試液, アルカリ性……………200
銅試液(2), アルカリ性……………26
銅試液, たん白質含量試験用アルカリ性……………200
等張塩化ナトリウム注射液……………626, 82
等張食塩液……………626, 82
等電点電気泳動法……………1621
等電点マーカー, テセロイキン用……………200
導電率測定法……………48
導電率測定用塩化カリウム……………200
トウニン……………1247, 148, 172
桃仁……………1247, 148
トウニン末……………1248, 148, 173
桃仁末……………1248, 148
トウヒ……………1248
橙皮……………1248
Cu-PAN……………200
Cu-PAN 試液……………200
トウヒシロップ……………1248
橙皮シロップ……………1248
トウヒチンキ……………1249
橙皮チンキ……………1249
銅標準原液……………134
銅標準液……………134
トウモロコシデンプン……………760, 107
トウモロコシ澱粉……………760
トウモロコシ油……………200, 760
当薬……………1233
当薬末……………1233
銅溶液, アルカリ性……………200
ドキサゾシンメシル酸塩……………107
ドキサブラム塩酸塩……………761
ドキサブラム塩酸塩水和物……………761
ドキシサイクリン塩酸塩……………761
ドキシサイクリン塩酸塩水和物……………761
ドキシフルリジン……………200, 763
ドキシフルリジン, 定量用……………200
ドキシフルリジンカプセル……………764
ドキシソルピシン塩酸塩……………765
ドクカツ……………149
独活……………149
ドコサン酸メチル……………200
トコフェロール……………200, 766
dl- α -トコフェロール……………766
トコフェロールコハク酸エステルカルシウム……………766
トコフェロール酢酸エステル……………768
トコフェロールニコチン酸エステル……………769
トコン……………1249, 149
吐根……………1249, 149
トコンシロップ……………1250
吐根シロップ……………1250
トコン末……………1250, 149
吐根末……………1250, 149
トシル酸スルタミシリン……………609, 82
トシル酸トスフロキサシン……………108

- トシル酸トスフロキサシン錠110
トスフロキサシントシル酸塩錠110
トスフロキサシントシル酸塩水和物108
トチュウ1251
杜仲1251
ドックツ149
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム200
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液134
トドララジン塩酸塩770
トドララジン塩酸塩水和物770
ドバミン塩酸塩771
ドバミン塩酸塩注射液771, 93
トフィソバム772
ドブタミン塩酸塩772
トブラマイシン773
トブラマイシン注射液93
ドーフル散1173
トラガント1251
トラガント末201, 1251
ドラーゲンドルフ試液200
ドラーゲンドルフ試液, 噴霧用201
トラザミド774
トラネキサム酸775
トラネキサム酸カプセル776
トラネキサム酸錠777
トラネキサム酸注射液777
トラピジル778
トリアムシノロン779
トリアムシノロンアセトニド201, 779
トリアムテレン780
トリエチルアミン201
トリエチルアミン201
トリエチルアミン・リン酸緩衝液, pH 5.0201
1 % トリエチルアミン・リン酸緩衝液, pH 3.026
トリエチルアミン緩衝液, pH 3.2201
トリクロホスナトリウム781
トリクロホスナトリウムシロップ782
トリクロロ酢酸201
トリクロロメチアジド783
トリクロロメチアジド錠784
トリクロロ酢酸201
トリクロロ酢酸試液201
トリクロロ酢酸試液, セラペプターゼ用201
トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液201
1, 1, 2-トリクロロ-1, 2, 2-トリフルオロエタン201
トリクロロフルオロメタン201
トリコマイシン786
トリシン201
トリス・塩酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.5201
トリス・塩酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 7.4201
トリス・酢酸緩衝液, pH 6.5201
トリス緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.0201
トリス緩衝液, 0.05 mol/L, pH 8.6201
トリス緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0201
トリス緩衝液, 0.5 mol/L, pH 6.8201
トリス緩衝液, 1.5 mol/L, pH 8.8201
トリス緩衝液, エンドトキシン試験用201
トリス緩衝液, pH 7.0201
トリス緩衝液, pH 8.2201
トリス緩衝液, pH 8.4201
トリス緩衝液, pH 9.5201
トリスヒドロキシメチルアミノメタン201
トリデカンスルホン酸ナトリウム201
2, 4, 6-トリニトロフェノール201
2, 4, 6-トリニトロフェノール・エタノール試液202
2, 4, 6-トリニトロフェノール試液202
2, 4, 6-トリニトロフェノール試液, アルカリ性202
2, 4, 6-トリニトロベンゼンスルホン酸202
トリフェニルクロロメタン202
トリフェニルクロロメタン202
2, 3, 5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩202
2, 3, 5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩試液202
トリフェニルメタノール, 薄層クロマトグラフィー用33
トリプシン, 液体クロマトグラフィー用202
トリプシンインヒビター202
トリプシンインヒビター試液202
トリプシン試液, ウリナスタチン試験用202
トリプシン試液, エルカトニン試験用202
L-トリプトファン202, 787
トリフルオロ酢酸202
トリフルオロ酢酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用202
トリフルオロ酢酸試液202
トリヘキシフェニル塩酸塩788
トリヘキシフェニル塩酸塩錠788
トリメタジオン789
トリメタジオン錠790
トリメタジジン塩酸塩790, 94
トリメタジジン塩酸塩錠791
トリメチルシリルイミダゾール202
トリメチルシリル化シリカゲル,
液体クロマトグラフィー用247
3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム,
核磁気共鳴スペクトル測定用202
3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₄,
核磁気共鳴スペクトル測定用202
トリメトキノール塩酸塩792
トリメトキノール塩酸塩水和物792
トリメブチンマレイン酸塩793
トルイジンブルー202
トルイジンブルー O202
o-トルイル酸202
トルエン202
o-トルエンスルホンアミド202
p-トルエンスルホンアミド203
トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物203
トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液203
p-トルエンスルホン酸203
p-トルエンスルホン酸一水和物203
トルナフタート794
トルナフタート液794
トルナフテート794
トルナフテート液794
トルプタミド203, 795
トルプタミド錠795, 110
トルペリゾン塩酸塩796
L-トレオニン203, 797

| | |
|-------------|----------|
| トレピプトン | 797 |
| ドロキシドパ | 111 |
| ドロキシドパ, 定量用 | 26 |
| ドロキシドパカプセル | 112 |
| ドロキシドパ細粒 | 112 |
| トロキシビド | 113 |
| トロキシビド細粒 | 114 |
| トロキシビド錠 | 115 |
| トローチ剤 | 14 |
| トロピカミド | 798 |
| ドロペリドール | 799 |
| トロンピン | 203, 799 |
| 豚脂 | 800 |
| ドンベリドン | 94 |

ナ

| | |
|-----------------------------------|-----|
| ナイスタチン | 800 |
| ナイルブルー | 33 |
| ナタネ油 | 801 |
| 菜種油 | 801 |
| ナタマイシン | 895 |
| NK-7 細胞 | 203 |
| ナトリウム | 203 |
| ナトリウム, 金属 | 203 |
| ナトリウム標準原液 | 134 |
| ナトリウムベンタシアノアンミンフェロエート | 203 |
| 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・ジオキサソ液 | 130 |
| 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサソ液 | 130 |
| 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 | 130 |
| ナドロール | 801 |
| 七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 | 203 |
| 七モリブデン酸六アンモニウム試液 | 203 |
| 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 | 203 |
| 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・ 硫酸第二セリウム試液 | 203 |
| ナファゾリン・クロルフェニラミン液 | 803 |
| ナファゾリン塩酸塩 | 802 |
| ナファゾリン硝酸塩 | 802 |
| ナファモスタットメシル酸塩 | 95 |
| ナフタレン | 203 |
| 1,3-ナフタレンジオール | 203 |
| 1,3-ナフタレンジオール試液 | 203 |
| 2-ナフタレンスルホン酸 | 203 |
| 2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム | 203 |
| α -ナフチルアミン | 203 |
| 1-ナフチルアミン | 203 |
| ナフチルエチレンジアミン試液 | 203 |
| N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 | 203 |
| ナフトキノンスルホン酸カリウム | 204 |
| 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム | 204 |
| ナフトキノンスルホン酸カリウム試液 | 204 |
| 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 | 204 |
| β -ナフトキノンスルホン酸ナトリウム | 204 |
| ナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液 | 204 |
| α -ナフトール | 203 |
| β -ナフトール | 203 |
| 1-ナフトール | 203 |

| | |
|------------------------|----------|
| 1-ナフトール・硫酸試液 | 204 |
| 2-ナフトール | 203 |
| α -ナフトール試液 | 203 |
| β -ナフトール試液 | 203 |
| 1-ナフトール試液 | 203 |
| 2-ナフトール試液 | 203 |
| α -ナフトールベンゼイン | 203 |
| p -ナフトールベンゼイン | 203 |
| α -ナフトールベンゼイン試液 | 203 |
| p -ナフトールベンゼイン試液 | 203 |
| ナブメトン | 96 |
| ナブメトン錠 | 97 |
| ナプロキセン | 804 |
| 鉛標準原液 | 134 |
| 鉛標準液 | 134 |
| ナリジクス酸 | 204, 804 |
| ナリンギン, 薄層クロマトグラフィー用 | 204 |
| ナルコチン | 830 |
| ナロキソン塩酸塩 | 805 |
| 軟膏剤 | 14 |

ニ

| | |
|---|----------|
| 二亜硫酸ナトリウム | 204 |
| 二亜硫酸ナトリウム試液 | 204 |
| ニガキ | 1252 |
| 苦木 | 1252 |
| ニガキ末 | 1252 |
| 苦木末 | 1252 |
| ニカルジピン塩酸塩 | 807 |
| ニカルジピン塩酸塩注射液 | 807, 98 |
| 肉エキス | 204 |
| ニクズク | 173 |
| 肉豆蔻 | 173 |
| 肉豆蔻 | 173 |
| 肉製ペプトン | 204 |
| ニクロム酸カリウム | 204 |
| ニクロム酸カリウム (標準試薬) | 204 |
| ニクロム酸カリウム・硫酸試液 | 204 |
| 1/60 mol/L ニクロム酸カリウム液 | 130 |
| ニクロム酸カリウム試液 | 204 |
| β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (β -NAD) | 204 |
| β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (β -NAD) 試液 | 204 |
| ニコチン酸 | 808 |
| ニコチン酸 dl - α -トコフェロール | 769 |
| ニコチン酸アミド | 204, 809 |
| ニコチン酸注射液 | 809, 98 |
| ニコチン酸トコフェロール | 769 |
| ニコモール | 810 |
| ニコモール, 定量用 | 204 |
| ニコモール錠 | 811, 116 |
| ニコランジル | 811, 98 |
| 二酢酸 N, N' -ジベンジルエチレンジアミン | 204 |
| ニザチジン | 98 |
| ニザチジンカプセル | 99 |
| 二酸化イオウ | 205 |
| 二酸化セレン | 205 |

| | |
|--------------------------------------|----------|
| 二酸化炭素 | 205, 812 |
| 二酸化チタン | 205 |
| 二酸化チタン試液 | 205 |
| 二酸化鉛 | 205 |
| 二酸化マンガン | 205 |
| ニシウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用 | 205 |
| ニセリトロール | 813 |
| ニセルゴリン | 814 |
| ニセルゴリン, 定量用 | 205 |
| ニセルゴリン散 | 815 |
| ニセルゴリン錠 | 816 |
| 日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件 | 1623 |
| ニッケル, 熱分析用 | 249 |
| ニッケル標準液 | 134 |
| ニトラゼパム | 817 |
| 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール | 205 |
| 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール緩衝液, pH 7.8 | 205 |
| ニトレンジピン | 818 |
| ニトレンジピン, 定量用 | 205 |
| ニトレンジピン錠 | 819 |
| 3-ニトロアニリン | 33 |
| 4-ニトロアニリン | 205 |
| 4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 | 205 |
| p-ニトロアニリン | 205 |
| p-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 | 205 |
| 4-ニトロ塩化ベンジル | 205 |
| p-ニトロ塩化ベンジル | 205 |
| 4-ニトロ塩化ベンゾイル | 205 |
| p-ニトロ塩化ベンゾイル | 205 |
| ニトログリセリン錠 | 820 |
| α -ニトロソ- β -ナフトール | 205 |
| α -ニトロソ- β -ナフトール試液 | 205 |
| 1-ニトロソ-2-ナフトール | 205 |
| 1-ニトロソ-2-ナフトール試液 | 205 |
| 1-ニトロソ-2-ナフトール-3, 6-ジスルホン酸 二ナトリウム | 205 |
| 2-ニトロフェニル- β -D-ガラクトピラノシド | 205 |
| o-ニトロフェニル- β -D-ガラクトピラノシド | 206 |
| 3-ニトロフェノール | 206 |
| 4-ニトロフェノール | 206 |
| o-ニトロフェノール | 206 |
| ニトロプルシドナトリウム | 206 |
| ニトロプルシドナトリウム試液 | 206 |
| 4-(4-ニトロベンジル)ピリジン | 206 |
| 2-ニトロベンズアルデヒド | 206 |
| o-ニトロベンズアルデヒド | 206 |
| ニトロベンゼン | 206 |
| 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 | 206 |
| 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 | 206 |
| p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 | 206 |
| p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液, 噴霧用 | 206 |
| 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート | 206 |
| p-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート | 206 |
| ニトロメタン | 206 |
| 2 倍濃厚乳糖ブイヨン | 206 |
| ニフェジピン | 206, 821 |
| 日本脳炎ワクチン | 822 |

| | |
|---|----------|
| 日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源 としての動物に求められる要件 | 1636 |
| 乳酸 | 206, 822 |
| 乳酸エタクリジン | 255 |
| 乳酸カルシウム | 823 |
| 乳酸カルシウム水和物 | 823 |
| 乳酸試液 | 206 |
| 乳製カゼイン | 206 |
| 乳糖 | 206, 824 |
| α -乳糖・ β -乳糖混合物 (1:1) | 206 |
| 乳糖一水和物 | 206 |
| 乳糖基質試液 | 206 |
| 乳糖基質試液, ベニシリウム由来 β -ガラクトシダーゼ用 | 206 |
| 乳糖水和物 | 824, 116 |
| 乳糖ブイヨン | 206 |
| 乳糖ブイヨン, 2 倍濃厚 | 206 |
| 乳糖ブイヨン, 3 倍濃厚 | 206 |
| ニュートラルレッド | 206 |
| ニュートラルレッド試液 | 206 |
| 尿素 | 206, 825 |
| 二硫化炭素 | 206 |
| 二硫酸カリウム | 206 |
| ニルバジピン | 825 |
| ニルバジピン錠 | 826 |
| ニンジン | 1252 |
| 人参 | 1252 |
| ニンジン末 | 1253 |
| 人参末 | 1253 |
| ニンドウ | 1254 |
| 忍冬 | 1254 |
| ニンヒドリン | 206 |
| ニンヒドリン・アスコルビン酸試液 | 206 |
| ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 | 206 |
| ニンヒドリン・塩化スズ (II) 試液 | 207 |
| ニンヒドリン・塩化第一スズ試液 | 207 |
| ニンヒドリン・酢酸試液 | 207 |
| 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液 | 207 |
| ニンヒドリン・ブタノール試液 | 207 |
| ニンヒドリン・硫酸試液 | 207 |
| ニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液 | 207 |
| ニンヒドリン試液 | 207 |

ネ

| | |
|---------------------|----------|
| ネオスチグミンメチル硫酸塩 | 827 |
| ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液 | 828, 100 |
| ネオマイシン硫酸塩 | 939 |
| ネスラー管 | 249 |
| ネチルマイシン硫酸塩 | 829 |
| 熱分析法 | 49 |
| 熱分析用 α -アルミナ | 249 |
| 熱分析用インジウム | 249 |
| 熱分析用スズ | 249 |
| 熱分析用ニッケル | 249 |
| 粘度計校正用標準液 | 134 |
| 粘度測定法 | 50 |

ノ

| | |
|---|----------|
| 濃塩化ベンザルコニウム液 50 | 1019 |
| 濃グリセリン | 466 |
| 濃グリセロール | 466 |
| 濃クロモトローブ酸試液 | 207 |
| 濃クロモトローブ酸試液 | 207 |
| 濃厚乳糖ブイオン, 2 倍 | 207 |
| 濃厚乳糖ブイオン, 3 倍 | 207 |
| 濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液 | 207 |
| 濃縮ゲル, セルモロイキン用 | 207 |
| 濃ベンザルコニウム塩化物液 50 | 1019 |
| 濃ヨウ化カリウム試液 | 207 |
| ノスカピン | 830 |
| ノスカピン塩酸塩 | 830 |
| ノスカピン塩酸塩水和物 | 830 |
| ノダケニン, 薄層クロマトグラフィー用 | 33 |
| 1-ノナンスルホン酸ナトリウム | 26 |
| ノニル酸パニルアミド | 207 |
| ノニルフェノキシポリ (エチレンオキシ) エタノール, ガスクロマトグラフィー用 | 207 |
| ノルアドレナリン | 831 |
| ノルアドレナリン注射液 | 831, 100 |
| ノルエチステロン | 832, 116 |
| ノルエピネフリン | 831 |
| ノルエピネフリン注射液 | 831, 100 |
| ノルゲストレル | 833 |
| ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠 | 833 |
| ノルトリプチリン塩酸塩 | 835 |
| ノルフロキサシン | 835 |

ハ

| | |
|--|-----------|
| バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品 の製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ 否定試験 | 1638, 222 |
| バイカリン, 薄層クロマトグラフィー用 | 207 |
| 培地充てん試験法 | 1641 |
| ハイドロサルファイトナトリウム | 207 |
| バイモ | 1255, 149 |
| 貝母 | 1255, 149 |
| 培養液, セルモロイキン用 | 207 |
| はかり | 249 |
| はかり及び分銅 | 249 |
| バカンピシリン塩酸塩 | 836 |
| 麦芽糖 | 1054 |
| 白色セラック | 689 |
| 白色軟膏 | 806 |
| 白色ワセリン | 1169 |
| 薄層クロマトグラフィー | 35 |
| 薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用アミグダリン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5- クロロベンゾフェノン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用アリソール A | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用アルブチン | 207 |

| | |
|---|-----|
| 薄層クロマトグラフィー用イカリイン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用イミダゾール | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用塩酸 1,1-ジフェニル-4- ピペリジノ-1-ブテン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用オウゴン | 207 |
| 薄層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 | 247 |
| 薄層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 (蛍光剤入り) | 247 |
| 薄層クロマトグラフィー用オストール | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用カプサイシン | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用 (E)-カプサイシン | 33 |
| 薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用ギンセンノシド R _{g1} | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム | 26 |
| 薄層クロマトグラフィー用 4'-O-グルコシル-5-O- メチルピサミノール | 26 |
| 薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム | 207 |
| 薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸 | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用 (E)-クロロゲン酸 | 33 |
| 薄層クロマトグラフィー用 (2-クロロフェニル)- ジフェニルメタノール | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用 (E)-ケイ皮酸 | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸 | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用ゴシツ | 26 |
| 薄層クロマトグラフィー用コール酸 | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン a | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b ₂ | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用シザンドリン | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用 1-[(2R,5S)-2,5-ジヒドロ- 5-(ヒドロキシメチル)-2-フリル]チミン | 33 |
| 薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り) | 248 |
| 薄層クロマトグラフィー用 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェ ニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用シャゼンシ | 26 |
| 薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコボラミン | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用 [6]-ショ-ガオール | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル | 248 |
| 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) | 248 |
| 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (粒径 5 ~ 7 μm, 蛍光剤入り) | 248 |
| 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (混合蛍光剤入り) | 248 |
| 薄層クロマトグラフィー用シナナムアルデヒド | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用 (E)-シナナムアルデヒド | 33 |
| 薄層クロマトグラフィー用スウェルチアマリン | 208 |
| 薄層クロマトグラフィー用セルロース | 248 |
| 薄層クロマトグラフィー用セルロース (蛍光剤入り) | 248 |

- 薄層クロマトグラフィー用センノシド A208
 薄層クロマトグラフィー用
 タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム26
 薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ208
 薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール33
 薄層クロマトグラフィー用ナリンギン208
 薄層クロマトグラフィー用ノダケニン33
 薄層クロマトグラフィー用バイカリン208
 薄層クロマトグラフィー用バルバロイン208
 薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸26
 薄層クロマトグラフィー用 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸
 27
 薄層クロマトグラフィー用
 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-
 プロベン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液208
 薄層クロマトグラフィー用ヒベロシド33
 薄層クロマトグラフィー用プエラリン208
 薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末27
 薄層クロマトグラフィー用フマル酸208
 薄層クロマトグラフィー用(±)-ブラエルプトリン A33
 薄層クロマトグラフィー用ベオニフロリン208
 薄層クロマトグラフィー用ベオノール208
 薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン208
 薄層クロマトグラフィー用ベリルアルデヒド27
 薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン208
 薄層クロマトグラフィー用ボリアミド248
 薄層クロマトグラフィー用ボリアミド(蛍光剤入り)248
 薄層クロマトグラフィー用マグノロール33
 薄層クロマトグラフィー用ミリスチシン27
 薄層クロマトグラフィー用メシル酸
 ジヒドロエルゴクリスチン208
 薄層クロマトグラフィー用 2-メチル-
 5-ニトロイミダゾール208
 薄層クロマトグラフィー用 3-*O*-メチルメチルドパ208
 薄層クロマトグラフィー用(*E*)-2-
 メトキシシンナムアルデヒド27
 薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム208
 薄層クロマトグラフィー用リクイリチン208
 薄層クロマトグラフィー用(*Z*)-リグスチリド208
 薄層クロマトグラフィー用リトコール酸208
 薄層クロマトグラフィー用リモニン208
 薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン208
 薄層クロマトグラフィー用ルテオリン208
 薄層クロマトグラフィー用レイン208
 薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン208
 薄層クロマトグラフィー用レボチロキシナトリウム208
 薄層クロマトグラフィー用ロガニン208
 薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸34
 白糖208, 837
 バクモンドウ1255
 麦門冬1255
 白蠟1059
 バクロフェン839
 バクロフェン錠840, 100
 馬血清208
 バシトラシン841
 パスカリウム847
 パスカリウム顆粒848
 パスカリウム水和物847
 パソプレシン208
 パソプレシン注射液842, 116
 ハチマイシン786
 八味地黄丸エキス173
 ハチミツ1255
 蜂蜜1255
 波長及び透過率校正用光学フィルター249
 波長校正用光学フィルター249
 発煙硝酸208
 発煙硫酸208
 ハッカ1256
 薄荷1256
 ハッカ水1256
 薄荷水1256
 ハッカ油209, 1256
 薄荷油1256
 発色試液, テセロイキン用209
 発色性合成基質209
 発熱性物質試験法79
 バップ剤14
 バップ用複方オウバク散1186
 ハートインフュージョンカンテン培地27
 バナジン酸アンモニウム209
 バナジン(V)酸アンモニウム209
 バニベネム843
 バニリン209
 バニリン・塩酸試液209
 バニリン・硫酸・エタノール試液209
 バニリン・硫酸試液209
 ハヌス試液209
 ババベリン塩酸塩845
 ババベリン塩酸塩注射液846, 101
 ハマボウフウ1257, 149
 浜防風1257, 149
 バメタン硫酸塩846
 バモ酸ヒドロキシジン874
 バモ酸ピランテル899
 バラアミノサリチル酸カルシウム847
 バラアミノサリチル酸カルシウム顆粒848
 バラアミノサリチル酸カルシウム水和物847
 バラオキシ安息香酸209
 バラオキシ安息香酸イソアミル209
 バラオキシ安息香酸イソブチル209
 バラオキシ安息香酸イソプロピル209
 バラオキシ安息香酸エチル209, 848
 バラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル34
 バラオキシ安息香酸ブチル209, 849
 バラオキシ安息香酸プロピル209, 849
 バラオキシ安息香酸ヘキシル27
 バラオキシ安息香酸ヘブチル27
 バラオキシ安息香酸ベンジル209
 バラオキシ安息香酸メチル209, 850
 バラセタモール273
 バラフィン209, 850
 バラフィン, 流動209
 バラホルムアルデヒド852

| | |
|--|---------------|
| H-D-バリン-L-ロイシル-L-アルギニン-4- ニトロアニリド二塩酸塩 | 209 |
| L-バリン | 209, 853 |
| バルサム | 209 |
| バルナバリンナトリウム | 854 |
| バルバロイン, 成分含量測定用 | 209 |
| バルバロイン, 薄層クロマトグラフィー用 | 210 |
| バルピタール | 210, 856 |
| バルピタール緩衝液 | 210 |
| バルピタールナトリウム | 210 |
| バルプロ酸ナトリウム | 856, 116 |
| バルプロ酸ナトリウム, 定量用 | 27 |
| バルプロ酸ナトリウム錠 | 117 |
| バルプロ酸ナトリウムシロップ | 118 |
| バルミチン酸, ガスクロマトグラフィー用 | 210 |
| バルミチン酸クロラムフェニコール | 490 |
| バルミチン酸レチノール | 1155 |
| バレイショデンプン | 210, 857, 119 |
| バレイショ澱粉 | 857 |
| バレイショデンプン試液 | 210 |
| バレイショデンプン試液, でんぶん消化力試験用 | 210 |
| ハロキサゾラム | 858 |
| ハロタン | 859 |
| ハロベリドール | 860 |
| ハロベリドール, 定量用 | 210 |
| ハロベリドール錠 | 861 |
| パンクレアチン | 862 |
| パンクレアチン用リン酸塩緩衝液 | 210 |
| パンクロニウム臭化物 | 863 |
| ハンゲ | 1257 |
| 半夏 | 1257 |
| 半夏厚朴湯エキス | 150 |
| バンコマイシン塩酸塩 | 863 |
| 蕃椒 | 1244 |
| 蕃椒末 | 1245 |
| パンテチン | 865 |
| パントテン酸カルシウム | 866 |

ヒ

| | |
|--|----------|
| α -BHC (α -ヘキサクロロシクロヘキサン) | 210 |
| β -BHC (β -ヘキサクロロシクロヘキサン) | 211 |
| γ -BHC (γ -ヘキサクロロシクロヘキサン) | 211 |
| δ -BHC (δ -ヘキサクロロシクロヘキサン) | 211 |
| pH 測定法 | 53 |
| pH 測定用水酸化カルシウム | 210 |
| pH 測定用炭酸水素ナトリウム | 210 |
| pH 測定用炭酸ナトリウム | 210 |
| pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物 | 210 |
| pH 測定用フタル酸水素カリウム | 210 |
| pH 測定用ホウ酸ナトリウム | 210 |
| pH 測定用無水リン酸一水素ナトリウム | 210 |
| pH 測定用四シュウ酸カリウム | 210 |
| pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 | 210 |
| pH 測定用リン酸水素二ナトリウム | 210 |
| pH 測定用リン酸二水素カリウム | 210 |
| pH 標準液, シュウ酸塩 | 134 |
| pH 標準液, 水酸化カルシウム | 134 |
| pH 標準液, 炭酸塩 | 134 |
| pH 標準液, フタル酸塩 | 134 |
| pH 標準液, ホウ酸塩 | 134 |
| pH 標準液, リン酸塩 | 134 |
| ピオグリタゾン塩酸塩 | 120 |
| ビオチン | 101 |
| ヒオデオキシコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 | 27 |
| B 型赤血球浮遊液 | 211 |
| 光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子 | 249 |
| ピクリン酸 | 211 |
| ピクリン酸・エタノール試液 | 211 |
| ピクリン酸試液 | 211 |
| ピクリン酸試液, アルカリ性 | 211 |
| ヒコアト注射液 | 408 |
| ピコスルファートナトリウム | 867 |
| ピコスルファートナトリウム水和物 | 867 |
| ピサコジル | 867 |
| ピサコジル坐剤 | 868, 102 |
| BGLB | 211 |
| 比重及び密度測定法 | 55 |
| 非水滴定用アセトン | 211 |
| 非水滴定用酢酸 | 211 |
| 非水滴定用酢酸水銀 (II) 試液 | 211 |
| 非水滴定用酢酸第二水銀試液 | 211 |
| 非水滴定用水酢酸 | 211 |
| 4,4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン | 211 |
| L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 | 211 |
| ビスデメトキシシクロクミン | 27 |
| ビス (1,1-トリフルオロアセトキシ) ヨードベンゼン | 27 |
| ビストリメチルシリルアセトアミド | 211 |
| N, N'-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]- 5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6- トリヨードイソフタルアミド | 211 |
| ビス-(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン) | 211 |
| ビスマス酸ナトリウム | 211 |
| 微生物限度試験法 | 79, 14 |
| 微生物殺滅法 | 1644 |
| ヒ素試験法 | 28 |
| ヒ素標準原液 | 134 |
| ヒ素標準液 | 134 |
| ビソプロロールフマル酸塩 | 102 |
| ビソプロロールフマル酸塩錠 | 103 |
| ヒ素分析用亜鉛 | 211 |
| ビタミン A カプセル | 869 |
| ビタミン A 酢酸エステル | 1154 |
| ビタミン A 定量法 | 54 |
| ビタミン A 定量用 2-プロパノール | 211 |
| ビタミン A バルミチン酸エステル | 1155 |
| ビタミン A 油 | 869 |
| ビタミン A 油カプセル | 869 |
| ビタミン B ₁ 塩酸塩 | 714 |
| ビタミン B ₁ 塩酸塩散 | 716 |
| ビタミン B ₁ 塩酸塩注射液 | 716, 89 |
| ビタミン B ₁ 硝酸塩 | 716 |
| ビタミン B ₂ | 1139 |
| ビタミン B ₂ 散 | 1140 |
| ビタミン B ₂ 酪酸エステル | 1140 |
| ビタミン B ₂ リン酸エステル | 1141 |

ビタミン B₂ リン酸エステル注射液 …………… **1142, 128**
 ビタミン B₆ …………… **900**
 ビタミン B₆ 注射液 …………… **900, 107**
 ビタミン B₁₂ …………… **545, 73**
 ビタミン B₁₂ 注射液 …………… **545, 74**
 ビタミン C …………… **262**
 ビタミン C 散 …………… **263**
 ビタミン C 注射液 …………… **263, 37**
 ビタミン D₂ …………… **394**
 ビタミン D₃ …………… **525**
 ビタミン E …………… **766**
 ビタミン E コハク酸エステルカルシウム …………… **766**
 ビタミン E 酢酸エステル …………… **768**
 ビタミン E ニコチン酸エステル …………… **769**
 ビタミン H …………… **101**
 ビタミン K₁ …………… **915**
 ヒトインスリン (遺伝子組換え) …………… **870**
 ヒトインスリンデスアミド体含有試液 …………… **211**
 ヒトインスリン二量体含有試液 …………… **211**
 ヒト下垂体性腺刺激ホルモン …………… **623, 91**
 ヒト血清アルブミン, 定量用 …………… **212**
 ヒト絨毛性腺刺激ホルモン …………… **625**
 ヒト絨毛性腺刺激ホルモン試液 …………… **212**
 ヒト正常血漿 …………… **212**
 ヒト正常血漿乾燥粉末 …………… **212**
 人全血液 …………… **872**
 人免疫グロブリン …………… **872**
 ヒト由来アンチトロンビン III …………… **212**
 ヒドラジン-水和物 …………… **212**
 ヒドララジン塩酸塩 …………… **872**
 ヒドララジン塩酸塩散 …………… **873**
 ヒドララジン塩酸塩錠 …………… **873, 104**
m-ヒドロキシアセトフェノン …………… **212**
p-ヒドロキシアセトフェノン …………… **212**
 3-ヒドロキシ安息香酸 …………… **212**
 4-ヒドロキシイソフタル酸 …………… **34**
N-(2-ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル
 …………… **212**
 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール …………… **212**
N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-*N'*-2-エタンスルホン酸
 …………… **212**
d-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)
 エチル]-2-(4-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピ
 ン-4(5*H*)-オン塩酸塩 …………… **212**
d-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)
 エチル]-2-(*p*-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピ
 ン-4(5*H*)-オン塩酸塩 …………… **213**
 ヒドロキシジン塩酸塩 …………… **874**
 ヒドロキシジンパモ酸塩 …………… **874**
 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸, 成分含量測定用 …………… **27**
 10-ヒドロキシ-2-(*E*)-デセン酸, 薄層クロマトグラフィー用
 …………… **28**
 2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-
 3-ナフトエ酸 …………… **213**
N-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド …………… **213**
 3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 …………… **213**
 ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用 …………… **248**

ヒドロキシプロピルセルロース …………… **875, 121**
 ヒドロキシプロピルメチルセルロース …………… **887**
 ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル
 …………… **888, 104**
 ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート …………… **888, 104**
 2-[4-(2-ヒドロキシメチル)-1-ピペラジニル]
 プロパンスルホン酸 …………… **213**
 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-
 プロペン酸 …………… **213**
 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-
 プロペン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液,
 薄層クロマトグラフィー用 …………… **213**
 ヒドロキシルアミン試液 …………… **213**
 ヒドロキシルアミン試液, アルカリ性 …………… **213**
 ヒドロキソコバラミン酢酸塩 …………… **877**
 ヒドロキノン …………… **213**
 ヒドロクロロチアジド …………… **878**
 ヒドロコタルニン塩酸塩 …………… **879**
 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 …………… **879**
 ヒドロコルチゾン …………… **213, 880**
 ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏 …………… **885**
 ヒドロコルチゾンコハク酸エステル …………… **880**
 ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム …………… **881**
 ヒドロコルチゾン酢酸エステル …………… **882**
 ヒドロコルチゾン酪酸エステル …………… **883**
 ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム …………… **884, 122**
 2-ビニルピリジン …………… **213**
 1-ビニル-2-ピロリドン …………… **213**
 ヒバコニチン, 純度試験用 …………… **213**
 比表面積測定法 …………… **62, 10**
 比表面積測定用 α -アルミナ …………… **249**
 2,2'-ビビリジル …………… **214**
 2-(4-ビフェニル)プロピオン酸 …………… **214**
 ビフォナゾール …………… **894**
 ビブメシリナム塩酸塩 …………… **886**
 ビブメシリナム塩酸塩錠 …………… **122**
 ヒプロメロース …………… **887, 123**
 ヒプロメロースフタル酸エステル …………… **888, 104, 123**
 ビベミド酸三水和物 …………… **889**
 ビベミド酸水和物 …………… **889, 123**
 ビベラシリン水和物 …………… **105**
 ビベラシリンナトリウム …………… **890**
 ビベラジンアジピン酸塩 …………… **892**
 ビベラジンリン酸塩 …………… **892**
 ビベラジンリン酸塩錠 …………… **893**
 ビベラジンリン酸塩水和物 …………… **892**
 ビベリデン塩酸塩 …………… **893**
 ヒペロシド, 薄層クロマトグラフィー用 …………… **34**
 ヒベンズ酸チベピジン …………… **726**
 ヒベンズ酸チベピジン, 定量用 …………… **214**
 ヒベンズ酸チベピジン錠 …………… **727, 90**
 ヒポキサンチン …………… **214**
 ビホナゾール …………… **894, 28**
 ヒマシ油 …………… **214, 894**
 ピマリシン …………… **895**
 非無菌医薬品の微生物学的品質特性 …………… **1645, 198**
 ヒメクロモン …………… **896**
 ピモジド …………… **124**

ピャクゴウ151
 百合151
 ピャクシ1257, 152
 白芷1257, 152
 ピャクジュツ1258, 152
 白朮1258, 152
 ピャクジュツ末1258, 152
 白朮末1258, 152
 氷酢酸214, 527
 氷酢酸, 非水滴定用214
 氷酢酸・硫酸試液214
 標準液133, 29
 標準品117, 24
 標準粒子, 光遮蔽型自動微粒子測定器校正用249
 標準粒子等248
 ピラジナミド897
 ピラゾール214
 ピラルピシン898
 ピランテルパモ酸塩899
 1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール215
 ピリジン215
 ピリジン・ギ酸緩衝液, 0.2 mol/L, pH 3.028
 ピリジン, 水分測定用215
 ピリジン, 無水215
 ピリジン・酢酸試液215
 ピリジン・ピラゾロン試液215
 ピリドキシン塩酸塩900
 ピリドキシン塩酸塩注射液900, 107
 ピリドスチグミン臭化物901
 ヒルスチン215
 ピレノキシシ902
 ピレンゼピン塩酸塩水和物902
 ピロ亜硫酸ナトリウム903
 ピロアンチモン酸カリウム215
 ピロアンチモン酸カリウム試液215
 ピロカルピン塩酸塩904
 ピロガロール215
 ピロキシカム905
 ピロキシリン905
 L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-p-
 ニトロアニリン塩酸塩215
 L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-p-
 ニトロアニリン塩酸塩試液215
 ピロ硫酸カリウム215
 ピロリン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 9.0215
 ピロリン酸塩緩衝液, pH 9.0215
 ピロリン酸カリウム215
 ピロール215
 ピロールニトリン906
 ピワヨウ1258
 枇杷葉1258
 ビンクリスチン硫酸塩907, 107
 ビンドロール908
 ビンブラスチン硫酸塩908
 ビンロウジ1259
 檳榔子1259

フ

ファモチジン910
 ファモチジン, 定量用215
 ファモチジン散911, 124
 ファモチジン錠911
 ファロベネムナトリウム913, 108
 ファロベネムナトリウム錠914, 109, 125
 ファロベネムナトリウム水和物913, 108
 フィトナジオン215, 915
 フィトメナジオン915
 フィブリノーゲン215
 ブイヨン, 普通215
 フェナセチン215
 フェナゾン316
 1,10-フェナントロリン-水和物215
 1,10-フェナントロリン試液216
 o-フェナントロリン215
 o-フェナントロリン試液216
 フェニトイン916
 フェニトイン, 定量用28
 フェニトイン散917, 125
 フェニトイン錠917, 126
 フェニルアラニン216
 L-フェニルアラニン918
 フェニルイソチオシアネート28
 フェニル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用248
 D-フェニルグリシン216
 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチル
 シリコンポリマー, ガスクロマトグラフィー用216
 フェニルシリル化シリカゲル,
 液体クロマトグラフィー用248
 フェニルヒドラジン216
 フェニルブタゾン918
 フェニルフルオロン216
 フェニルフルオロン・エタノール試液216
 35 % フェニル-メチルシリコンポリマー,
 ガスクロマトグラフィー用216
 50 % フェニル-メチルシリコンポリマー,
 ガスクロマトグラフィー用216
 65 % フェニル-メチルシリコンポリマー,
 ガスクロマトグラフィー用216
 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン216
 50 % フェニル-50 % メチルポリシロキサン,
 ガスクロマトグラフィー用216
 フェニレフリン塩酸塩919
 o-フェニレンジアミン216
 o-フェニレンジアミン二塩酸塩216
 フェネチシリンカリウム920
 フェノバルビタール921, 126
 フェノバルビタール, 定量用28
 フェノバルビタール散921
 フェノバルビタール散 10 %921, 127
 フェノバルビタールナトリウム216
 フェノール216, 922
 フェノール, 定量用216
 フェノール・亜鉛華リニメント923

- フェノール・ニトロプルシドナトリウム試液……………216
 フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸
 ナトリウム試液……………217
 フェノール塩酸試液……………216
 フェノール水……………923
p-フェノールスルホン酸ナトリウム……………216
 フェノールスルホンフタレイン……………924
 フェノールスルホンフタレイン, 定量用……………216
 フェノールスルホンフタレイン注射液……………925, 127
 フェノールフタレイン……………216
 フェノールフタレイン・チモールブルー試液……………217
 フェノールフタレイン試液……………216
 フェノールレッド……………217
 フェノールレッド試液……………217
 フェノールレッド試液, 希……………217
 プエラリン, 薄層クロマトグラフィー用……………217
 フェリシアン化カリウム……………217
 0.1 mol/L フェリシアン化カリウム液……………130
 0.05 mol/L フェリシアン化カリウム液……………130
 フェリシアン化カリウム試液……………217
 フェリシアン化カリウム試液, アルカリ性……………217
 フェーリング試液……………217
 フェーリング試液, でんぷん消化力試験用……………217
 フェルピナク……………110
 (*E*)-フェルラ酸……………217
 フェロシアン化カリウム……………217
 フェロシアン化カリウム試液……………217
 フェンタニルクエン酸塩……………925
 フェネル油……………1179
 フェンブフェン……………926
 フォリン試液……………217
 フォリン試液, 希……………217
 フクシン……………217
 フクシン・エタノール試液……………217
 フクシン亜硫酸試液……………217
 フクシン試液, 脱色……………217
 複方アクリノール・チンク油……………257
 複方オキシコドン・アトロピン注射液……………408
 複方オキシコドン注射液……………407
 複方サリチル酸精……………532
 複方サリチル酸メチル精……………535
 複方ジアスターゼ・重曹散……………543
 複方ダイオウ・センナ散……………1238
 複方チアントール・サリチル酸液……………719
 複方ヒコデノン注射液……………407
 複方ビタミン B 散……………869
 複方ヨード・グリセリン……………1116
 複方ロートエキス・ジアスターゼ散……………1282
 ブクモロール塩酸塩……………926
 ブクリョウ……………1259
 茯苓……………1259
 ブクリョウ末……………1259
 茯苓末……………1259
 ブシ……………1260, 152
 ブシ末……………1261, 153
 ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液, 純度試験用……………217
 フシジン酸ナトリウム……………927
 ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液, 成分含量測定用……………28
 ブシ用リン酸塩緩衝液……………217
 ブシラミン……………217, 928
 ブシラミン, 定量用……………34
 ブシラミン錠……………110
 ブスルファン……………928
 ブタ胆汁末, 薄層クロマトグラフィー用……………28
 1-ブタノール……………217
 2-ブタノール……………217
n-ブタノール……………218
 1-ブタノール, アンモニア飽和……………217
 ブタノール, イソ……………218
 ブタノール, 第三……………218
 ブタノール, 第二……………218
 2-ブタノン……………218
o-フタルアルデヒド……………218
 フタルイミド……………218
 フタル酸……………218
 フタル酸塩 pH 標準液……………134
 フタル酸ジエチル……………218
 フタル酸ジシクロヘキシル……………218
 フタル酸ジノニル……………218
 フタル酸ジフェニル……………218
 フタル酸ジ-*n*-ブチル……………218
 フタル酸ジメチル……………218
 フタル酸水素カリウム……………218
 フタル酸水素カリウム (標準試薬)……………218
 フタル酸水素カリウム, pH 測定用……………219
 フタル酸水素カリウム緩衝液, 0.3 mol/L, pH 4.6……………219
 フタル酸水素カリウム緩衝液, pH 3.5……………219
 フタル酸水素カリウム緩衝液, pH 4.6……………219
 フタル酸水素カリウム緩衝液, pH 5.6……………219
 フタル酸水素カリウム試液, 0.2 mol/L, 緩衝液用……………219
 フタル酸ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)……………28
 フタレインパープル……………219
n-ブチルアミン……………219
t-ブチルアルコール……………219
 ブチルスコボラミン臭化物……………929
n-ブチルボロン酸……………34
tert-ブチルメチルエーテル……………219
 ブチロラクトン……………219
 普通カンテン培地……………219
 普通カンテン培地, テセロイキン用……………219
 普通ブイヨン……………219
 フッ化水素酸……………219
 フッ化ナトリウム……………219
 フッ化ナトリウム (標準試薬)……………219
 フッ化ナトリウム試液……………219
 フッ素標準液……………134
 沸点測定法及び蒸留試験法……………57
 ブドウ酒……………930
 ブドウ糖……………219, 932
 ブドウ糖・ペプトン培地, 無菌試験用……………219
 ブドウ糖試液……………219
 ブドウ糖注射液……………932, 111
N-*t*-ブトキシカルボニル-L-グルタミン酸-
 α -フェニルエステル……………219

- ブトロピウム臭化物933
- ブナゾシン塩酸塩934
- ブファリン, 成分含量測定用219
- ブフェキサマク934
- ブフェキサマク, 定量用220
- ブフェキサマククリーム935
- ブフェキサマク軟膏935
- ブフェキサマク乳剤性軟膏935
- ブフェキサマック934
- ブフェキサマッククリーム935
- ブフェキサマック軟膏935
- ブフェトロール塩酸塩936
- ブブラノロール塩酸塩937
- ブプレノルフィン塩酸塩112
- ブホルミン塩酸塩112
- ブホルミン塩酸塩錠113
- ブホルミン塩酸塩腸溶錠114
- フマル酸, 薄層クロマトグラフィー用220
- フマル酸クレマスチン474
- フマル酸ケトチフェン509
- フマル酸ビソプロロール102
- フマル酸ビソプロロール, 定量用34
- フマル酸ビソプロロール錠103
- フマル酸フォルモテロール1047
- フマル酸ホルモテロール1047
- ブメタニド938
- 浮遊培養用培地220
- (±)-ブラエルプトリン A, 薄層クロマトグラフィー用34
- フラジオマイシン硫酸塩939
- ブラジキニン220
- プラスチック製医薬品容器1646
- プラスチック製医薬品容器試験法110, 17
- プラステロン硫酸エステルナトリウム940
- プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物940
- プラステロン硫酸ナトリウム940
- ブラゼパム941
- ブラゼパム, 定量用220
- ブラゼパム錠941
- ブラゾシン塩酸塩127
- ブラノプロフェン942
- ブラバスタチンナトリウム220, 943
- フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム944
- フラボキサート塩酸塩945
- ブリミドン946
- ブリリアントグリニ220
- ふるい249
- フルオキシメステロン947
- フルオシノニド948
- フルオシノロンアセトニド220, 949
- フルオレセイン220
- フルオレセインナトリウム220, 950
- フルオレセインナトリウム試液220
- 9-フルオレニルメチルクロロギ酸29
- 4-フルオロ安息香酸220
- フルオロウラシル950
- 1-フルオロ-2,4-ジニトロベンゼン221
- フルオロシリル化シリカゲル,
液体クロマトグラフィー用248
- 7-フルオロ-4-ニトロベンゾ-2-オキサ-1,3-ジアゾール29
- フルオロメトロン951
- フルジアゼパム952
- フルシトシン953
- ブルシン221
- ブルシン二水和物221
- フルスルチアミン塩酸塩954
- フルタミド129
- ブルーテトラゾリウム220
- ブルーテトラゾリウム試液, アルカリ性220
- フルトブラゼパム130
- フルトブラゼパム, 定量用29
- フルトブラゼパム錠130
- フルドロコルチゾン酢酸エステル131
- フルニトラゼパム955
- フルフェナジンエナンチオマー酸エステル955
- フルフラール221
- フルラゼパム956
- フルラゼパム, 定量用221
- フルラゼパム塩酸塩957
- フルラゼパムカプセル957
- ブルラナーゼ221
- ブルラナーゼ試液221
- ブルラン958
- フルルビプロフェン958
- ブレオマイシン塩酸塩960
- ブレオマイシン硫酸塩962
- ブレドニゾロン221, 963
- ブレドニゾロンコハク酸エステル965
- ブレドニゾロン酢酸エステル967
- ブレドニゾロン錠964
- ブレドニゾロンリン酸エステルナトリウム132
- ブレドニゾン221
- フロイント完全アジュバント221
- プロカインアミド塩酸塩969, 133
- プロカインアミド塩酸塩錠969, 134
- プロカインアミド塩酸塩注射液970, 135
- プロカイン塩酸塩968
- プロカイン塩酸塩注射液968
- プロカテロール塩酸塩970
- プロカテロール塩酸塩水和物970
- プロカルバジン塩酸塩971
- プログルミド972
- プロクロルペラジンマレイン酸塩972
- プロクロルペラジンマレイン酸塩錠973, 135
- プロゲステロン221, 974, 136
- プロゲステロン注射液974, 137
- プロスタグランジン A₁221
- プロスタグランジン E₁307
- プロスタグランジン E₁ α-シクロデキストリン包接化合物
.....308
- プロスタグランジン F_{2α}567
- フロセミド975
- フロセミド錠976
- フロセミド注射液137
- プロタミンインシュリン亜鉛水性懸濁注射液977
- プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液977
- プロタミン硫酸塩977, 115

- プロタミン硫酸塩注射液 **978, 116, 138**
 プロチオナミド **978**
 プロチレリン **979**
 プロチレリン酒石酸塩 **980**
 プロチレリン酒石酸塩水和物 **980**
 ブロッキング剤 **221**
 ブロック緩衝液 **221**
 V 8 プロテアーゼ **221**
 V 8 プロテアーゼ酵素試液 **221**
 プロテイン銀 **980**
 プロテイン銀液 **981**
 1-プロパノール **221**
 2-プロパノール **221**
n-プロパノール **221**
 プロパノール, イソ **221**
 2-プロパノール, 液体クロマトグラフィー用 **221**
 2-プロパノール, ビタミン A 定量用 **221**
 プロパフェノン塩酸塩 **138**
 プロパフェノン塩酸塩錠 **139**
 プロバンテリン臭化物 **981**
 プロピオン酸 **221**
 プロピオン酸エチル **221**
 プロピオン酸クロベタゾール **67**
 プロピオン酸ジョサマイシン **221, 588**
 プロピオン酸テストステロン **222, 744**
 プロピオン酸テストステロン注射液 **744**
 プロピオン酸ベクロメタゾン **222, 994**
 プロピフェナゾン **336**
 プロピルアミン, イソ **222**
 プロピルエーテル, イソ **222**
 プロピルチオウラシル **982**
 プロピルチオウラシル, 定量用 **222**
 プロピルチオウラシル錠 **982, 140**
 プロピレングリコール **222, 983**
 プロブコール **141**
 プロプラノロール塩酸塩 **983**
 プロプラノロール塩酸塩錠 **984**
 フロプロピオン **222, 985, 142**
 フロプロピオン, 定量用 **222**
 フロプロピオンカプセル **986**
 プロベネシド **222, 986**
 プロベネシド錠 **987, 143**
 プロマゼパム **988**
 ブロムクレゾールグリン **222**
 ブロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液 **222**
 ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・
 酢酸ナトリウム試液 **222**
 ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 **222**
 ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液 **222**
 ブロムクレゾールグリン試液 **222**
 ブロムクレゾールパープル **222**
 ブロムクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 **222**
 ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素カリウム・
 クエン酸試液 **222**
 ブロムクレゾールパープル試液 **222**
N-ブロムサクシンイミド **222**
N-ブロムサクシンイミド試液 **222**
 ブロムチモールブルー **222**
 ブロムチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 **222**
 ブロムチモールブルー試液 **222**
 ブロムフェノールブルー **222**
 ブロムフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 **222**
 ブロムフェノールブルー試液 **222**
 ブロムフェノールブルー試液, 希 **222**
 ブロムフェノールブルー試液, pH 7.0 **222**
 ブロムヘキシシン塩酸塩 **988**
 ブロムワレリル尿素 **222, 993**
 プロメタジン塩酸塩 **989**
 フロモキシセフナトリウム **990**
 プロモクリプチンメシル酸塩 **992**
 プロモクレゾールグリン **222**
 プロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 **222**
 プロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・
 エタノール試液 **222**
 プロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・
 酢酸ナトリウム試液 **222**
 プロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 **222**
 プロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 **222**
 プロモクレゾールグリン試液 **222**
 プロモクレゾールパープル **222**
 プロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 **222**
 プロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・
 クエン酸試液 **222**
 プロモクレゾールパープル試液 **222**
N-プロモスクシンイミド **222**
N-プロモスクシンイミド試液 **222**
 ブロモチモールブルー **222**
 ブロモチモールブルー・
 エタノール性水酸化ナトリウム試液 **34**
 ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 **223**
 ブロモチモールブルー試液 **222**
 ブロモバレリル尿素 **993**
 ブロモフェノールブルー **223**
 ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 **223**
 ブロモフェノールブルー試液 **223**
 ブロモフェノールブルー試液, 希 **223**
 ブロモフェノールブルー試液, pH 7.0 **223**
 0.05 % ブロモフェノールブルー試液 **223**
 L-プロリン **223**
 フロログシノール二水和物 **223**
 フロログシシン **223**
 フロログシシン二水和物 **223**
 分子量測定用低分子量ヘパリン **223**
 分子量測定用マーカーたん白質 **223**
 分子量マーカー, テセロイキン用 **223**
 分析法バリデーション **1647**
 粉体の細かさの表示法 **231**
 粉体の粒子密度測定法 **64, 12**
 粉体の流動性 **1650**
 分銅 **249**
 粉末 X 線回折測定法 **57**
 粉末セルロース **697, 100**
 噴霧試液用チモール **34**
 噴霧用塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液 **223**
 噴霧用希次硝酸ピスマス・ヨウ化カリウム試液 **223**
 噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 **223**

噴霧用 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 ……223
 噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液 ……34
 噴霧用ドラーゲンドルフ試液 ……223
 噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 ……223
 噴霧用 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 ……223
 噴霧用 4-メトキシベンズアルデヒド・
 硫酸・酢酸・エタノール試液 ……29
 分離ゲル, セルモロイキン用 ……223

へ

ペオニフロリン, 薄層クロマトグラフィー用 ……223
 ペオノール, 成分含量測定用 ……223
 ペオノール, 薄層クロマトグラフィー用 ……223
 ペカナマイシン硫酸塩 ……993
 ヘキサクロロ白金 (IV) 酸試液 ……223
 ヘキサクロロ白金 (IV) 酸六水和物 ……223
 ヘキサクロロ白金 (IV) 酸・ヨウ化カリウム試液 ……223
 ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 ……223
 ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム試液 ……223
 ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム ……223
 0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム液 ……130
 0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム液 ……131
 ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 ……224
 ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液, アルカリ性 ……224
 ヘキサシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用 ……248
 ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム ……224
 ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム試液 ……224
 ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム ……224
 ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム試液 ……224
 ヘキサミン ……224
 ヘキサメチレンテトラミン ……224
 ヘキサメチレンテトラミン試液 ……224
 ヘキサン ……224
 ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 ……224
n-ヘキサン, 液体クロマトグラフィー用 ……224
 ヘキサン, 吸収スペクトル用 ……224
n-ヘキサン, 吸収スペクトル用 ……224
 ヘキサン, 生薬純度試験用 ……224
 1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム ……224
 バクロメタゾンプロピオン酸エステル ……994
 バザフィブラート ……995
 バザフィブラート, 定量用 ……224
 バザフィブラート徐放錠 ……996
 ベシル酸アムロジピン ……40
 ベシル酸アムロジピン錠 ……42
 ヘスベリジン, 成分含量測定用 ……224
 ヘスベリジン, 薄層クロマトグラフィー用 ……225
 バタキソロール塩酸塩 ……143
 バタネコール塩化物 ……997
 バタヒスチンメシル酸塩 ……997, 116
 バタヒスチンメシル酸塩錠 ……998
 バタメサゾン ……1000
 バタメタゾン ……1000
 バタメタゾン錠 ……144
 バタメタゾン吉草酸エステル ……1002
 バタメタゾン吉草酸エステル・
 ゲンタマイシン硫酸塩クリーム ……1002

バタメタゾン吉草酸エステル・
 ゲンタマイシン硫酸塩軟膏 ……1004
 バタメタゾンジプロピオン酸エステル ……1005
 バタメタゾン錠 ……1000
 バタメタゾンリン酸エステルナトリウム ……1006
 ベチジン塩酸塩 ……1007
 ベチジン塩酸塩注射液 ……1008, 116
 ベンジピン塩酸塩 ……1008
 ベンジピン塩酸塩錠 ……1009
 ベニシリン G カリウム ……1022
 ベニバナ ……1207
 ヘパリンカルシウム ……144
 ヘパリンナトリウム ……225, 1011, 146
 ヘパリンナトリウム注射液 ……1012
 ペブシン, 含糖 ……225
 ヘプタン ……225
 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム ……225
 ペプチドマップ法 ……1652
 ペプトン ……225
 ペプトン, カゼイン製 ……225
 ペプトン, ゼラチン製 ……225
 ペプトン, ダイズ製 ……225
 ペプトン, 肉製 ……225
 ペプロマイシン硫酸塩 ……1012
 ヘベス緩衝液, pH 7.5 ……225
 ベヘン酸メチル ……225
 ヘマトキシリン ……225
 ヘマトキシリン試液 ……225
 ベラドンナエキス ……1263, 154
 ベラドンナコン ……1262
 ベラドンナ根 ……1262
 ベラパミル塩酸塩 ……1014
 ベラパミル塩酸塩錠 ……1014
 ヘリウム ……225
 ベリルアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用 ……29
 ベリルアルデヒド, 成分含量測定用 ……29
 ベルオキシダーゼ ……225
 ベルオキシダーゼ測定用基質液 ……225
 ベルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来
 たん白質抗体 Fab' 試液 ……225
 ベルオキシダーゼ標識抗体原液 ……226
 ベルオキシダーゼ標識ブラジキニン ……226
 ベルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液 ……226
 ベルオキソ二硫酸アンモニウム ……226
 10 % ベルオキソ二硫酸アンモニウム試液 ……226
 ベルオキソ二硫酸カリウム ……226
 ベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用 ……226, 18
 ベルフェナジン ……1015
 ベルフェナジン錠 ……1016
 ベルフェナジンマレイン酸塩 ……1016
 ベルフェナジンマレイン酸塩錠 ……1017
 ベルベリン塩化物 ……1018
 ベルベリン塩化物水和物 ……1018
 ベンザルコニウム塩化物 ……1019
 ベンザルコニウム塩化物液 ……1020
 ベンザルフタリド ……226
 ベンジルアルコール ……226, 1020
p-ベンジルフエノール ……226

ベンジルペニシリンカリウム ……226, **1022**
 ベンジルペニシリンベンザチン ……226, **1023**
 ベンジルペニシリンベンザチン水和物 ……**1023**
 ヘンズ ……**1264**
 扁豆 ……**1264**
 ベンズアルデヒド ……226
 ベンズ[a]アントラセン ……**29**
 ベンズプロマロン ……**1024**
 ベンゼトニウム塩化物 ……**1025**
 ベンゼトニウム塩化物液 ……**1026**
 ベンセラジド塩酸塩 ……**1026**
 ベンゼン ……226
N- α -ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩 ……226
N- α -ベンゾイル-L-アルギニンエチル試液 ……226
N- α -ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド塩酸塩
 ……226
N- α -ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液 ……226
N-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル(*p*-OR)-
 グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリド塩酸塩 ……226
 ベンゾイン ……226
 ベンゾカイン ……**293**
p-ベンゾキノン ……226
p-ベンゾキノン試液 ……227
 ベンゾ[a]ピレン ……**29**
 ベンゾフェノン ……227
 ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコール
 ポリマービーズ, 液体クロマトグラフィー用 ……248
 ペンタシアノアンミン鉄(II)酸ナトリウム *n* 水和物 ……227
 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・
 ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液 ……227
 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液 ……227
 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 ……227
 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・
 ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液, 希 ……**34**
 ペンタゾシン ……**1027**
 ペンタン ……227
 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム ……227
 ペントキシペリクエン酸塩 ……**1027**
 ペントナイト ……**1028**
 ペントバルビタールカルシウム ……**1029**
 ペンプトロール硫酸塩 ……**1030**
 変法チオグリコール酸培地 ……227

ホ

ポウイ ……**1264**
 防已 ……**1264**
 崩壊試験第1液 ……227
 崩壊試験第2液 ……227
 崩壊試験法 ……**104**
 芳香水剤 ……**15**
 ポウコン ……**1264, 154**
 茅根 ……**1264, 154**
 ホウ酸 ……227, **1030**
 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液,
 緩衝液用 ……227
 ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液,
 pH 9.0 ……227

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液,
 pH 9.2 ……227
 ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液,
 pH 9.6 ……227
 ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液,
 pH 10.0 ……227
 ホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液, pH 9.0 ……**30**
 ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液, pH 8.4 ……227
 ホウ酸・メタノール緩衝液 ……227
 ホウ酸塩・塩酸緩衝液, pH 9.0 ……227
 ホウ酸塩 pH 標準液 ……**134**
 ホウ酸ナトリウム ……227
 ホウ酸ナトリウム, pH 測定用 ……227
 ホウ砂 ……227, **1031**
 抱水クロラル ……227, **1031**
 抱水クロラル試液 ……227
 抱水ヒドラジン ……227
 ホウ素標準液 ……**134**
 ボウフウ ……**1264, 154, 176**
 防風 ……**1264, 154**
 ボクソク ……**177**
 檳榔 ……**177**
 飽和ヨウ化カリウム試液 ……227
 ボグリボース ……**1032**
 ボグリボース, 定量用 ……227
 ボグリボース錠 ……**1033**
 ホスゲン紙 ……248
 ホスファターゼ, アルカリ性 ……**30**
 ホスファターゼ試液, アルカリ性 ……**30**
 ホスフィン酸 ……227
 ホスフェストロール ……**1034, 117**
 ホスフェストロール錠 ……**1035, 117**
 ホスホマイシンカルシウム ……**1035**
 ホスホマイシンカルシウム水和物 ……**1035**
 ホスホマイシンナトリウム ……**1036**
 保存効力試験法 ……**1655**
 ボタンビ ……**1265**
 牡丹皮 ……**1265**
 ボタンビ末 ……**1265**
 牡丹皮末 ……**1265**
 補中益気湯エキス ……**1266, 154, 177**
 ポテトエキス ……227
 ホノキオール ……227
 ポピドン ……**1038**
 ポピドンヨード ……**1040**
 ホマトロピン臭化水素酸塩 ……**1040**
 ホミカ ……**1269**
 ホミカエキス ……**1270, 157**
 ホミカエキス散 ……**1270**
 ホミカチンキ ……**1271**
 ホモクロロシクリジン塩酸塩 ……**1041**
 ポリアクリル酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 ……**34**
 ポリアミド, カラムクロマトグラフィー用 ……248
 ポリアミド, 薄層クロマトグラフィー用 ……248
 ポリアミド, 薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り) ……248
 ポリアルキレングリコール, ガスクロマトグラフィー用 ……227
 ポリアルキレングリコールモノエーテル,
 ガスクロマトグラフィー用 ……227

ポリエチレングリコールエステル化物,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール 4001050
 ポリエチレングリコール 400,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール 600,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール 15001051
 ポリエチレングリコール 40001051
 ポリエチレングリコール 60001052
 ポリエチレングリコール 6000,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール 1500,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール 15000-ジエポキシド,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール 200001052
 ポリエチレングリコール 20 M,
 ガスクロマトグラフィー用228
 ポリエチレングリコール軟膏1053
 ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート,
 ガスクロマトグラフィー用30
 ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル228
 ポリオキシエチレン (40) オクチルフェニルエーテル228
 ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60228
 ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル1120
 ポリオキシシル 40 モノステアリン酸エステル605
 ポリスチレンスルホン酸カルシウム1042
 ポリスチレンスルホン酸ナトリウム1043
 ポリソルベート 20228
 ポリソルベート 80228, 1044
 ホリナートカルシウム1045, 117
 ポリピドン1038
 ポリビニルアルコール228
 ポリビニルアルコール I228
 ポリビニルアルコール II229
 ポリビニルアルコール試液229
 ポリビニルピロリドン1038
 ポリミキシン B 硫酸塩1046
 ポリメチルシロキサン, ガスクロマトグラフィー用30
 ホリン酸カルシウム1045, 117
 ホルマリン229, 1046
 ホルマリン・硫酸試液229
 ホルマリン試液229
 ホルマリン水1047
 2-ホルミル安息香酸229
 ホルムアミド229
 ホルムアミド, 水分測定用229
 ホルムアルデヒド液229
 ホルムアルデヒド液・硫酸試液229
 ホルムアルデヒド液試液229
 ホルモテロールフマル酸塩1047
 ホルモテロールフマル酸塩水和物1047
 ボレイ1271
 牡蛎1271
 ボレイ末1272
 牡蛎末1272

マ

マイクロプレート229
 マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液229
 マイトマイシン C1048
 前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル229
 前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル229
 マオウ1272
 麻黄1272
 マーカーたん白質, セルモロイキン分子量測定用229
 マーキュロクロム1049
 マーキュロクロム液1050
 マグネシア試液229
 マグネシウム229
 マグネシウム標準原液29
 マグネシウム標準液, 原子吸光度用29
 マグネシウム粉末229
 マグネシウム末229
 マグネソン229
 マグネソン試液230
 マグノロール, 成分含量測定用230, 30
 マグノロール, 薄層クロマトグラフィー用34
 マクリ1273
 マクロゴール 4001050
 マクロゴール 600230
 マクロゴール 15001051
 マクロゴール 40001051
 マクロゴール 60001052
 マクロゴール 200001052
 マクロゴール軟膏1053
 マシニン1273
 麻子仁1273
 麻酔用エーテル230, 377
 マンジピン塩酸塩119
 マンジピン塩酸塩錠120
 マプロチリン塩酸塩1053
 マラカイトグリーン230
 マラカイトグリーンシュウ酸塩230
 マルトース230, 1054
 マルトース水和物230, 1054
 4-(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸-N-
 ヒドロキシコハク酸イミドエステル230
 マレイン酸230
 マレイン酸イルソグラジン30, 53
 マレイン酸イルソグラジン細粒53
 マレイン酸イルソグラジン錠54
 マレイン酸イルソグラジン, 定量用30
 マレイン酸エナブラプリル34, 58
 マレイン酸エナブラプリル錠59
 マレイン酸エルゴメトリン396
 マレイン酸エルゴメトリン錠396
 マレイン酸エルゴメトリン注射液397
 マレイン酸クロルフェニラミン230, 493
 d-マレイン酸クロルフェニラミン497
 マレイン酸クロルフェニラミン散494
 マレイン酸クロルフェニラミン錠495
 マレイン酸クロルフェニラミン注射液496

マレイン酸チモロール729
 マレイン酸トリメプチン793
 マレイン酸プロクロルペラジン972
 マレイン酸プロクロルペラジン錠973
 マレイン酸ベルフェナジン1016
 マレイン酸ベルフェナジン, 定量用230
 マレイン酸ベルフェナジン錠1017
 マレイン酸メチルエルゴメトリン1073
 マレイン酸メチルエルゴメトリン, 定量用230
 マレイン酸メチルエルゴメトリン錠1074
 マレイン酸レボメプロマジン1161
 マロン酸ジメチル230
 D-マンニット1055
 D-マンニット注射液1056, 121
 D-マンニトール230, 1055
 D-マンニトール注射液1056, 121
 D-マンノース230

ミ

ミオグロビン230
 ミグレニン1056
 ミクロノマイシン硫酸塩1057
 ミコナゾール1058
 ミコナゾール硝酸塩1058
 水・メタノール標準液134
 ミゾリピン121
 ミゾリピン錠122
 ミツロウ230, 1059
 ミデカマイシン1060
 ミデカマイシン酢酸エステル1060
 ミノサイクリン塩酸塩1061
 ミノサイクリン塩酸塩錠146
 ミョウバン1145
 ミョウバン水1062
 ミリスチシン, 薄層クロマトグラフィー用30
 ミリスチン酸イソプロピル230
 ミリスチン酸イソプロピル, 無菌試験用230

ム

無アルデヒドエタノール230
 無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法1657
 無菌試験法85
 無菌試験用チオグリコール酸培地 I230
 無菌試験用チオグリコール酸培地 II230
 無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地230
 無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル231
 無晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液351
 無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液351
 無水アミノベンジルペニシリン316
 無水亜硫酸ナトリウム231, 303
 無水アルコール367
 無水アンピシリン316
 無水エタノール231, 367
 無水エーテル231
 無水塩化第二鉄・ピリジン試液231
 無水塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液231

無水カフェイン231, 424
 無水クエン酸457
 無水コハク酸231
 無水酢酸231
 無水酢酸・ピリジン試液231
 無水酢酸ナトリウム231
 無水ジエチルエーテル231
 無水第二リン酸カルシウム1149, 128
 無水炭酸カリウム231
 無水炭酸ナトリウム231
 無水トリフルオロ酢酸, ガスクロマトグラフィー用231
 無水乳糖231, 823, 100, 116
 無水ヒドラジン, アミノ酸分析用231
 無水ピリジン231
 無水フタル酸231
 無水メタノール231
 無水硫酸銅231
 無水硫酸ナトリウム231
 無水リン酸一水素ナトリウム231
 無水リン酸一水素ナトリウム, pH 測定用231
 無水リン酸水素カルシウム1149, 128
 無水リン酸水素二ナトリウム231
 無水リン酸二水素ナトリウム231
 無ヒ素亜鉛231
 ムピロシカルシウム水和物1063
 ムピロシカルシウム 水和物1063
 ムレキシド231
 ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬231

メ

メキシレチン塩酸塩1064
 メクタジン1065
 メグルミン231, 1065
 メクロフェノキサート塩酸塩1066
 メコバラミン1067
 メサコニチン, 純度試験用231
 メシル酸ガベキサート426, 64
 メシル酸カモスタット428, 65
 メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン,
 薄層クロマトグラフィー用232
 メシル酸ジヒドロエルゴタミン568
 メシル酸ジヒドロエルゴトキシシン569
 メシル酸デフェロキサミン756, 91
 メシル酸ドキサゾシン107
 メシル酸ナファモスタット95
 メシル酸プロモクリプチン992
 メシル酸ベタヒスチン232, 997, 116
 メシル酸ベタヒスチン, 定量用232
 メシル酸ベタヒスチン錠998
 メストラノール1068
 メタクレゾールパープル232
 メタクレゾールパープル試液232
 メタ重亜硫酸ナトリウム232, 903
 メタ重亜硫酸ナトリウム試液232
 メダゼパム1068, 124
 メタニルイエロー232
 メタニルイエロー試液232

- メタノール232
メタノール, 液体クロマトグラフィー用232
メタノール, 水分測定用232
メタノール, 精製232
メタノール, 無水232
メタノール試験法29
メタノール標準液134
メタノール不含エタノール232
メタノール不含エタノール (95)232
メタリン酸232
メタリン酸・酢酸試液232
メタンスルホン酸232
メタンスルホン酸カリウム232
メタンスルホン酸試液232
メタンスルホン酸試液, 0.1 mol/L232
メタンフェタミン塩酸塩1069
メチオニン232
L-メチオニン1070
メチ克蘭1070
メチラボン1071
2-メチルアミノピリジン232
メチルイエロー232
メチルイエロー試液232
メチルイソブチルケトン232
メチルエチルケトン232
dl-メチルエフェドリン塩酸塩1072
dl-メチルエフェドリン塩酸塩散 10 %1073
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩1073
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠1074
メチルエロー232
メチルエロー試液233
メチルオレンジ233
メチルオレンジ・キシレンシアノール FF 試液233
メチルオレンジ・ホウ酸試液233
メチルオレンジ試液233
メチルクロロフェニルイソキサゾリル
ベニシリンナトリウム476
メチルジクロロフェニルイソキサゾリル
ベニシリンナトリウム550
メチルジゴキシン1075
メチルシリコンポリマー, ガスクロマトグラフィー用233
メチルセルロース1076, 148
メチルセロソルブ233
メチルチモールブルー233
メチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬233
メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬233
メチルテストステロン233, 1078
メチルテストステロン錠1079
1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオラートナトリウム233
1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール233
1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール,
液体クロマトグラフィー用233
メチルドバ233, 1079
メチルドバ, 定量用233
メチルドバ水和物1079
メチルドバ錠1080, 124
2-メチル-5-ニトロイミダゾール,
薄層クロマトグラフィー用233
N-メチルピロリジン233
3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン233
3-メチル-1-ブタノール233
メチルブレドニゾロン233, 1081
メチルブレドニゾロンコハク酸エステル1081
2-メチル-1-プロパノール233
メチルベンナクチウム臭化物1082
D-(+)- α -メチルベンジルアミン233
4-メチル-2-ペンタノン234
4-メチルペンタン-2-オール234
3-*O*-メチルメチルドバ, 薄層クロマトグラフィー用234
メチル硫酸ネオスチグミン827
メチル硫酸ネオスチグミン注射液828, 100
メチルレッド234
メチルレッド・メチレンブルー試液234
メチルレッド試液234
メチルレッド試液, 希234
メチルレッド試液, 酸又はアルカリ試験用234
メチルロザニリン塩化物1083
N, N'-メチレンビスアクリルアミド234
メチレンブルー234
メチレンブルー・過塩素酸カリウム試液234
メチレンブルー・硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液234
メチレンブルー試液234
滅菌精製水234, 595
滅菌法及び無菌操作法並びに超ろ過法117
メテノロンエナント酸エステル1084
メテノロンエナント酸エステル注射液1084
メテノロン酢酸エステル1085
メトキサレン1085
2-メトキシエタノール234
(*E*)-2-メトキシシナナムアルデヒド,
薄層クロマトグラフィー用30
1-メトキシ-2-プロパノール234
4-メトキシベンズアルデヒド234
4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液234
4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液,
噴霧用30
4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液234
2-メトキシ-4-メチルフェノール30
メトクロプラミド1086
メトクロプラミド, 定量用234
メトクロプラミド錠1087
メトトレキサート1087
メトプロロール酒石酸塩1088
メトプロロール酒石酸塩錠1089
メトホルミン塩酸塩1090
メトホルミン塩酸塩錠1090
メトロニダゾール234, 1091
メトロニダゾール, 定量用234
メトロニダゾール錠1092
メナテトレン1092
メピチオスタン1094
メピバカイン塩酸塩1095
メピバカイン塩酸塩注射液1095, 148
メピリゾール383
メフェナム酸1096
メフルシド1097

メフルシド, 定量用235
 メフルシド錠1097, 125
 メフロキン塩酸塩1098
 メベンゾラート臭化物1099
 メベンダゾール31
 2-メルカプトエタノール235
 メルカプトエタンスルホン酸31
 メルカプト酢酸235
 メルカプトプリン235, 1099
 メルカプトプリン水和物1099
 メルファラン1100
 メルプロミン1049
 メルプロミン液1050
 メロベネム 三水和物1101
 メロベネム水和物1101
 綿実油235
 メントール235
 dl-メントール1101
 l-メントール1102
 l-メントール, 定量用235

モ

木クレオソート67, 73
 モクツウ1273
 木通1273
 モサプリドクエン酸塩錠150
 モサプリドクエン酸塩水和物149
 モッコウ1274, 157
 木香1274, 157
 没食子酸235
 没食子酸一水和物235
 モノエタノールアミン235
 モノステアリン酸アルミニウム1102
 モノステアリン酸グリセリン1103
 モヒアト注射液1105
 モリブデン酸アンモニウム235
 モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液235
 モリブデン酸アンモニウム試液235
 モリブデン酸ナトリウム235
 モリブデン(VI)酸二ナトリウム二水和物235
 モルヒネ・アトロピン注射液1105
 モルヒネ塩酸塩1103
 モルヒネ塩酸塩錠1104, 125, 151
 モルヒネ塩酸塩水和物1103
 モルヒネ塩酸塩注射液1105, 152
 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸236
 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液,
 0.02 mol/L, pH 7.0236
 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液,
 0.02 mol/L, pH 8.0236
 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液,
 0.1 mol/L, pH 7.0236

ヤ

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体236
 ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体試液236

焼ミョウバン1144
 ヤクチ1274
 益智1274
 ヤクモソウ157
 益母草157
 薬用石ケン1106
 薬用炭1107
 ヤシ油1107
 椰子油1107

ユ

有機体炭素試験法58
 ユウタン1274, 177
 熊胆1274
 融点測定法59
 輸液用ゴム栓試験法115
 ユーカリ油1108
 輸血用クエン酸ナトリウム注射液459, 65
 油脂試験法29
 ユビキノロン-9236
 ユビデカレノン1108

ヨ

ヨウ化亜鉛デンブン紙248
 ヨウ化亜鉛デンブン試液236
 溶解アセチレン236
 ヨウ化イソプロピル, 定量用236
 ヨウ化エコチオパート359
 ヨウ化エコチオフェイト359
 ヨウ化エチル236
 ヨウ化オキサピウム405
 ヨウ化カリウム236, 1109
 ヨウ化カリウム, 定量用236
 ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液236
 ヨウ化カリウム試液236
 ヨウ化カリウム試液, 濃236
 ヨウ化カリウム試液, 飽和236
 ヨウ化カリウムデンブン紙248
 ヨウ化カリウムデンブン試液236
 ヨウ化水素酸236
 ヨウ化ナトリウム1110
 ヨウ化ナトリウム (¹²⁵I) カプセル1110
 ヨウ化ナトリウム (¹³¹I) カプセル1110
 ヨウ化ナトリウム (¹³¹I) 液1110
 ヨウ化ビスマスカリウム試液236
 ヨウ化人血清アルブミン (¹³¹I) 注射液1111
 ヨウ化ヒプル酸ナトリウム (¹³¹I) 注射液1111
 ヨウ化メチル236
 ヨウ化メチル, 定量用236
 用器249
 陽極液 A, 水分測定用31
 葉酸236, 1111
 葉酸錠1112, 125
 葉酸注射液1112, 126
 溶出試験第 1 液236
 溶出試験第 2 液236

| | |
|------------------------------|-----------|
| 溶出試験法 | 105, 23 |
| 溶性デンプン | 236 |
| 溶性デンプン試液 | 236 |
| ヨウ素 | 237, 1112 |
| ヨウ素, 定量用 | 237 |
| ヨウ素・デンプン試液 | 237 |
| 0.05 mol/L ヨウ素液 | 131 |
| 0.01 mol/L ヨウ素液 | 131 |
| 0.005 mol/L ヨウ素液 | 131 |
| 0.002 mol/L ヨウ素液 | 131 |
| ヨウ素酸カリウム | 237 |
| ヨウ素酸カリウム (標準試薬) | 237 |
| 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 | 131 |
| 1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液 | 131 |
| 1/1200 mol/L ヨウ素酸カリウム液 | 131 |
| ヨウ素酸カリウムデンプン紙 | 248 |
| ヨウ素試液 | 237 |
| ヨウ素試液, 0.0002 mol/L | 237 |
| ヨウ素試液, 0.5 mol/L | 237 |
| ヨウ素試液, 希 | 237 |
| 容量分析用標準液 | 122, 29 |
| 容量分析用硫酸亜鉛 | 237 |
| ヨクイニン | 1274 |
| 薏苡仁 | 1274 |
| ヨクイニン末 | 1275 |
| 薏苡仁末 | 1275 |
| ヨーダミド | 1113 |
| ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液 | 1114 |
| ヨード・サリチル酸・フェノール精 | 1117 |
| 5-ヨードウラシル, 液体クロマトグラフィー用 | 237 |
| ヨードエタン | 237 |
| ヨードチンキ | 1114 |
| ヨードホルム | 1119 |
| ヨードメタン | 237 |
| ヨードメタン, 定量用 | 237 |
| 四シュウ酸カリウム, pH 測定用 | 237 |
| 四フッ化エチレンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 | 248 |
| 四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液, pH 8.0 | 237 |
| 四ホウ酸ナトリウム十水和物 | 237 |
| 四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH 測定用 | 237 |
| 四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 | 31 |

ラ

| | |
|-------------------------|-----------|
| ライセート試液 | 237 |
| ライセート試薬 | 237 |
| ライネッケ塩 | 237 |
| ライネッケ塩一水和物 | 237 |
| ライネッケ塩試液 | 237 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 237, 1119 |
| 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 | 131 |
| ラウリル硫酸ナトリウム試液 | 237 |
| ラウリル硫酸ナトリウム試液, 0.2 % | 237 |
| ラウロマクロゴール | 237, 1120 |
| 酪酸ヒドロコルチゾン | 883 |
| 酪酸リボフラビン | 1140 |
| ラクツロース | 1120 |
| α -ラクトアルブミン | 237 |

| | |
|---------------------|-----------|
| β -ラクトグロブリン | 237 |
| ラクトビオン酸 | 237 |
| ラクトビオン酸エリスロマイシン | 391 |
| ラタモキセフナトリウム | 1121 |
| ラッカセイ油 | 237, 1122 |
| 落花生油 | 1122 |
| ラナトシド C | 1123 |
| ラナトシド C 錠 | 1123 |
| ラニチジン塩酸塩 | 1124 |
| ラニチジンジアミン | 238 |
| ラニーニッケル, 触媒用 | 237 |
| ラベタロール塩酸塩 | 126 |
| ラベタロール塩酸塩錠 | 127 |
| L-ラムノース一水和物 | 238 |
| LAL 試液 | 238 |
| LAL 試薬 | 238 |
| ランタン-アリザリンコンプレキソン試液 | 238 |

リ

| | |
|---------------------------|-----------|
| リオチロニンナトリウム | 238, 1127 |
| リオチロニンナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用 | 238 |
| リオチロニンナトリウム錠 | 1128 |
| 力価測定用培地, テセロイキン用 | 238 |
| リクイリチン, 薄層クロマトグラフィー用 | 238 |
| (Z)-リグスチリド, 薄層クロマトグラフィー用 | 238 |
| リシノブリン | 238, 1129 |
| リシノブリン, 定量用 | 238 |
| リシノブリン錠 | 1130 |
| リシノブリン水和物 | 1129 |
| リジルエンドペプチダーゼ | 238 |
| L-リジン塩酸塩 | 1131 |
| L-リジン酢酸塩 | 152 |
| L-リジン酢酸塩 | 152 |
| リゾチーム塩酸塩 | 1132 |
| リドカイン | 1132 |
| リドカイン, 定量用 | 238 |
| リドカイン注射液 | 1133, 153 |
| リトコール酸, 薄層クロマトグラフィー用 | 238 |
| リトドリン塩酸塩 | 1134 |
| リトドリン塩酸塩錠 | 1135 |
| リトマス紙, 青色 | 248 |
| リトマス紙, 赤色 | 248 |
| リニメント剤 | 15 |
| リファンピシシン | 1136 |
| リファンピシシンカプセル | 1137 |
| リボスタマイシン硫酸塩 | 1138 |
| リボフラビン | 238, 1139 |
| リボフラビン散 | 1140 |
| リボフラビン酪酸エステル | 1140 |
| リボフラビンリン酸エステルナトリウム | 1141 |
| リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液 | 1142, 128 |
| リマプロスト アルファデクス | 1143 |
| リマプロストアルファデクス | 1143 |
| リモナーデ剤 | 15 |
| リモネン | 238 |
| 流エキス剤 | 15, 7 |
| 硫化アンモニウム試液 | 239 |

- 硫化水素239
 硫化水素試液239
 硫化鉄239
 硫化鉄 (II)239
 硫化ナトリウム239
 硫化ナトリウム九水和物239
 硫化ナトリウム試液239
 リュウガンニク177
 竜眼肉177
 リュウコツ1275, 178
 竜骨1275
 硫酸239
 0.5 mol/L 硫酸131
 0.25 mol/L 硫酸131
 0.1 mol/L 硫酸132
 0.05 mol/L 硫酸132
 0.025 mol/L 硫酸132
 0.01 mol/L 硫酸132
 0.005 mol/L 硫酸132
 0.0005 mol/L 硫酸132
 硫酸, 希239
 硫酸, 精製239
 硫酸, 発煙239
 硫酸, 硫酸呈色物用239
 硫酸・エタノール試液239
 硫酸・水酸化ナトリウム試液240
 硫酸・ヘキサン・メタノール試液240
 硫酸・メタノール試液240
 硫酸・メタノール試液, 0.05 mol/L240
 硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液241
 硫酸亜鉛239, 1144
 硫酸亜鉛, 容量分析用239
 0.02 mol/L 硫酸亜鉛液29
 0.1 mol/L 硫酸亜鉛液132
 硫酸亜鉛試液239
 硫酸亜鉛水和物1144, 153
 硫酸亜鉛点眼液1144
 硫酸亜鉛七水和物239
 硫酸アストロマイシン265
 硫酸アトロピン239, 278
 硫酸アトロピン, 定量用239
 硫酸アトロピン, 薄層クロマトグラフィー用239
 硫酸アトロピン注射液279
 硫酸アマカシン288
 硫酸アマカシン注射液39
 硫酸 4-アミノ-N,N-ジエチルアニリン239
 硫酸 4-アミノ-N,N-ジエチルアニリン試液239
 硫酸アルベカシン310
 硫酸アルベカシン注射液311
 硫酸アルミニウムカリウム239, 1145
 硫酸アルミニウムカリウム水和物1145
 硫酸アンモニウム239
 硫酸アンモニウム緩衝液239
 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液132
 0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液132
 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物239
 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (III) 液132
 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液239
 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, 希239
 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, 酸性239
 硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物239
 硫酸イセパマイシン329
 硫酸イセパマイシン注射液48
 硫酸塩試験法31
 硫酸エンピオマイシン402
 硫酸オルシブレナリン418
 硫酸カナマイシン239, 423
 硫酸カリウム239, 1145
 硫酸カリウムアルミニウム十二水和物239
 硫酸カリウム試液239
 硫酸キニジン239, 449
 硫酸キニーネ239, 452
 硫酸グアネチジン455
 硫酸ゲンタマイシン512
 硫酸ゲンタマイシン点眼液79
 硫酸コリスチン521
 硫酸サルブタモール537
 硫酸試液239
 硫酸試液, 0.05 mol/L240
 硫酸試液, 0.25 mol/L240
 硫酸試液, 0.5 mol/L240
 硫酸試液, 1 mol/L34
 硫酸試液, 2 mol/L240
 硫酸試液, 5 mol/L35
 硫酸シソマイシン562
 硫酸ジベカシン240, 578
 硫酸ジベカシン点眼液87
 硫酸水素カリウム240
 硫酸水素テトラブチルアンモニウム240
 硫酸ストレプトマイシン605
 硫酸セフピロム676
 硫酸セリウム (IV) 四水和物240
 硫酸第一鉄240
 硫酸第一鉄アンモニウム240
 0.1 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液132
 0.02 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液132
 硫酸第一鉄試液240
 硫酸第二セリウムアンモニウム240
 硫酸第二セリウムアンモニウム・リン酸試液240
 0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液132
 0.01 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液132
 硫酸第二セリウムアンモニウム試液240
 硫酸第二鉄240
 硫酸第二鉄アンモニウム240
 0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液132
 硫酸第二鉄アンモニウム試液240
 硫酸第二鉄アンモニウム試液, 希240
 硫酸第二鉄試液240
 硫酸呈色物試験法31
 硫酸呈色物用硫酸240
 硫酸鉄1146
 硫酸鉄 (II) 試液240
 硫酸鉄 (II) 七水和物240
 硫酸鉄 (III) *n* 水和物240
 硫酸鉄 (III) 試液240
 硫酸鉄水和物1146

- 硫酸テルブタリン758
 硫酸銅240
 硫酸銅, 無水240
 硫酸銅・ピリジン試液240
 硫酸銅試液240
 硫酸銅試液, アルカリ性240
 硫酸銅 (Ⅱ)240
 硫酸銅 (Ⅱ)・ピリジン試液240
 硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物240
 硫酸銅 (Ⅱ) 試液240
 硫酸銅 (Ⅱ) 試液, アルカリ性240
 硫酸銅の色の比較原液135
 硫酸銅 (Ⅱ) の色の比較原液135
 硫酸ナトリウム240
 硫酸ナトリウム, 無水240
 硫酸ナトリウム十水和物240
 硫酸ニッケルアンモニウム240
 硫酸ニッケル (Ⅱ) アンモニウム六水和物240
 硫酸ネオマイシン939
 硫酸ネチルマイシン829
 硫酸パメタン240, 846
 硫酸バリウム1146
 硫酸ヒドラジニウム240
 硫酸ヒドラジニウム試液240
 硫酸ヒドラジン240
 硫酸ビンクリスチン240, 907, 107
 硫酸ビンブラスチン240, 908
 硫酸フラジオマイシン939
 硫酸プレオマイシン962
 硫酸プロタミン977, 115
 硫酸プロタミン注射液978, 116
 硫酸ベカナマイシン240, 993
 硫酸ベタニジン, 定量用240
 硫酸ペプロマイシン1012
 硫酸ベンブトロール1030
 硫酸ポリミキシン B1046
 硫酸マグネシウム240, 1147
 硫酸マグネシウム試液240
 硫酸マグネシウム水1147
 硫酸マグネシウム水和物1147
 硫酸マグネシウム注射液1147, 128
 硫酸マグネシウム七水和物240
 硫酸ミクロノマイシン1057
 硫酸 4-メチルアミノフェノール240
 硫酸 p-メチルアミノフェノール240
 硫酸 4-メチルアミノフェノール試液241
 硫酸 p-メチルアミノフェノール試液241
 硫酸四アンモニウムセリウム (Ⅳ)・リン酸試液241
 0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (Ⅳ) 液132
 0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (Ⅳ) 液133
 硫酸四アンモニウムセリウム (Ⅳ) 試液241
 硫酸四アンモニウムセリウム (Ⅳ) 二水和物241
 硫酸リチウム241
 硫酸リチウム一水和物241
 硫酸リボスタマイシン1138
 粒子密度測定用校正球249
 リュウタン1275, 158
 竜胆1275, 158
 リュウタン末1276, 158
 竜胆末1276, 158
 流動パラフィン241, 851
 粒度測定法64, 13
 リョウキョウ1276, 158
 良姜1276, 158
 荅桂朮甘湯エキス1276, 158
 両性担体液, pH 3 ~ 10 用241
 両性担体液, pH 6 ~ 9 用241
 両性担体液, pH 8 ~ 10.5 用241
 リンゲル液1148, 128
 リンゴ酸クレボプリド75
 リンコフィリン, 成分含量測定用241
 リンコマイシン塩酸塩1148
 リンコマイシン塩酸塩水和物1148
 リンコマイシン塩酸塩注射液154
 リン酸241
 リン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液, pH 2.0243
 リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液, pH 2.3244
 リン酸一水素カリウム241
 リン酸一水素カリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.3241
 リン酸一水素カリウム試液, 1 mol/L, 緩衝液用241
 リン酸一水素ナトリウム241
 リン酸一水素ナトリウム, 無水241
 リン酸一水素ナトリウム, 無水, pH 測定用241
 リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.4241
 リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5241
 リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0241
 リン酸一水素ナトリウム試液241
 リン酸一水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L241
 リン酸一水素ナトリウム試液, 0.5 mol/L241
 リン酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 6.8241
 リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 3.0241
 リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 3.5241
 リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 8.0241
 リン酸塩緩衝液, 0.03 mol/L, pH 7.5242
 リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 3.5242
 リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 6.0242
 リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.0242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.5242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 5.3242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 6.8242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0, 抗生物質用242
 リン酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 10.5242
 リン酸塩緩衝液, 1/15 mol/L, pH 5.6242
 リン酸塩緩衝液, pH 3.0242
 リン酸塩緩衝液, pH 3.1242
 リン酸塩緩衝液, pH 5.9242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.0242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.2242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.5242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.5, 抗生物質用242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.8242
 リン酸塩緩衝液, pH 7.0242
 リン酸塩緩衝液, pH 7.2242
 リン酸塩緩衝液, pH 7.4242

リン酸塩緩衝液, pH 8.0242
 リン酸塩緩衝液, pH 12242
 リン酸塩緩衝液, サイコ成分含量測定用242
 リン酸塩緩衝液, パンクレアチン用242
 リン酸塩緩衝液, プシ用242
 リン酸塩緩衝液, マイクロプレート洗浄用242
 リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液,
 0.01 mol/L, pH 7.4243
 リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液243
 リン酸塩試液243
 リン酸塩 pH 標準液134
 リン酸クリンダマイシン470
 リン酸クリンダマイシン注射液66
 リン酸コデイン515
 リン酸コデイン, 定量用243
 リン酸コデイン散 1%516
 リン酸コデイン散 10%517
 リン酸コデイン錠517
 リン酸三ナトリウム十二水和物243
 リン酸ジエチルスチルベストロール1034, 117
 リン酸ジエチルスチルベストロール錠1035, 117
 リン酸ジヒドロコデイン570
 リン酸ジヒドロコデイン, 定量用243
 リン酸ジヒドロコデイン散 1%571
 リン酸ジヒドロコデイン散 10%572
 リン酸ジメモルファン579
 リン酸水素アンモニウムナトリウム243
 リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物243
 リン酸水素カルシウム1150, 129
 リン酸水素カルシウム水和物1150, 129
 リン酸水素ナトリウム1150
 リン酸水素ナトリウム水和物1150
 リン酸水素二アンモニウム243
 リン酸水素二カリウム243
 リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.3243
 リン酸水素二カリウム試液, 1 mol/L, 緩衝液用243
 リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用243
 リン酸水素二ナトリウム, 無水243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液, pH 3.0243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液, pH 5.4243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液,
 0.05 mol/L, pH 6.0243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 3.0243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.4243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.2243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.531
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液,
 ベニシリウム由来 β -ガラクトシダーゼ用, pH 4.5243
 リン酸水素二ナトリウム試液243
 リン酸水素二ナトリウム試液, 0.05 mol/L243
 リン酸水素二ナトリウム試液, 0.5 mol/L243
 リン酸水素二ナトリウム十二水和物243
 リン酸テトラブチルアンモニウム243
 リン酸トリクロロエチルナトリウム781
 リン酸トリクロロエチルナトリウムシロップ782
 リン酸トリス (4-*t*-ブチルフェニル)31

リン酸ナトリウム243, 1150
 リン酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0243
 リン酸ナトリウム試液243
 リン酸二水素アンモニウム243
 リン酸二水素アンモニウム試液, 0.02 mol/L243
 リン酸二水素カリウム243
 リン酸二水素カリウム, pH 測定用244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.01 mol/L, pH 4.031
 リン酸二水素カリウム試液, 0.1 mol/L, pH 2.0244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.25 mol/L, pH 3.5244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.33 mol/L244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.02 mol/L244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L, pH 3.0244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L, pH 4.7244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.1 mol/L244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.2 mol/L244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.2 mol/L, 緩衝液用244
 リン酸二水素カルシウム1151
 リン酸二水素カルシウム水和物1151
 リン酸二水素ナトリウム244
 リン酸二水素ナトリウム試液, pH 2.235
 リン酸二水素ナトリウム試液, pH 2.5244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 2.6244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 3.0244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.1 mol/L244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.1 mol/L, pH 3.0244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 2 mol/L244
 リン酸二水素ナトリウム二水和物244
 リン酸二水素ナトリウム, 無水244
 リン酸ヒドロコデイン570
 リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム884
 リン酸ピペラジン892
 リン酸ピペラジン錠893
 リン酸標準液134
 リン酸プレゾニゾロンナトリウム132
 リン酸ベタメタゾンナトリウム1006
 リン酸リボフラビン1141
 リン酸リボフラビン注射液1142, 128
 リン酸リボフラビンナトリウム244, 1141
 リン酸リボフラビンナトリウム注射液1142, 128
 リンタングステン酸244
 リンタングステン酸 *n* 水和物244
 リンタングステン酸試液244
 リンモリブデン酸244
 リンモリブデン酸 *n* 水和物244

ル

ルテオリン, 薄層クロマトグラフィー用244

レ

レイン, 薄層クロマトグラフィー用244
 レーザー回折法による粉体粒度測定1661
 レザズリン244
 レジブフォゲニン, 成分含量測定用245

レジブフォゲニン, 薄層クロマトグラフィー用245
 レセルピン1152
 レセルピン散1153
 レセルピン散 0.1 %1153
 レセルピン錠1153
 レセルピン注射液1154, 129
 レソルシノール245
 レソルシノール・硫酸試液245
 レソルシノール試液245
 レゾルシン245
 レゾルシン試液245
 レゾルシン硫酸試液245
 レチノール酢酸エステル1154
 レチノールパルミチン酸エステル1155
 レナンピシリン塩酸塩1156
 レバミピド154
 レバミピド, 定量用31
 レバミピド錠155
 レバロルファン酒石酸塩1157
 レバロルファン酒石酸塩注射液1158, 129
 レボチロキシナトリウム245, 1158
 レボチロキシナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用245
 レボチロキシナトリウム錠1159
 レボチロキシナトリウム水和物1158
 レボドパ1160
 レボフロキサシン157
 レボフロキサシン水和物157
 レボメプロマジンマレイン酸塩1161
 レンギョウ1278
 連翹1278
 レンニク1278
 蓮肉1278

ロ

ロイコボリンカルシウム1045, 117
 ロイコマイシン446
 ロイコマイシン酢酸エステル447
 ロイコマイシン酒石酸塩448
 L-ロイシン245, 1162

ロカイ1175
 ロカイ末1176
 ログニン, 成分含量測定用31
 ログニン, 薄層クロマトグラフィー用245
 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩1162
 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル1163
 ロキシシロマイシン1165, 130
 ロキソプロフェンナトリウム1166
 ロキソプロフェンナトリウム水和物1166
 ロキタマイシン1167
 ロキタマイシン錠130, 157
 ロサルタンカリウム158
 ろ紙248
 ろ紙, 定量分析用248
 ろ紙, ろ過フィルター, 試験紙, るつぼ等248
 ローション剤15
 ロジン1278
 ローズベンガル245
 ローズベンガル試液245
 ロスマリン酸, 成分含量測定用35
 ロスマリン酸, 薄層クロマトグラフィー用35
 ロック・リング試液245
 ロートエキス1279, 160
 ロートエキス・アネスタミン散1281
 ロートエキス・カーボン散1282
 ロートエキス・タンニン坐剤1282
 ロートエキス・パバペリン・アネスタミン散1282
 ロートエキス散1280
 ロートコン1278, 160, 178
 ロバスタチン31
 ローヤルゼリー178
 ロラゼパム1168

ワ

ワイル病秋やみ混合ワクチン1169
 ワセリン245
 ワルファリンカリウム1170
 ワルファリンカリウム, 定量用245
 ワルファリンカリウム錠1171, 159