

○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 かさ密度及びタツブ密度測定法	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
		エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液……………	64
		エストリオール水性懸濁注射液……………	64
		エチニルエストラジオール……………	64
		エテンザミド……………	64
		エフェドリン塩酸塩錠……………	64
		エモルファゾン錠……………	65
		エリスロマイシン腸溶錠……………	65
		エルゴメトリンマレイン酸塩注射液……………	66
		カ	
		カドララジン……………	66
		カドララジン錠……………	67
		カルシトニン（サケ）……………	68
		カルメロース……………	71
		カルメロースカルシウム……………	71
		カルメロースナトリウム……………	71
		ク	
		グリクラジド……………	71
		グリセオフルビン錠……………	72
		クリンダマイシン塩酸塩……………	72
		クリンダマイシン塩酸塩カプセル……………	72
		木クレオソート……………	73
		クレボプリドリンゴ酸塩……………	75
		クロスカルメロースナトリウム……………	75
		クロミフェンクエン酸塩錠……………	75
		ケ	
		ケトコナゾール……………	76
		ケトコナゾール液……………	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
		ゲファルナート……………	78
		ゲンタマイシン硫酸塩点眼液……………	79
		コ	
		コデインリン酸塩錠……………	80
		コムギデンプン……………	81
		コメデンプン……………	81
		シ	
		ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠……………	82
		ジゴキシン……………	83
		ジゴキシン錠……………	83
イ			
		イオタラム酸ナトリウム注射液……………	47
		イオタラム酸メグルミン注射液……………	48
		イセパマイシン硫酸塩注射液……………	48
		イソニアジド錠……………	48
		イソニアジド注射液……………	48
		イブリフラボン……………	49
		イブリフラボン錠……………	50
		イミダプリル塩酸塩……………	50
		イミダプリル塩酸塩錠……………	51
		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
		インジゴカルミン注射液……………	56
		インダパミド……………	56
		インダパミド錠……………	57
		インドメタシン坐剤……………	58
		ウ	
		ウベニメクスカプセル……………	58
		ウルソデオキシコール酸……………	59
		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
		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нка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нкаプセル	93
シロップ用セファレキシシ	94
セフィキシシнкаプセル	95
セフテラム ピボキシシ錠	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シ	107
ドキサゾシシメシル酸塩	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
ドロキシドバ	111
ドロキシドバカプセル	112
ドロキシドバ細粒	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

バソプレシシ注射液	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
バレイシヨデンブシ	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
注射用ヒドララジシ塩酸塩	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

ファモチジシ散	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
フェニトイシ散	125
フェニトイシ錠	126

フェノバルビタール	126
フェノバルビタール散 10%	127
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
フルタミド	129
フルトプラゼパム	130
フルトプラゼパム錠	130
フルドロコルチゾン酢酸エステル	131
プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム	132
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
プロカインアミド塩酸塩注射液	135
プロクロルペラジンマレイン酸塩錠	135
プロゲステロン	136
プロゲステロン注射液	137
フロセミド注射液	137
プロタミン硫酸塩注射液	138
プロパフェノン塩酸塩	138
プロパフェノン塩酸塩錠	139
プロピルチオウラシル錠	140
プロブコール	141
フロブプロビオン	142
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

リ

L-リジン酢酸塩	152
リドカイン注射液	153
硫酸亜鉛水和物	153
リンコマイシン塩酸塩注射液	154

レ

レバミピド	154
レバミピド錠	155
レボフロキサシン水和物	157

ロ

ロキタマイシン錠	157
ロサルタンカリウム	158

ワ

ワルファリンカリウム錠	159
-------------	-----

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
	ボウフウ…………… 176
コ	ボクソク…………… 177
コロンボ…………… 167	補中益気湯エキス…………… 177
コロンボ末…………… 167	
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収載、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。

収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収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で開催されている。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。

この改正方針に基づき、各委員会は収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正の審議を開始した。

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正としてとりまとめることとし、この一部改正の原案は平成 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正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、製薬用水委員会 8 回である。

なお、この改正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。

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

本改正の記載法の原則と改正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. 収載の順序は、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（セミミクロケルダール法） | (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) テブレノン標準品 |
| (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 (18) プラゾシン塩酸塩標準品 (21) プロブコール標準品
(16) トロキシピド標準品 (19) フルタミド標準品 (22) ロサルタンカリウム標準品
(17) ビオグリタゾン塩酸塩標準品 (20) フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品
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 (8) セファトリジンプロピレングリコール標準品 (14) ファロペネムナトリウム標準品
(2) アムロジピンベシル酸塩標準品 (9) セファレキシン標準品 (15) プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品
(3) アモキシシリン標準品 (10) セフィキシム標準品 (16) プロベネシド標準品
(4) エテンザミド標準品 (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 (17) ミノサイクリン塩酸塩標準品
(5) グリセオフルビン標準品 (12) セフロキサジン標準品 (18) ワルファリンカリウム標準品
(6) クロミフェンクエン酸塩標準品 (13) ピブメシリナム塩酸塩標準品
(7) ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品
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 (36) ケトコナゾール液 (69) トロキシピド細粒
(2) アセメタシンカプセル (37) ケトコナゾールクリーム (70) トロキシピド錠
(3) アセメタシン錠 (38) ケトコナゾールローション (71) バルプロ酸ナトリウム錠
(4) アゼラスチン塩酸塩顆粒 (39) ゲファルナート (72) バルプロ酸ナトリウムシロップ
(5) アプリンジン塩酸塩 (40) ゲンタマイシン硫酸塩点眼液 (73) 精製ヒアルロン酸ナトリウム
(6) アプリンジン塩酸塩カプセル (41) シノキサシン (74) ビオグリタゾン塩酸塩
(7) アミオダロン塩酸塩 (42) シノキサシンカプセル (75) ピブメシリナム塩酸塩錠
(8) アミオダロン塩酸塩錠 (43) ジフルコルトロン吉草酸エステル (76) ピモジド
(9) アムロジピンベシル酸塩錠 (44) ジベカシン硫酸塩点眼液 (77) プラゾシン塩酸塩
(10) アモキシシリンカプセル (45) シンバスタチン (78) フルタミド
(11) L-アラニン (46) 注射用ストレプトマイシン硫酸塩 (79) フルトブラゼパム
(12) アルガトロバン水和物 (47) スリンダク (80) フルトブラゼパム錠
(13) アロプリノール錠 (48) シロップ用セファトリジンプロピレングリコール (81) フルドロコルチゾン酢酸エステル
(14) イセパマイシン硫酸塩注射液 (49) セファレキシнкаプセル (82) プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム
(15) イブリフラボン (50) シロップ用セファレキシン (83) フロセミド注射液
(16) イブリフラボン錠 (51) セフィキシムカプセル (84) プロパフェノン塩酸塩
(17) イミダプリル塩酸塩 (52) セフテラム ピボキシル錠 (85) プロパフェノン塩酸塩錠
(18) イミダプリル塩酸塩錠 (53) シロップ用セフロキサジン (86) プロブコール
(19) イルソグラジンマレイン酸塩 (54) セボフルラン (87) ベタキソロール塩酸塩
(20) イルソグラジンマレイン酸塩細粒 (55) ゴルピデム酒石酸塩 (88) ヘパリンカルシウム
(21) イルソグラジンマレイン酸塩錠 (56) タクロリムス水和物 (89) ミノサイクリン塩酸塩錠
(22) インダバミド (57) タゾバクタム (90) 注射用メロベネム
(23) インダバミド錠 (58) ダナゾール (91) モサプリドクエン酸塩錠
(24) ウベニメクスカプセル (59) チアプリド塩酸塩 (92) モサプリドクエン酸塩水和物
(25) ウルソデオキシコール酸顆粒 (60) チアプリド塩酸塩錠 (93) L-リジン酢酸塩
(26) ウルソデオキシコール酸錠 (61) テブレノン (94) リンコマイシン塩酸塩注射液
(27) エカベトナトリウム水和物 (62) ドキサゾシンメシル酸塩 (95) レバミピド
(28) エカベトナトリウム顆粒 (65) トスフロキサシントシル酸塩水和物 (96) レバミピド錠
(29) エモルファゾン錠 (64) トスフロキサシントシル酸塩錠 (97) レボフロキサシン水和物
(30) カドララジン (65) ドロキシドパ (98) ロサルタンカリウム
(31) カドララジン錠 (66) ドロキシドパカプセル (99) カッコウ
(32) カルシトニン (サケ) (67) ドロキシドパ細粒 (100) 牛車腎気丸エキス
(33) グリクラジド (68) トロキシピド (101) 真武湯エキス
(34) クレボプリドリンゴ酸塩 (102) ニクズク

(103) 八味地黄丸エキス

(104) ボクソク

(105) リュウガンニク

(106) ローヤルゼリー

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

(2) アミドトリゾ酸ナトリウムメグル
ミン注射液

(3) アミノフィリン注射液

(4) アモキシシリン水和物

(5) イオタラム酸ナトリウム注射液

(6) イオタラム酸メグルミン注射液

(7) イソニアジド錠

(8) イソニアジド注射液

(9) インジゴカルミン注射液

(10) インドメタシン坐剤

(11) ウルソデオキシコール酸

(12) エストラジオール安息香酸エステル
水性懸濁注射液

(13) エストリオール水性懸濁注射液

(14) エチニルエストラジオール

(15) エテンザミド

(16) エフェドリン塩酸塩錠

(17) エリスロマイシン腸溶錠

(18) エルゴメトリンマレイン酸塩注射
液

(19) カルメロース

(20) カルメロースカルシウム

(21) カルメロースナトリウム

(22) グリセオフルビン錠

(23) クリンダマイシン塩酸塩

(24) クリンダマイシン塩酸塩カプセル

(25) 木クレオソート

(26) クロスカルメロースナトリウム

(27) クロミフェンクエン酸塩錠

(28) コデインリン酸塩錠

(29) コムギデンプン

(30) コメデンプン

(31) ジエチルカルバマジンクエン酸塩
錠

(32) ジゴキシシ

(33) ジゴキシシ錠

(34) ジゴキシシ注射液

(35) ジスチグミン臭化物錠

(36) ジメンヒドリナート錠

(37) 硝酸イソソルビド錠

(38) ジョサマイシン錠

(39) 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

(40) ヒト下垂体性腺刺激ホルモン

(41) セファクロル複合顆粒

(42) セラセフェート

(43) 結晶セルロース

(44) 粉末セルロース

(45) テイコプラニン

(46) テストステロンエナント酸エステル
注射液

(47) テストステロンプロピオン酸エス
テル注射液

(48) トウモロコシデンプン

(49) トルブタミド錠

(50) ニコモール錠

(51) 無水乳糖

(52) 乳糖水和物

(53) ノルエチステロン

(54) バソプレシン注射液

(55) バルプロ酸ナトリウム

(56) パレイショデンプン

(57) 注射用ヒドララジン塩酸塩

(58) ヒドロキシプロピルセルロース

(59) 低置換度ヒドロキシプロピルセル
ロース

(60) ヒドロコチゾンリン酸エステル
ナトリウム

(61) ヒプロメロース

(62) ヒプロメロースフタル酸エステル

(63) ピペミド酸水和物

(64) ファモチジン散

(65) ファロペネムナトリウム錠

(66) シロップ用ファロペネムナトリウ
ム

(67) フェニトイン散

(68) フェニトイン錠

(69) フェノバルビタール

(70) フェノバルビタール散 10%

(71) フェノールスルホンフタレイン注
射液

(72) プロカインアミド塩酸塩

(73) プロカインアミド塩酸塩錠

(74) プロカインアミド塩酸塩注射液

(75) プロクロルペラジンマレイン酸塩
錠

(76) プロゲステロン

(77) プロゲステロン注射液

(78) プロタミン硫酸塩注射液

(79) プロピルチオウラシル錠

(80) フロプロピオン

(81) プロベネシド錠

(82) ベタメタゾン錠

(83) ヘパリンナトリウム

(84) 注射用ホスホマイシンナトリウム

(85) 注射用ミノサイクリン塩酸塩

(86) メチルセルロース

(87) メピバカイン塩酸塩注射液

(88) モルヒネ塩酸塩錠

(89) モルヒネ塩酸塩注射液

(90) リドカイン注射液

(91) 硫酸亜鉛水和物

(92) ロキタマイシン錠

(93) ワルファリンカリウム錠

(94) ウコン

(95) ウコン末

(96) オウギ

(97) オウセイ

(98) 葛根湯エキス

(99) カノコソウ

(100) カノコソウ末

(101) キョウニン

(102) コロンボ

(103) コロンボ末

(104) サイコ

(105) サンシュユ

(106) サンショウ

(107) サンショウ末

(108) シゴカ

(109) シコン

(110) ショウズク

(111) セネガ

(112) セネガ末

(113) センコツ

(114) ソヨウ

(115) 大黃甘草湯エキス

(116) トウニン

(117) トウニン末

(118) ポウフウ

(119) 補中益気湯エキス

(120) ユウタン

(121) リュウコツ

(122) ロートコン

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 淺 新 石 伊 內 大 岡 落 香 川 木 木 栗 小 近 酒 佐 嶋 鈴 閔 高 只 谷 寺 富 永 中 西 花 林 日 細 丸 宮 室 安 山 余 渡	木 間 井 井 藤 田 住 崎 合 取 島 內 津 原 嶋 田 井 々 木 田 喜 木 本 下 田 重 村 原 尻 向 谷 本 崎 井 原 本 田 邊	光 宏 洋 明 裕 理 惠 優 公 周 典 嘉 文 純 正 茂 俊 英 智 康 幹 節 久 晉 敬 次 基 裕 瑠 美 昌 憲 正 玉 正 眞 惠 英	夫 志 由 子 二 子 子 哉 吉 子 明 之 子 明 雄 文 二 子 男 雄 子 雄 一 剛 郎 紹 洋 豐 理 則 司 彦 樹 志 人 一 光 二
--	--	--	--

青	柳	伸	男
芦	澤	一	英
有	本	惠	子
伊	豆	健	一
犬	伏	孝	一
梅	本	和	一
大	塚	雅	巳
岡	田	敏	史
小	和	田	宏
金	井	武	峰
川	西		徹
菊	地	祐	一
楠		文	代
栗	山	晴	夫
五	鳥	隆	志
近	藤	健	兄
坂	上	吉	一
佐	々		博
清	木	袈	光
須	藤	慶	一
園	部		尚
高	橋	良	和
田	中	俊	弘
柘	植	英	哉
寺	林		進
富	塚	弘	之
中	島	惠	美
那	須	正	夫
西	村		浩
花	田	賢	郎
番	場		孝
平	山	綜	良
前	田	昌	子
三	浦		剛
宮	田	直	樹
森	田	隆	司
山	口	照	英
山	本	惠	司
米	持	悅	生
渡	邊	治	雄

昭男和茂裕三幸稔仁雄夫二夫広功三昭吉子一弘絃重正文司明巳雄充夫治潔みどり一人紀壯輔佳子
文幸伸厚了淳田博良信敬孝幸昌誠知元恭久邦忠豐原裕正辰光堯賢みどり栄公成藤千佳子
堀曾越井竹石楓山上原嶋定田長藤本竹村田居田邊河永塚島浦田川口田上本本崎本
赤阿井板植大大岡片川川木國合小近坂佐志砂高竹田勅使德猶中七橋○早樋福牧三宮守山山四方

紀雄夫喬雅正明宏昭十彦一幸恭子次雄子修子夫一一子清作也吾香弘雄之久夫美彦恭江昭
年光正至澄晴喜十芳光浩宏つ健次恭道敏芳憲麗晉達伸理正行裕芳隆敏毅年澄雅
野笠崎藤原内庭田藤崎田田保か木木藤田口地代元岡岡川野見野山野田橋井島田岡田
浅天井伊上大大奧加川川北栗小久松々木佐佐代関高田棚寺富中中新波林檜測松三村矢山吉和

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、カッコン、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、コロンボ、コロンボ末、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、サンシュユ、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、シュクシャ、シュクシャ末、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、タクシャ、タクシャ末、チクセツニンジン、チクセツニンジン末、チモ、チョウジ、チョウジ末、チョウトウコウ、チョレイ、チョレイ末、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、パイモ、バクモンドウ、ハチミツ、ハッカ、ハマボウフウ、ハンゲ、ビャクゴウ、ビャクシ、ビャクジュツ、ビャクジュツ末、ビワヨウ、ビンロウジ、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法を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ぽに量り、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。

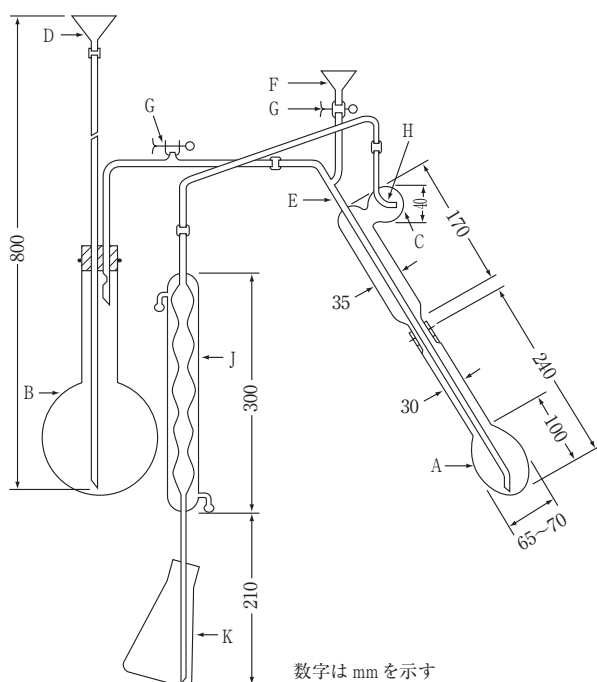
1.08 窒素定量法（セミマイクロケルダール法）

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。



- 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料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℃、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是一部破壊され、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に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の 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、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落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 $220 \pm 44 \text{ g}$ の 250 mL メスシリンダー (最小目盛単位: 2 mL)

— $3 \pm 0.2 \text{ mm}$ の高さから公称 250 ± 15 回/分、又は $14 \pm 2 \text{ mm}$ 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 $450 \pm 10 \text{ g}$ 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_t (V_t 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、 $240 \pm 12 \text{ g}$ の質量を持つ支持台の上に固定された $130 \pm 16 \text{ g}$ 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 $3 \pm 0.2 \text{ mm}$ の固定した落下高さを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 $m_t/100$ (m_t 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。

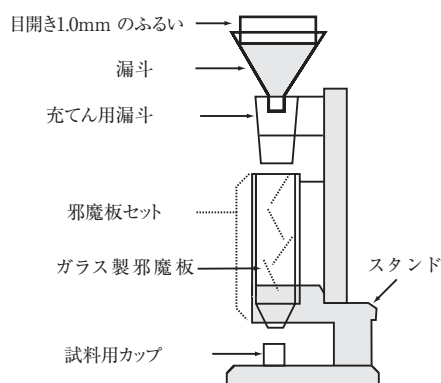


図 3.01-1 ポリユメーター

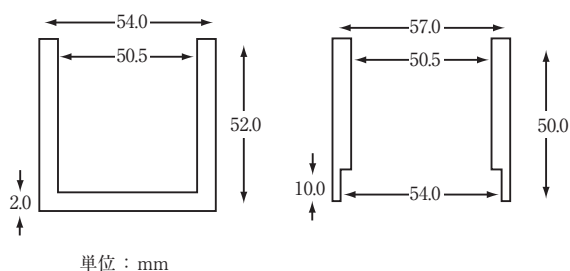


図 3.01-2 測定用容器（左）と補助円筒（右）

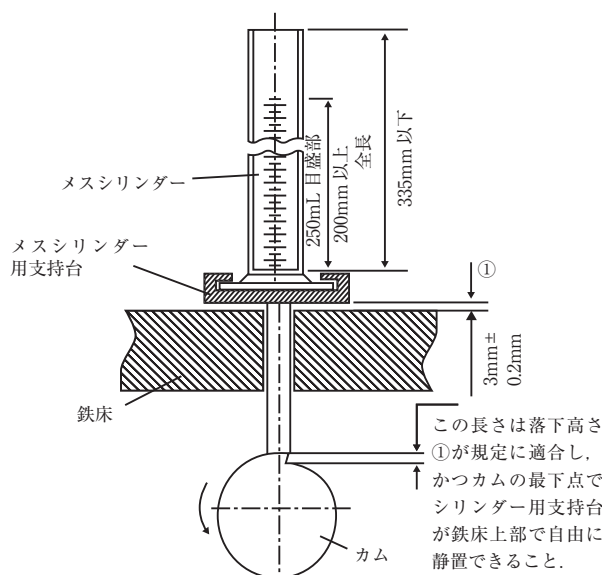


図 3.01-3 タッピング装置

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_a 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。

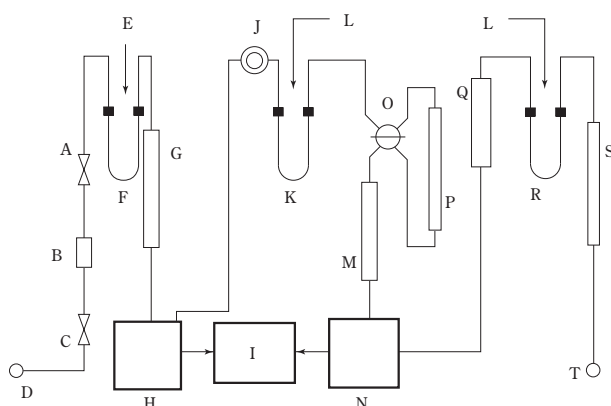
$$V_m = V_a \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right) \left[\frac{1}{C} + \frac{C-1}{C} \times \left(\frac{P}{P_0} \right) \right] \quad (4)$$

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

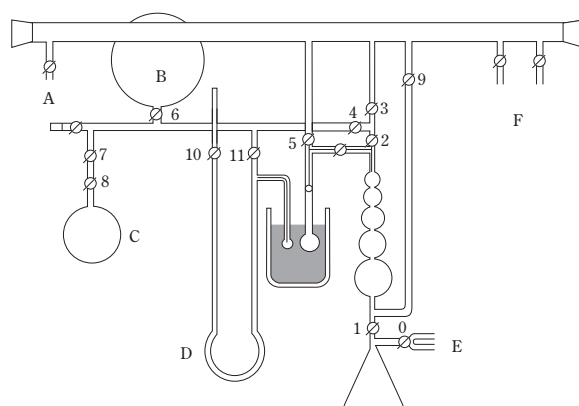
図 3.02-1 動的流動法装置の概略図

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
 B：窒素溜
 C：ヘリウム溜
 D：圧力計
 E：真空/大気
 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_a を測定する。多点法では連続的に高い P/P_0 で V_a 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。

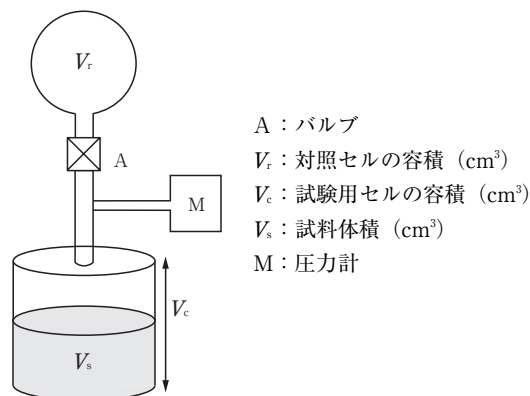


図 3.03-1 気体置換型ピクノメーター（粒子密度測定装置）の模式図

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_r 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。

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

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 25g 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 個のふるいの上に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和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 200mm のふるいを用いる。直径 76mm のふるいを用いる場合は、試料量は 200mm 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： 25g の試料と 50g の試料において同じような試験結果が得られ、 100g 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 25g 及び 50g の場合に比べて低ければ、 100g 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、 5g 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、 200mm ふるいでは試料の質量は 5g 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	補助寸法					
R 20/3	R 20					R 40/3
11.20 mm	11.20 mm	11.20 mm		11200		
	10.00 mm					
		9.50 mm				
	9.00 mm					
8.00 mm	8.00 mm	8.00 mm				
	7.10 mm					
		6.70 mm				
	6.30 mm					
5.60 mm	5.60 mm	5.60 mm		5600	3.5	
	5.00 mm					
		4.75 mm			4	
	4.50 mm					
4.00 mm	4.00 mm	4.00 mm	5	4000	4000	4.7
	3.55 mm					
		3.35 mm	6			5.5
	3.15 mm					
2.80 mm	2.80 mm	2.80 mm	7	2800	2800	6.5
	2.50 mm					
		2.36 mm	8			7.5
	2.24 mm					
2.00 mm	2.00 mm	2.00 mm	10	2000	2000	8.6
	1.80 mm					
		1.70 mm	12			10
	1.60 mm					
1.40 mm	1.40 mm	1.40 mm	14	1400	1400	12
	1.25 mm					
		1.18 mm	16			14
	1.12 mm					
1.00 mm	1.00 mm	1.00 mm	18	1000	1000	16
	900 μm					
		850 μm	20			18
	800 μm					
710 μm	710 μm	710 μm	25	710	710	22
	630 μm					
		600 μm	30			26
	560 μm					
500 μm	500 μm	500 μm	35	500	500	30
	450 μm					
		425 μm	40			36
	400 μm					
355 μm	355 μm	355 μm	45	355	355	42
	315 μm					
		300 μm	50			50
	280 μm					
250 μm	250 μm	250 μm	60	250	250	60
	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 μm 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をはずし、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 m²/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、セフテ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シチレンスル 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
ビ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
シンパスタチン標準品	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
トロキシビド標準品	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
プ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
タゾバクタム標準品	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

$C_{31}H_{43}NO_{10} \cdot HCl \cdot xH_2O$ 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 $C_{14}H_{16}O_9 \cdot xH_2O$ 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 → 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の面積は、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。

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 $C_{56}H_{68}Cl_{14}CuN_{16}S_4$ 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 $C_{38}H_{47}NO_{11} \cdot HCl \cdot xH_2O$ 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℃ 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℃ (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 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 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、「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。

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) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (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 → 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 °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 °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和物 4.53 g を水に溶かし 100 mL とし、薄めた酢酸 (100) (1 → 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 → 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 $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{S}_2$ 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 $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4\text{S}_2$ 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 $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5$ 〔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 ($\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5$) 99.0 % 以上を含むもの〕

ジブチルアミン $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}$ 無色澄明な液である。

屈折率 $\langle 2.45 \rangle$ n_D^{20} : 1.415 ~ 1.419

密度 $\langle 2.56 \rangle$ (20 °C) 0.756 ~ 0.761 g/mL

ジベンズ[a, h]アントラセン $\text{C}_{22}\text{H}_{14}$ 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 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、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 μm ~ 0.5 μm 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 μL 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 $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}$ 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 $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$ 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 $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_4\text{O}_2$ 〔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 ($\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}$) 53.8 ~ 54.9 % 及び 8-クロロテオフィリン ($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_4\text{O}_2$) 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 μL 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 (プランタゴゲアニジン酸に相当)
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 (プランタゴゲアニジン酸に相当)
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 $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ 〔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、

硝酸イソソルビド ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$) 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 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ビド以外のピークの合計面積は、標準溶液の硝酸イソソルビ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「硝酸イソソルビド錠」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ビドの保持時間の約 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 μL から得た硝酸イソソルビドのピーク面積が、標準溶液の硝酸イソソルビドのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 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 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 $\text{C}_{26}\text{H}_{44}\text{NNaO}_6\text{S} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 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 μL 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。

定量用エモルファジン エモルファジン、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ビド 硝酸イソソルビド、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。

定量用レバミビド レバミビド、定量用 を見よ。

テオフィリン、定量用 $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$ [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 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 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 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{SO}_3\text{Na}$ 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ル酸ナトリウム グリココル酸ナトリウム, 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ル酸ナトリウム タウロウルソデオキシコル酸ナトリウム, 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オデオキシコル酸 ヒオデオキシコル酸, 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-メトキシシナナムアルデヒド (*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 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

$C_{10}H_5F_6IO_4$ 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 → 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 °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 → 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 → 25) 1 mL を加えて振り混ぜる。120 °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 °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 °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)

$C_{44}H_{78}$ $[COOC_6H_8(CH_3)_3]_2$ 白色の結晶性の粉末である。

融点〈2.60〉 91 ～ 94 °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 μ L 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 μ mol 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。

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。

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 $C_{11}H_{12}O_3$ 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 μ L 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 μ L 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 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。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 μ m 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

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) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (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° (乾燥物に換算したもの 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 ($C_4H_7N_7O_2S$) 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 ($C_4H_7N_7O_2S$) 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。

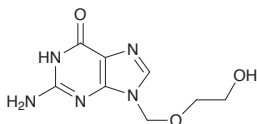
アザチオプリン ($C_4H_7N_7O_2S$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_s) \times (V / 500)$

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 $\sim$ 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 $\sim$ 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 $\sim$ 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 $\sim$ 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。

アゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) 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。

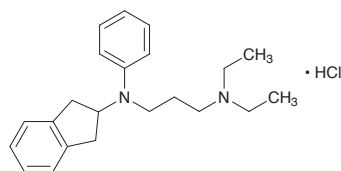
貯 法 容 器 気密容器。

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



$C_{22}H_{30}N_3 \cdot HCl$: 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 ($C_{22}H_{30}N_3 \cdot HCl$) 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。

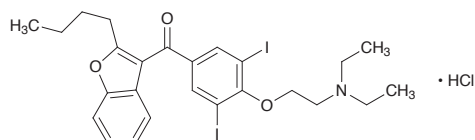
容 器 気密容器。

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℃ 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℃ (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数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℃ 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℃ 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℃ 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。これに次硝酸ビ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の面積は、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 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℃ 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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 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 μ L 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 μ L 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 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 中にアミオダロン塩酸塩（ $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ）約 11 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。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 塩酸クロロ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 → 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 → 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 °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 → 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 → 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 → 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 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℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水合物 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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S$; 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 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℃ 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 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、試料溶液のアモキシシリン以外のピークの面積は、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 μ L 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 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「アモキシシリン水和物」約 56 μ g (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 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 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

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 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S$) 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 μ L 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。

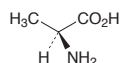
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

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) にはほとんど溶けない。

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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 $C_3H_7NO_2$

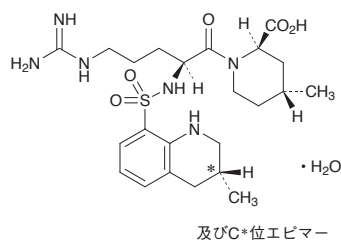
貯法容器 気密容器。

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



$C_{23}H_{36}N_6O_5S \cdot H_2O$: 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 ($C_{23}H_{36}N_6O_5S$: 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℃ 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 → 5	0 → 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℃ 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 → 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 → 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 つのピークの見分度は 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 ($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$: 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 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、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 μ L から得たイセパマ

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「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 ($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$) の量 [mg (力価)]

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times 10$$

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 ($C_6H_7N_3O$) 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 ($C_6H_7N_3O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$$

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

エンドトキシン (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。

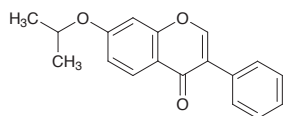
不溶性微粒子〈6.07〉試験を行うとき、適合する。

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-4*H*-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℃

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℃, 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チ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: 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 ($C_{18}H_{16}O_3$: 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 ($C_{18}H_{16}O_3$) 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℃ 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 ($C_{18}H_{16}O_3$) 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)

貯 法

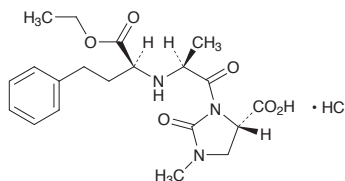
保存条件 遮光して保存する。

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



$C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$: 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 ($C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$) 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℃ (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 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の面積は、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℃ 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℃, 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 → 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 → 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 → 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の面積は、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 → 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 → 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℃ 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 → 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タシ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。

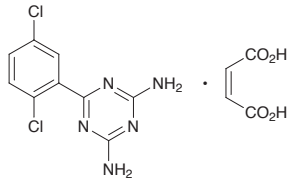
貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 注射用イミベネム・シラスタ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 μ g 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 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℃ 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 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。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを 105℃ 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 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℃ 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 → 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℃ 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。

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℃ 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℃ 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℃ 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 → 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℃ 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。

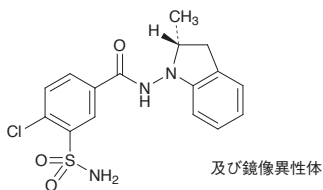
不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき、適合する。
不溶性微粒子〈6.07〉 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

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 → 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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、パドル法により、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℃ 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℃ 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。

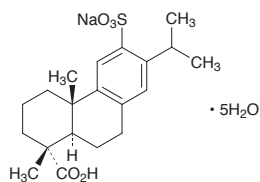
貯 法 容 器 気密容器。

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。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 40.25 \text{ mg } \text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S}$$

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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$: 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 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 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 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) 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 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 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 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NaO}_5\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 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 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：0.1 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〈4.06〉 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〈4.06〉 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℃ 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℃ 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℃ 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。

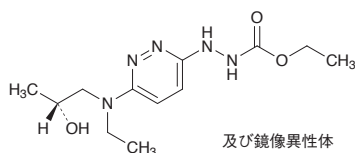
不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

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。

カドラジン

Cadralazine



$C_{12}H_{21}N_5O_3 \cdot 283.33$

Ethyl 3-[(6S)-2-hydroxypropyl]amino-6-methylpyridazin-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 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、試料溶液のカドラジンに対する相対保持時間約 2.1 のピーク面積は、標準溶液のカドラジンのピーク面積より大きくなく、カドラジン及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶液のカドラジンのピーク面積の 2/5 より大きくない。また、試料溶液のカドラジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のカドラジンのピーク面積の 2 倍より大きくない。ただし、カドラ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 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：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 μL から得たカドラジンのピーク面積が、標準溶液のカドラジンの面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、カド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 4000 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、カドラ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 $\rightarrow$ 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合物 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 TYPRNTGTSG TP-NH₂

C₁₄₅H₂₄₀N₄₄O₄₈S₂：3431.85

[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℃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、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℃ 付近の一定温度

化学反応槽温度：130℃ 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	4.0 mL	4.0 mL	4.0 mL	4.0 mL	4.0 mL
溶液 (1 → 4)					
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。

$$\begin{aligned} &\text{酢酸 (CH}_3\text{COOH) の量 (\%)} \\ &= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/10) \end{aligned}$$

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 $\rightarrow$ 50	5 $\rightarrow$ 50
10 ~ 20	50	50
20 ~ 22	50 $\rightarrow$ 95	50 $\rightarrow$ 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)

= 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

$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$

$n = 4 (f-1)$

$L = 2\sqrt{(C-1)(CM^2 + 0.09062)}$

$C = Y_b^2 / (Y_a^2 - 4fs^2t^2)$

$t^2 : s^2$ 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℃ 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。

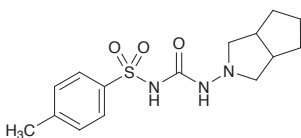
カルメロースナトリウム

[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(1*H*)-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 時間以内にを行う。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の面積は、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デ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：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)。

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、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、バドル法により、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*)、*Azela* 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 $\sim$ 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 $\sim$ 35 % を含む。

性 状 本品は無色～微黄色澄明の液で、特異なにおいがある。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 (25 $^{\circ}$) d_{25}^{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、ベンズ [*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、ベンズ [*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、ベンズ [*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、ベンズ [*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:

ベンズ [*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 $\sim$ 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 $\sim$ 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 $\sim$ 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 $\sim$ 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 ($C_7H_6O_2$) 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．

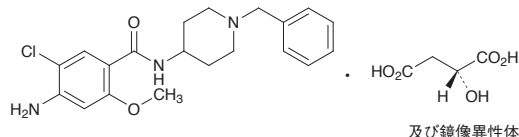
容 器 気密容器．

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-(2*RS*)-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 °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 °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。

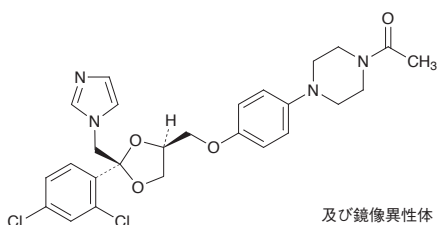
クロミフェンクエン酸塩 ($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_5O_7$) の量 (mg)
 $= W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

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-[(2*RS*, 4*SR*)-2-(2, 4-dichlorophenyl)-2-(1*H*-imidazol-1-ylmethyl)-1, 3-dioxolan-4-yl]methoxyphenyl]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) 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の面積は、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 ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$: 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 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/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 ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) 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 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 ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

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 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：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 μ L 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 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 ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$: 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 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/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 ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) 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 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 ($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$) の量 (mg)
 $= W_s \times (Q_T / Q_S)$

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 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：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（ $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ ：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（ $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ ）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（ $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ ）の量（mg）
 $= W_S \times (Q_T / Q_S)$

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。

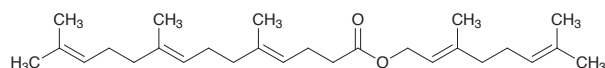
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

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



$C_{27}H_{44}O_2$ ：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（ $C_{27}H_{44}O_2$ ）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_{20}^{20} ：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 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、試料溶液のゲファルナート以外のピークの面積は、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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 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 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 μ m 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 $^{\circ}$ 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 μ L 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 μ L 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 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 μ m 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 $^{\circ}$ 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 μ L 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 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-ブタノール試液を均等に噴霧し、100℃ 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 コムギデンプ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。

コムギデンプン

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 コメデンプ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。

コメデンプン

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項を加える。

◆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1 gに水50 mL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1 mL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項を加える。

pH〈2.54〉 本品5.0 gに新たに煮沸して冷却した水25 mL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。

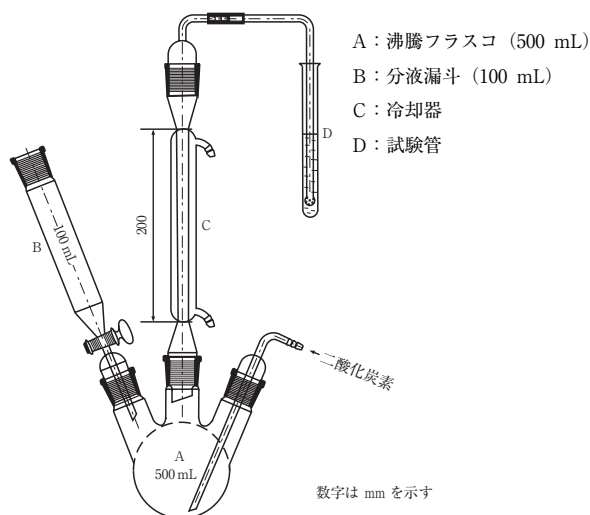
純度試験

(1) 鉄 本品1.5 gに2 mol/L塩酸試液15 mLを加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を検液とする。鉄標準液2.0 mLをとり、水を加えて20 mLとし、比較液とする。検液及び比較液10 mLずつをとり、それぞれクエン酸溶液(1→5)2 mL及びメルカプト酢酸0.1 mL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20 mLとし、混和する。これらの液10 mL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(10 ppm以下)。

(2) 酸化性物質 本品4.0 gに水50 mLを加え、5分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液30 mLに酢酸(100)1 mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0 gを加え、振り混ぜた後、暗所に25～30分間放置する。デンプン試液1 mLを加え、0.002 mol/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。0.002 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は、1.4 mL以下である(過酸化水素に換算すると、20 ppm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150 mL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±5 mL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10 mL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25 g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。

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、他のでんぶん粒を認めない。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℃, 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 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 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 個以上を取り、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 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 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℃ 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 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: 40℃ 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 μ L 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 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 ジゴキシシの条純度試験の項 (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。

ジゴキシシ

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 から得たジゴキシシのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のジゴキシシのピーク面積の 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、ジゴキシシ、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、ジゴキシシ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 ジゴキシシ錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ジゴキシシ錠

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「ジゴキシシ」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、ジゴキシシ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シの保持

時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシシ 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 から得たジゴキシシのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のジゴキシシのピーク面積の 0.07 ~ 0.13 % になることを確認する。

システムの性能：ジゴキシシ 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、ジゴキシシ、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、ジゴキシシ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 ジゴキシシ注射液の条製法の項を次のように改める。

ジゴキシシ注射液

製法 本品は「ジゴキシシ」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「ジゴキシシ」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、ジゴキシシ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シの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシシ 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)

$$= W_s \times \{(A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1})\} \times (V' / V) \times (1 / 20)$$

W_s ：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 (%)

$$= W_s \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (V' / V) \times (1 / C) \times 10$$

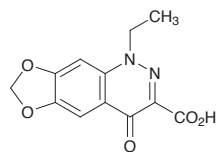
W_s ：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量 (mg)

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条を加える。

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 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)

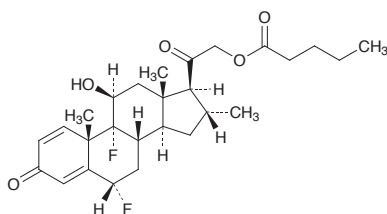
貯 法 容 器 密閉容器。

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℃ 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 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」2.5 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 ($C_6H_8N_2O_8$: 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 ($C_6H_8N_2O_8$) 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 ($C_6H_8N_2O_8$) 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 ($C_6H_8N_2O_8$) 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 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 ($C_6H_8N_2O_8$) 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 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/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 μ L 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 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。

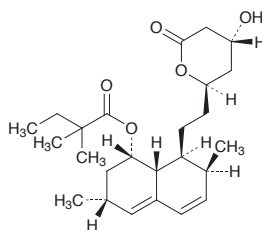
ジョサマイシン錠

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



$C_{25}H_{38}O_5$: 418.57

(1*S*, 3*R*, 7*S*, 8*S*, 8*aR*)-8-{2-[(2*R*, 4*R*)-4-Hydroxy-6-oxotetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]ethyl}-3, 7-dimethyl-1, 2, 3, 7, 8, 8*a*-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 ($C_{25}H_{38}O_5$) 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〉 $[\alpha]_D^{20}$: +285 ～ +300° (乾燥物に換算したもの 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 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、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 µL 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 µL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、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 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 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: 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 µL 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 µL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、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

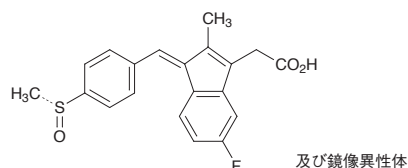
(力価) を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

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。

スリンダク

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、スリンダク ($C_{20}H_{17}FO_3S$) 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、付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、付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 ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_5O_2$) 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 セファレキシシンの条の次に次の二条を加える。

セファレキシシカプセル

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シ ($C_{16}H_{17}N_3O_5S$ ：347.39) を含む。

製 法 本品は「セファレキシシ」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 ($C_{16}H_{17}N_3O_5S$) 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℃ 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 ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$) 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 ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$) 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 : 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 ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$) 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 ($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$: 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「セフテラムビボキシル」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 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、試料溶液のセフテラムビ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ビ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ビ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ビ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ビ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ビボキシルのピーク面積の 3.7 倍より大きくない。ただし、セフテラムビ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

「セフテラムビボキシル」の純度試験 (3) の試験条件を準用する。

システム適合性

「セフテラムビボキシル」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、「セフテラムビボキシル」50 mg (力価) 当たり内標準溶液 5 mL を正確に加え、1 mL 中に「セフテラムビボキシル」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 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。別にセフテラムビ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「セフテラムビボキシル」の定量法を準用する。

セフテラム ($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$) の量 [mg(力価)]

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

W_s : セフテラムビ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 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「セフテラムビボキシル」約 22 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。別にセフテラムビ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 ($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$) 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 : セフテラムビ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 : 1 錠中のセフテラム ($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$) の表示量 [mg(力価)]

定量法 本品の「セフテラムビボキシル」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 μ m 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。別にセフテラムビ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「セフテラムビボキシル」の定量法を準用する。

セフテラム ($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$) の量 [mg(力価)]

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times 20$$

W_s : セフテラムビ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 ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$; 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 ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$) 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 ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$) 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 ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$) 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 ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$) 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)]

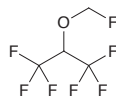
内標準溶液 パニリン 1.6 g をメタノール 5 mL に溶かし、希酢酸/リン酸混液 (500:1) を加えて 100 mL とする。

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



$\text{C}_4\text{H}_3\text{F}_7\text{O}$: 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 ($\text{C}_4\text{H}_3\text{F}_7\text{O}$) 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_D^{20} : 1.2745 ～ 1.2760

沸点：約 58.6℃

確認試験 本品約 1 mL 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 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。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、キャリヤ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℃ 付近の一定温度で注入し、10 分間保った後、200℃ になるまで 1 分間に 10℃ の割合

で昇温し、200℃ 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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 μ L 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℃ 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 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 ($C_6H_5F_7O$) 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 のフュ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 μ m で被覆する。

カラム温度：40℃

注入口温度：200℃ 付近の一定温度

検出器温度：225℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：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。

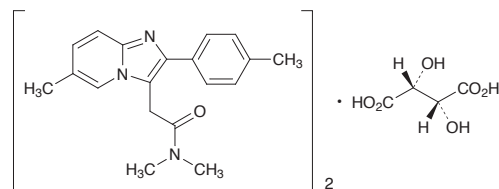
[9004-34-6, セルロース]

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条を加える。

ゾルピデム酒石酸塩

Zolpidem Tartrate

酒石酸ゾルピデム



$(\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O})_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$: 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 $[(\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O})_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6]$ 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 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 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 μ L 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 μ L 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 ($\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_2$) $_2$ · $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

貯 法

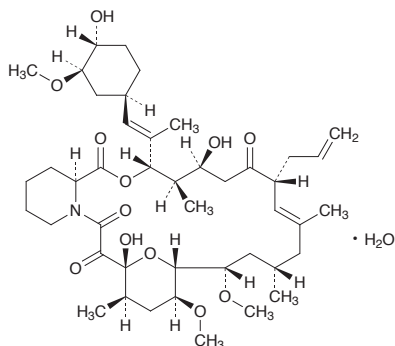
保存条件 遮光して保存する。

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



$\text{C}_{44}\text{H}_{69}\text{NO}_{12}$ · H_2O : 822.03

(3*S*, 4*R*, 5*S*, 8*R*, 9*E*, 12*S*, 14*S*, 15*R*, 16*S*, 18*R*, 19*R*, 26*aS*)–

5, 19–Dihydroxy–3–[(1*E*)–2–[(1*R*, 3*R*, 4*R*)–4–hydroxy–3–methoxycyclohexyl]–1–methylethenyl]–14, 16–dimethoxy–4, 10, 12, 18–tetramethyl–8–(prop–2–en–1–yl)–15, 19–epoxy–5, 6, 8, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 24, 25, 26, 26*a*–hexadecahydro–3*H*–pyrido[2, 1–*c*][1, 4]oxaazacyclotricosine–1, 7, 20, 21(4*H*, 23*H*)–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 ($\text{C}_{44}\text{H}_{69}\text{NO}_{12}$: 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〉 $[\alpha]_D^{25}$: –110 ~ –115 $^{\circ}$ （脱水物に換算したもの 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秤取量 (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

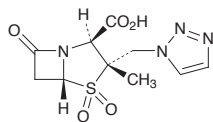
システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、タクロリムス、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

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 $\sim$ 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 $\sim$ +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 $\sim$ 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）未満。

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 → 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℃ 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。

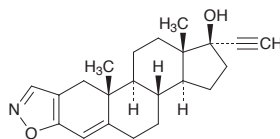
システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条
件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク
面積に対するタゾバクタムのピーク面積の比の相対標
準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

有効期間 製造後 24 箇月。

ダナゾール

Danazol



$C_{26}H_{27}NO_2$ ：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
（ $C_{26}H_{27}NO_2$ ）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℃（分解）。

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°（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 ($C_{20}H_{27}NO_2$) 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。

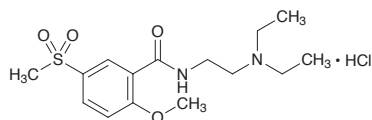
容 器 密閉容器。

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 → 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。

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 $V/10$ 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 ($C_{15}H_{24}N_2O_4S$) 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 ($C_{15}H_{24}N_2O_4S$) 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℃ 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 ($C_{15}H_{24}N_2O_4S$) 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℃ 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 ($C_{72-89}H_{68-99}Cl_2N_{8-9}O_{28-33}$) 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。

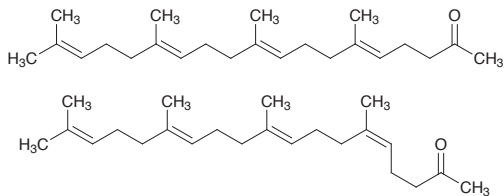
テストステロンプロピオン酸エステル注射液

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の面積はそれぞれ 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_o を測定するとき、 A_s/A_o 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 ($C_{23}H_{38}O$) の量 (mg) = $W_s \times (Q_T / Q_s)$

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

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

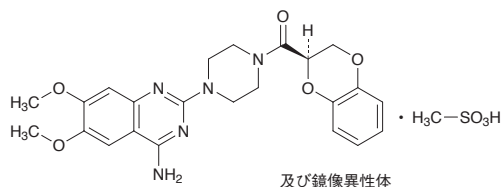
◆(4) 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき, 他のでんぷん粒を認めない。また, 原植物の組織の破片を含むことがあっても, 極めてわずかである。◆

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



$C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_3O_3S$: 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 ($C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_3O_3S$) 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 ($C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_3O_3S$) 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。

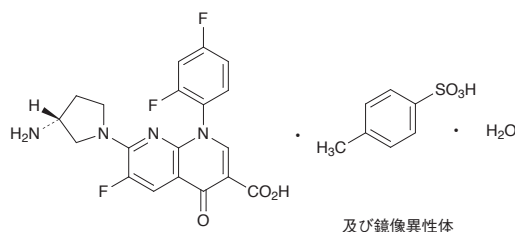
貯法 容器 気密容器。

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



$C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_5O_3S \cdot H_2O$: 594.56

7-[(3*RS*)-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 ($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_5O_3S$: 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の面積は、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 を氷冷しながら徐々に加え、更に氷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 を氷冷しながら徐々に加え、更に氷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、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 ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$) 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$$

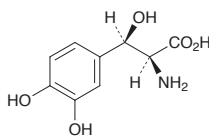
W_S : トルブタミド標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のトルブタミド ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$) 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



$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5$: 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 ($\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_5$) 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 $\rightarrow$ 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〉 $[\alpha]_D^{20}$: -38 ~ -43 $^{\circ}$ (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、氷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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$, 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℃ 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℃ 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℃ 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 ($C_9H_{11}NO_5$) 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 以上を取り、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 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℃ 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 (%)

$$= (W_S / W_T) \times \{ (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \} \times (1 / C) \times 360$$

W_S : 定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) 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 20 g 以上を取り、粉末とする。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℃ 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。

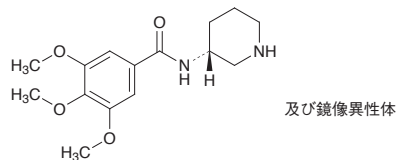
ドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : 定量用ドロキシドパの秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

トロキシピド

Troxipide



$C_{15}H_{22}N_2O_4$: 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 ($C_{15}H_{22}N_2O_4$) 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℃

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 $^{\circ}$ 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 $\rightarrow$ 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 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 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ 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 $\rightarrow$ 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 $\rightarrow$ 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。

トロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) 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 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 °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 ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$$

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 °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。

トロキシピド ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times 40$$

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 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 °C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 → 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℃ 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 ($C_8H_{15}NaO_2$: 166.19) を含む。

製法 本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり、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 ($C_8H_{15}NaO_2$) 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。

バルプロ酸ナトリウム ($C_8H_{15}NaO_2$) の量 (mg)

$$= W_s \times (Q_T / Q_s) \times (V / 100)$$

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 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 ($C_8H_{15}NaO_2$) 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℃ 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 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 μL 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 μL 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 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℃ 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 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 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 → 50000)

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 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 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 μL 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 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$: 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 → 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 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℃ 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 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 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 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 → 50000)

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 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 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 μL 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 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。

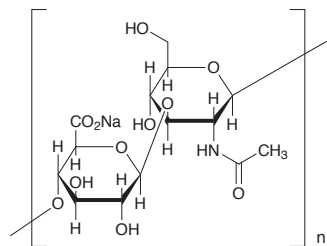
純度試験

◆(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



$(\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{NNaO}_{11})_n$

[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 $(\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{NNaO}_{11})_n$ 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 μ L 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 $\rightarrow$ 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ラージ棒で塗抹し、37 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ 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。

$$\text{ヒアルロン酸ナトリウム } [(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n] \text{ の量 (mg)} \\ = W_S \times (A_T / A_S) \times 2.2786$$

$$W_S: \text{D-グルクロノラクトン標準品の秤取量 (mg)}$$

貯 法

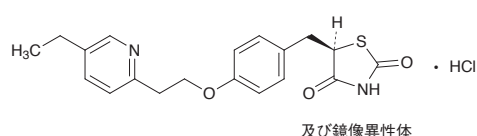
保存条件 遮光して、15 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

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



$C_{19}H_{20}N_2O_5S \cdot HCl$: 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 ($C_{19}H_{20}N_2O_5S \cdot HCl$) 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 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 より小さくなく、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の面積は、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 → 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 → 750)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (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 °C 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液 (77 → 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（ $C_{21}H_{28}Na_2O_8P$ ）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、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 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 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（ $C_{21}H_{28}Na_2O_8P$ ）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 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 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 μL 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 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（ $C_{15}H_{23}N_3O_3S$ ：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 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 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 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。

$$\text{メシリナム (C}_{15}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_3\text{S) の量 [mg(力価)]} \\ = W_s \times (Q_T / Q_S) \times (25 / V)$$

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。

$$\text{メシリナム (C}_{15}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_3\text{S) の量 [mg(力価)]} \\ = W_s \times (Q_T / Q_S) \times 5$$

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 ($\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_3$: 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。

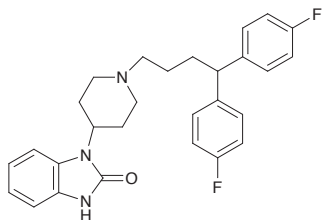
定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.33 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_3$

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℃

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℃ 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

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℃, 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℃ 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 → 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、めし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℃ 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 → 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℃ 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 → 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℃ 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℃ 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℃ 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。

フェノバルビタール ($C_{12}H_{12}N_2O_3$) 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。

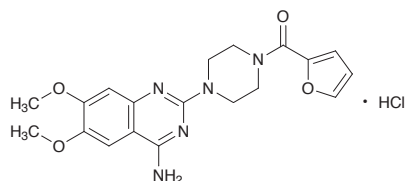
無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

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-dimethoxy-quinazolin-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℃ (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に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

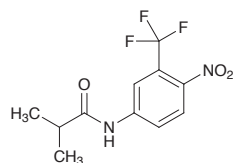
保存条件 遮光して保存する。

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 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、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 μ L 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 μ L 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, 白金ろつぽ)。

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 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 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：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

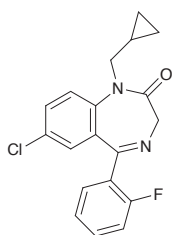
システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルタミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 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

 $C_{19}H_{16}ClFN_2O$: 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 ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) 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) 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 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/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 $C_{19}H_{16}ClFN_2O$

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 ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$: 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 ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) 約 20 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 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 ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) の量 (mg)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V / 1000)$$

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 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 中にフルトプラゼパム ($C_{19}H_{16}ClFN_2O$) 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。

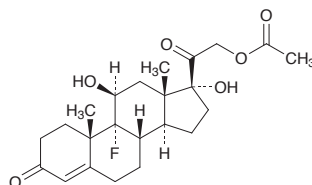
システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

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℃ 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℃、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。

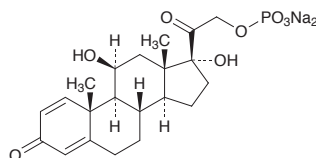
容 器 密閉容器。

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

リン酸プレズ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、蛍光を発しない。

（3） 本品の水溶液（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。

（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〉 $[\alpha]_D^{20}$: +96 ～ +103°（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 → 40）を加えて 10 mL とした液 2.5 mL をとり、薄めた塩酸（1 → 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℃ 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℃, 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℃ 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℃ 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 2 \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$$

W_s : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の称取量 (mg)

C : 1 錠中のプロクロルペラジンマレイン酸塩 ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 2 \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 2 \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 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℃ 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 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 ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 2 \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 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称取量 (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 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: 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 μL 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 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℃ 又は 120 ~ 122℃

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 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 ($\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$) 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 ($\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$: 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 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℃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 ($\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$) 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 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 ($\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$) 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 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℃ 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 μL 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 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 ($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$: 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 を加えて氷冷した後、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℃ 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。

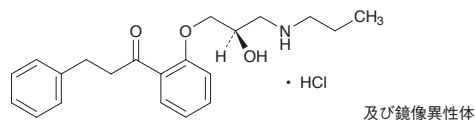
(i) 試料溶液 (a) 本品の「プロタミン硫酸塩」15.0 mg に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする操作を 3 回繰り返し、それぞれ試料溶液 (a_1)、(a_2) 及び (a_3) とする。

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



$C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$: 377.90

1-[2-[(2*RS*)-2-Hydroxy-

3-(propylamino)propyloxy]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の面積は、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 $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$

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 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$: 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 に対応する個数を取り、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 A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 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 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 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
 $\rightarrow$ 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 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 中にプロパフェノン塩酸塩 ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 約 67 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。別に定量用塩酸プロパフェノンを 105 $^{\circ}$ 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 に対応する個数を取り、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 $^{\circ}$ 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 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
 $\rightarrow$ 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 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: 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 μ m 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 μ L 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 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 μ m 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 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 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 $^{\circ}$ 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 ($C_7H_{10}N_2OS$) 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 ($C_7H_{10}N_2OS$) 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 ($C_7H_{10}N_2OS$) 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 μ m 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 $^{\circ}$ 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 ($C_7H_{10}N_2OS$) の量 (mg)

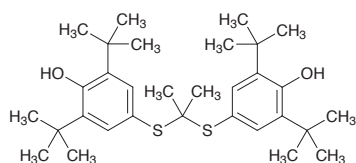
$$= W_s \times (A_T / A_s)$$

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

Probutol



$C_{31}H_{48}O_2S_2$: 516.84

4,4'-[Propan-2,2-diylbis(sulfandiyl)]bis[2,6-bis(1,1-dimethylethyl)phenyl] [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 ($C_{31}H_{48}O_2S_2$) 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、水にはほとんど溶けない。

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 $\rightarrow$ 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 $^{\circ}$ 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 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 μ L 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 $\rightarrow$ 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 μ L 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 ($C_{13}H_{19}NO_4S$) 約 15 μ g 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℃ 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。

$$\text{プロベネシド } (C_{13}H_{19}NO_4S) \text{ の量 (mg)} \\ = W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 25)$$

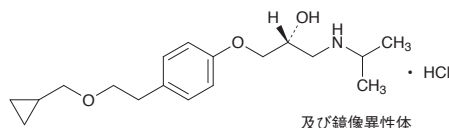
W_S : プロベネシド標準品の秤取量 (mg)

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条を加える。

ベタキシロール塩酸塩

Betaxolol Hydrochloride

塩酸ベタキシロール



$C_{18}H_{29}NO_3 \cdot HCl$: 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、ベタキシロール塩酸塩 ($C_{18}H_{29}NO_3 \cdot HCl$) 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℃

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 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/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 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、試料溶液のベタキシロール以外のピークの面積は、標準溶液のベタキシロールのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のベタキシロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のベタキシ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 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: 25℃ 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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 $C_{18}H_{29}NO_3 \cdot HCl$

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 ($C_{22}H_{29}FO_5$) 約 50 μ g 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 μ L 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 ($C_{22}H_{29}FO_5$) の量 (mg)

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 400)$$

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

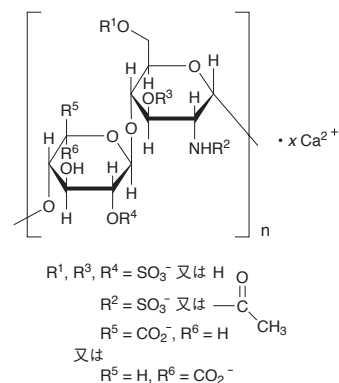
システムの性能 : 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、バタメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 10 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 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



[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- d_4 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- d_4 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- d_4 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 μL 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		アンチトロンビン III 試液 (μL)	ヒト正常血漿 (μL)	標準原液 (μL)
	ヘパリン濃度 (単位/mL)	緩衝液 (μL)			
(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 μL にアンチトロンビン III 試液 100 μL 、ヒト正常血漿 100 μL 及び緩衝液 700 μL を加え、試料溶液とする。

(vii) 操作法 試験管に試料溶液 400 μL 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 μL 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 μL 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 μL を加え、直ちに混和する。この液につき、試料溶液 400 μL に反応停止液 600 μL 及び水 600 μL 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）

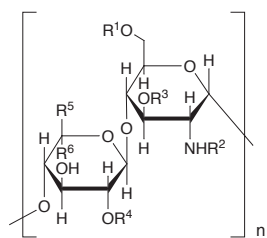
（2）カルシウム 本品約 50 mg を精密に量り、水 20 mL に溶かし、8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え、時々振り混ぜながら、3 ～ 5 分間放置した後、NN 指示薬 0.1 g を加え、直ちに 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

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、七モリ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。

$$\text{ミノサイクリン (C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7\text{) の量 [mg(力価)]} \\ = W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$$

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。

$$\text{ミノサイクリン (C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$$

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 (C₂₃H₂₇N₃O₇) 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) に対応する個数を取り、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。

$$\text{ミノサイクリン (C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7\text{) の量 [mg(力価)]} \\ = W_s \times (A_T / A_S) \times 40$$

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 に溶かし、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。

$$\text{ミノサイクリン (C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7\text{) の量 [mg(力価)]} \\ = W_s \times (A_T / A_S) \times 4$$

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－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℃ 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。

メピバカイン塩酸塩（ $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$ ）の量（mg）
 $= W_S \times (Q_T / Q_S)$

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℃ 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°C , 3 時間)。

エンドトキシン (4.01) 0.12 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 本品 10 個以上を取り、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。

メロペネム ($\text{C}_{17}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$) の量 [mg(力価)]

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

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。

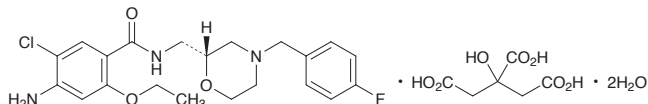
貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる。

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*RS*)-

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 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 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 μ L 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 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 40000 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，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 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 μ L 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 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 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，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、バドル法により、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、バドル法により、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 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_s) \times (1 / C) \times 36 \times 1.168$$

W_s : 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。

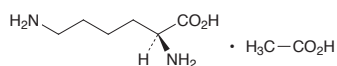
医薬品各条の部 L-リジン塩酸塩の条の次に次の一条を加える。

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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$

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)]

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times 15$$

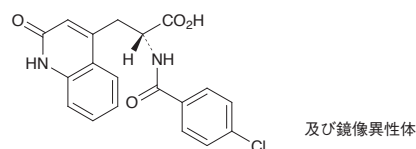
W_s : リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

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



$C_{19}H_{15}ClN_2O_4$: 370.79

(2*RS*)-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 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℃ 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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 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 0.5 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 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：1-デカンサ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 μ L 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 μ L 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 μ L 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 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/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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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。

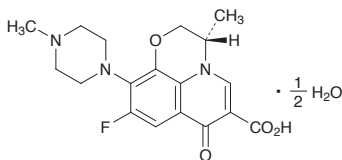
貯法 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 レボドパ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 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の面積は、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 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：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 μL 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 μL 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 μL 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。

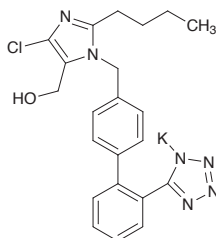
ロキタマイシン錠

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の面積は、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 °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 °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* Benthām (*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。茎は方形柱形、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、髄の柔細胞中にシュ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℃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、あらかじめフラスコ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 ($C_{23}H_{28}O_{11}$: 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 → 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填する。

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 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 (ブシ末 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 (ブシ末 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, 「ブシ末」のブシ末1 又は「ブシ末」のブシ末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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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℃ 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) ブシジエステラルカロイド (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ラ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℃ 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ラ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℃, 5 時間)。

軟エキス 66.7 % 以下 (1 g, 105℃, 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 → 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 → 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 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 $^{\circ}$ 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 μ L 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 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、残留物にブシヨリン酸塩緩衝液/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 $^{\circ}$ 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（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℃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 → 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 → 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 → 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 → 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℃ 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 ($C_{28}H_{26}O_{11}$: 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パ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パ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パ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(シャクヤク)。

(2) (ビャクジュツ配合処方) 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(ビャクジュツ)。

(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。これに噴霧用ドラッグエ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 μL 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 $^{\circ}\text{C}$, 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 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 ($\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_{11}$) 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $\rightarrow$ 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。

(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 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[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 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：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 μL 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 μL 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、残留物をブシウリン酸塩緩衝液/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 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填する。

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. *davidiana* 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。

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℃ 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リスチシン 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℃ 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 ($C_{25}H_{28}O_{11}$: 480.46) 6 ～ 18 mg (ボタンビ 3 g の処方)、5 ～ 15 mg (ボタンビ 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 (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パ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パ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パ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 「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 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, 「ボタンビ」2.5 g, 「ケイヒ」1 g 及び「ブシ末」のブシ末 0.5 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℃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℃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℃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℃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 (ブシ又はブシ末)。

純度試験

- (1) 重金属 $\langle 1.07 \rangle$ 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 $\langle 1.11 \rangle$ 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 $\langle 2.01 \rangle$ 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 $^{\circ}$ 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 $\langle 2.41 \rangle$ 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 $\langle 5.01 \rangle$ 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 $\langle 2.01 \rangle$ 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 $\langle 2.01 \rangle$ 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ビフロリン 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 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 (乾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

樺櫟

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。

本品はに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 補中益気湯エキスの条基原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、収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.

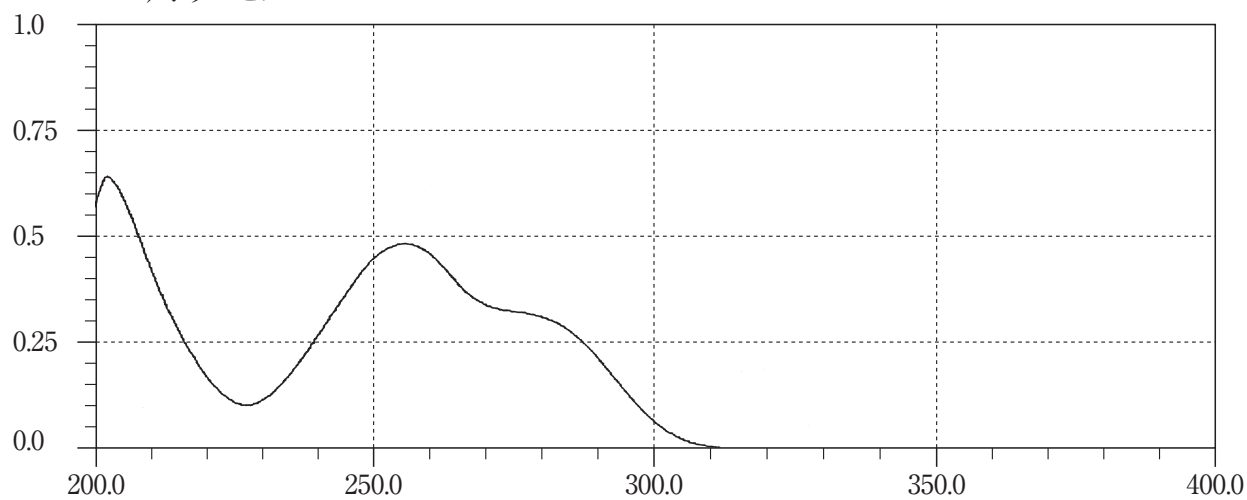
容 器 気密容器.

参照紫外可視吸収スペクトル

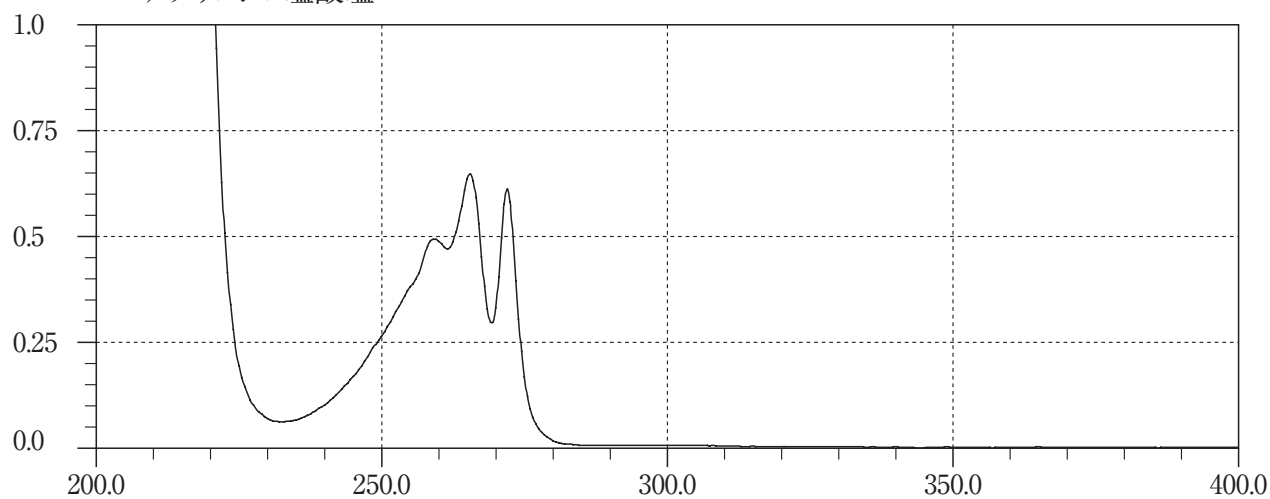
参照紫外可視吸収スペクトル 改正事項

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。

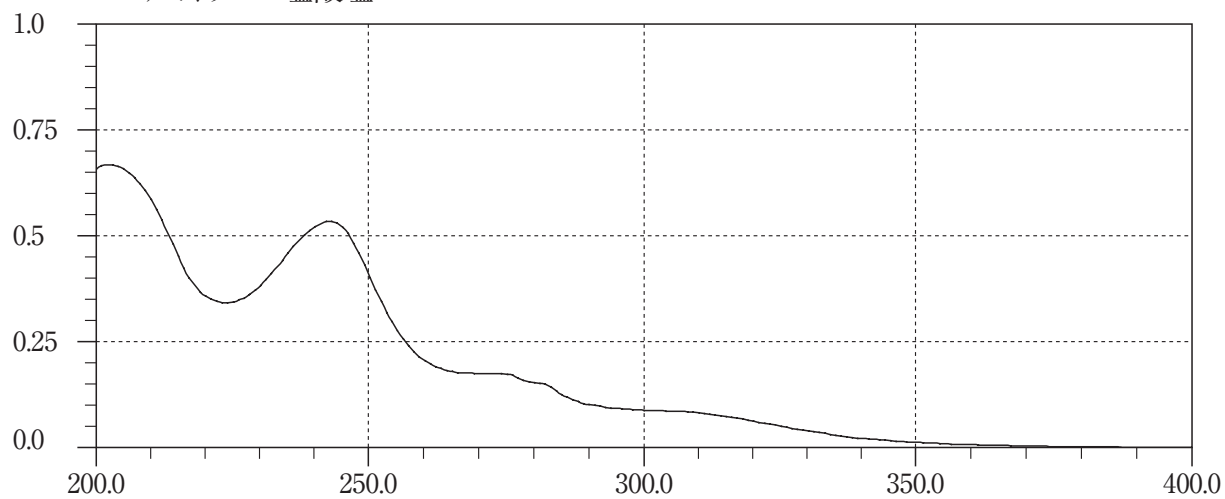
アシクロビル



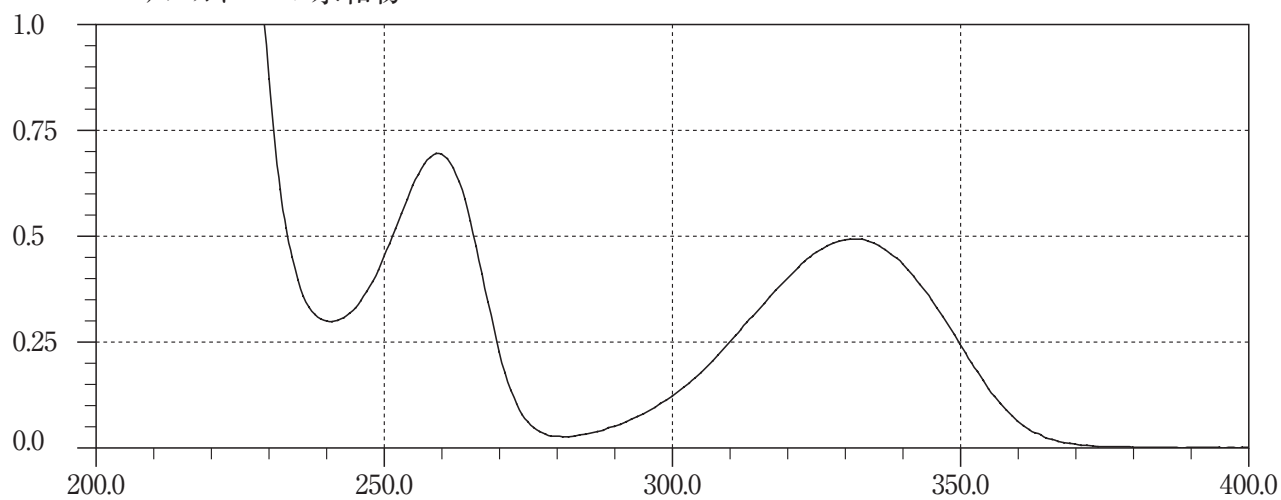
アプリンジン塩酸塩



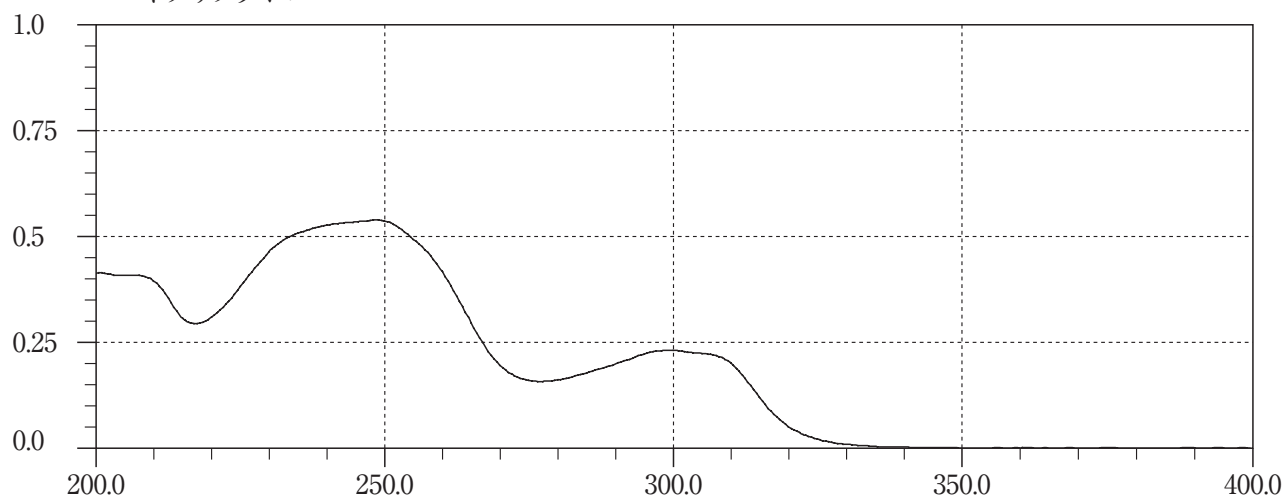
アミオダロン塩酸塩



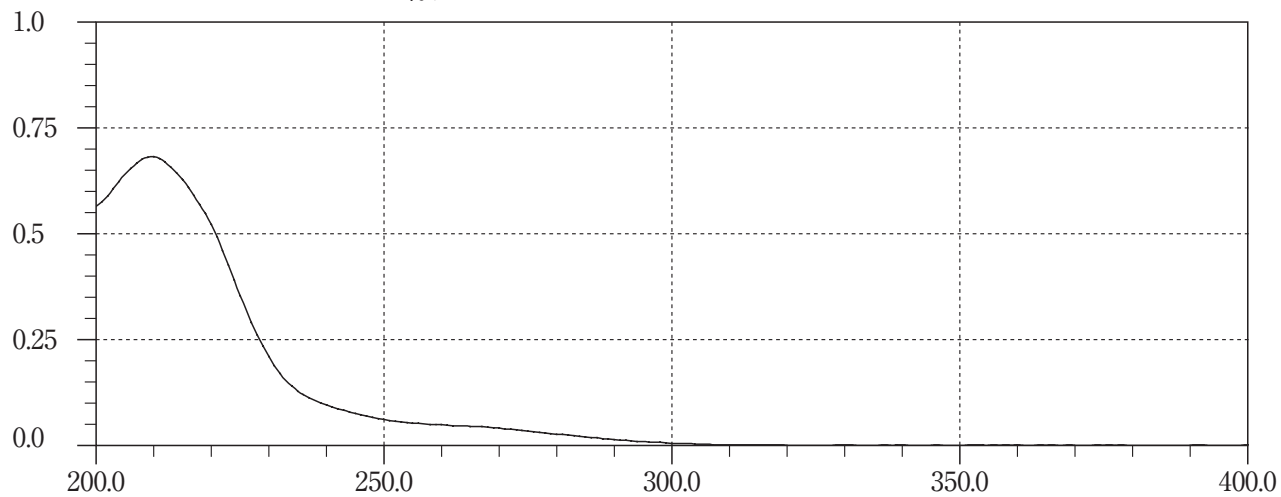
アルガトロバン水和物

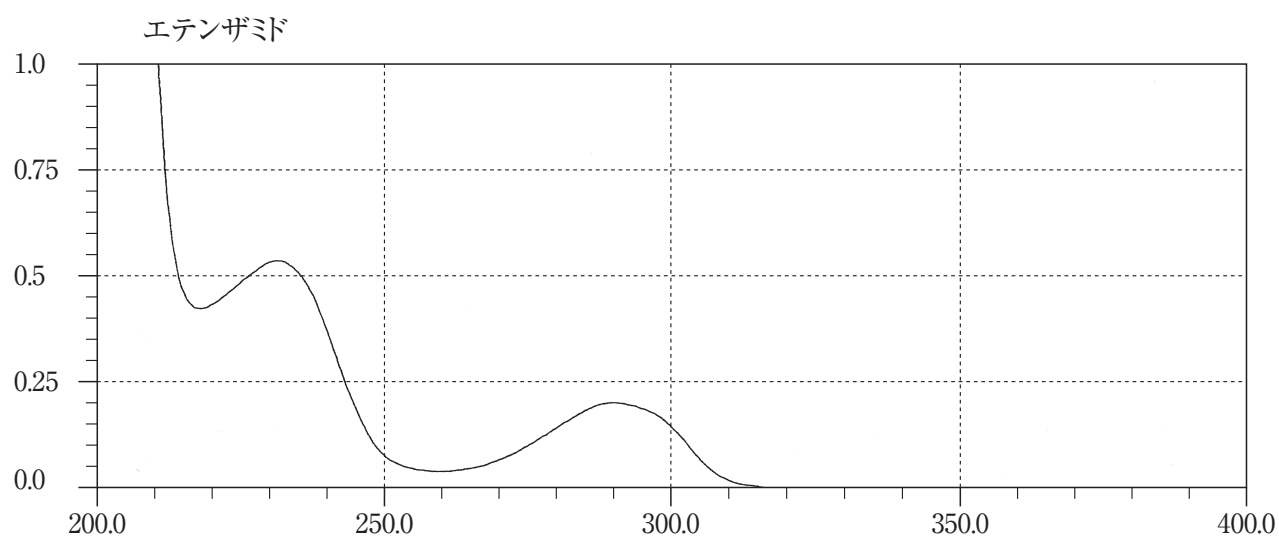
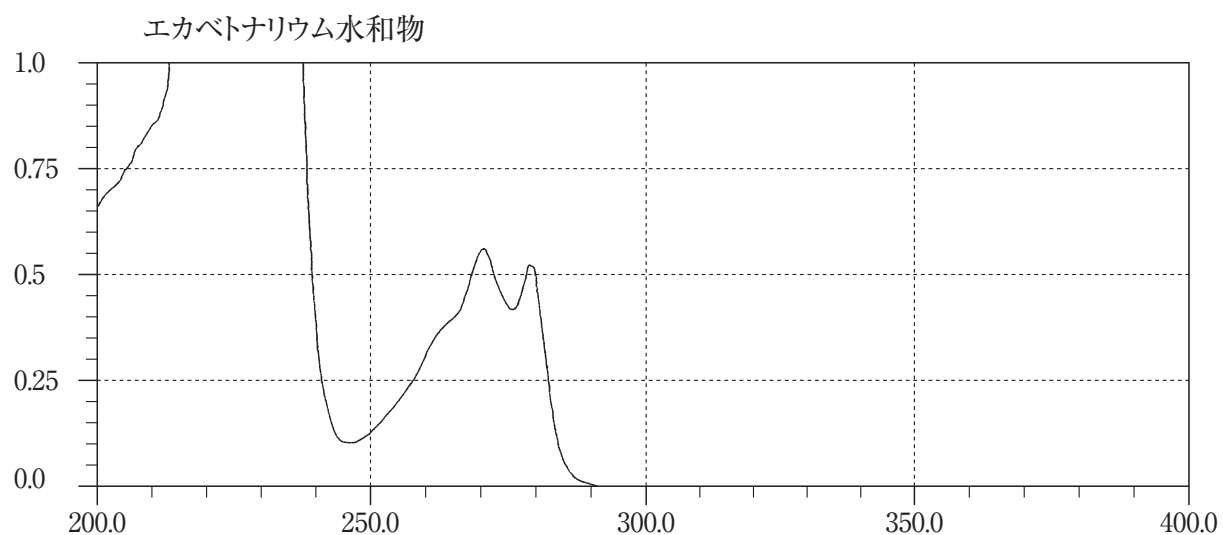
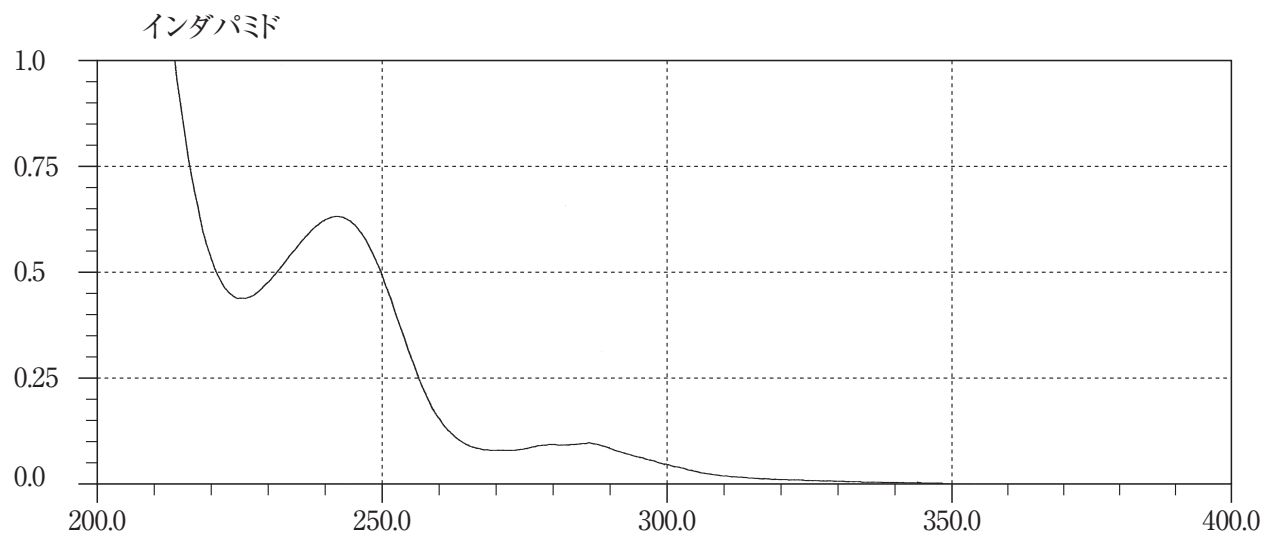


イプリフラボン

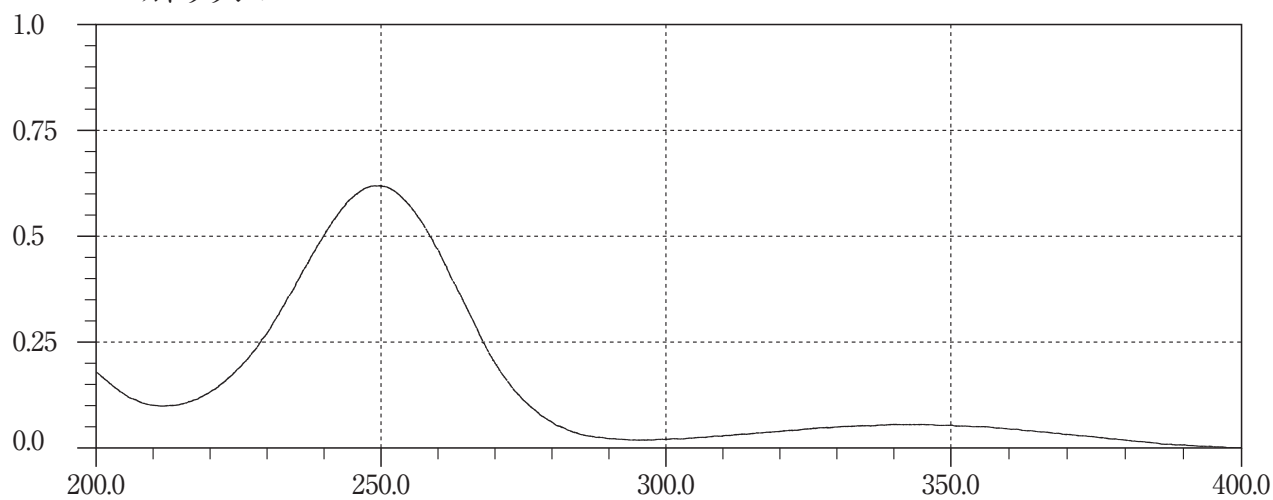


イルソグラジンマレイン酸塩

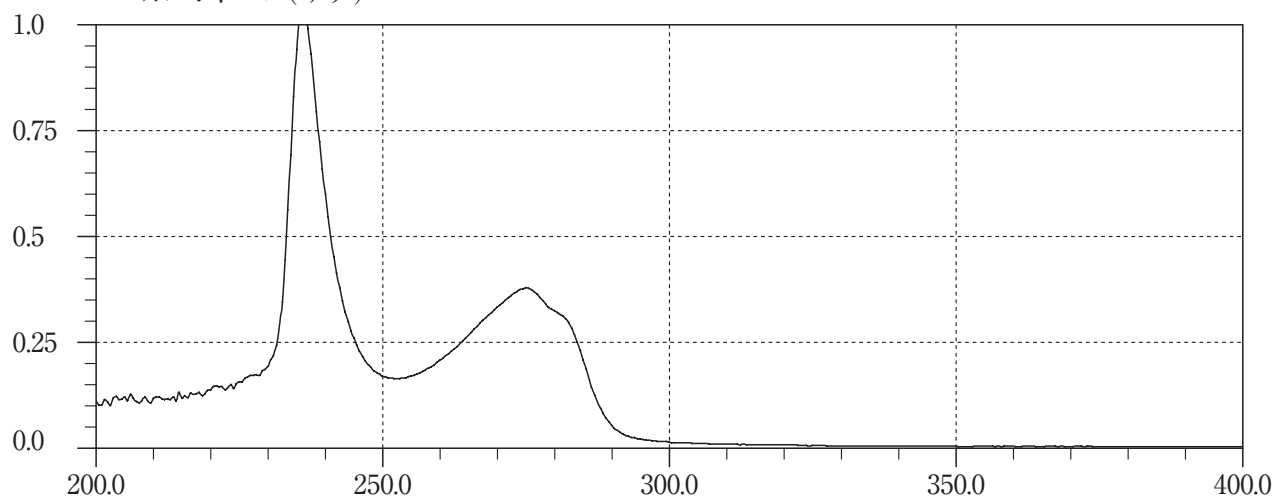




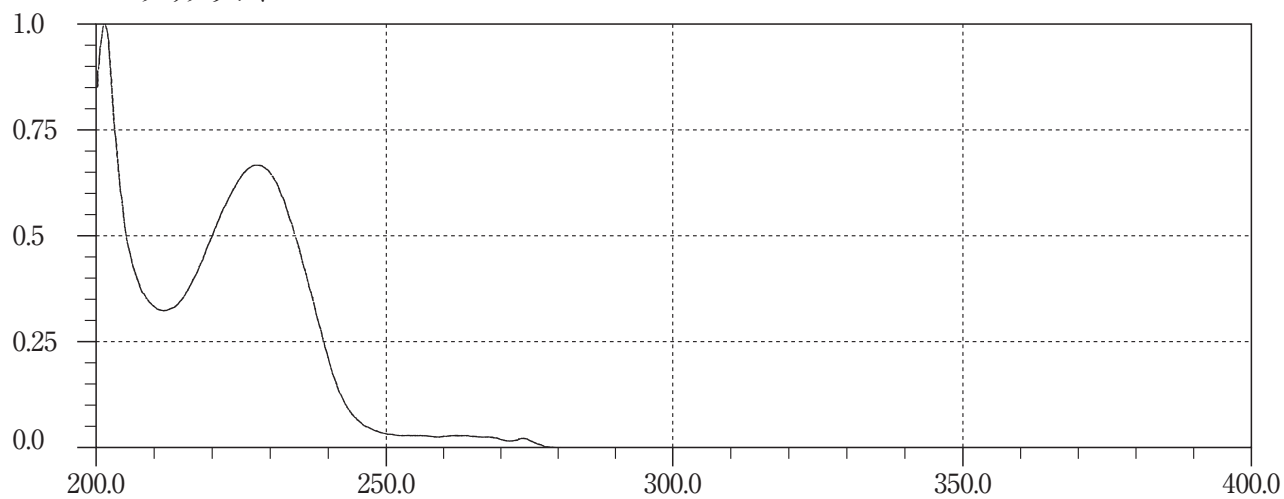
カドララジン



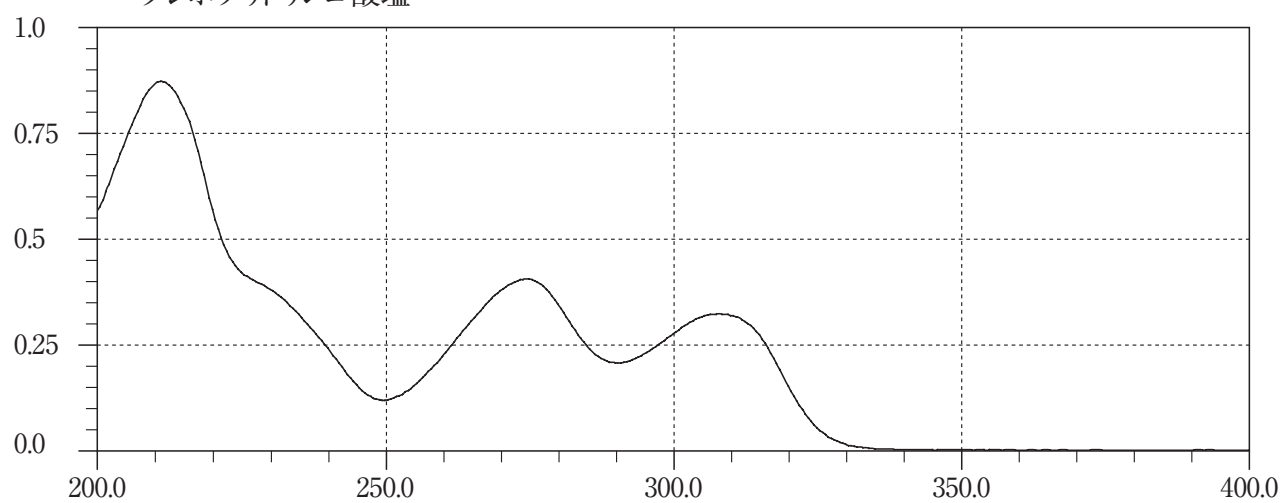
カルシトニン(サケ)



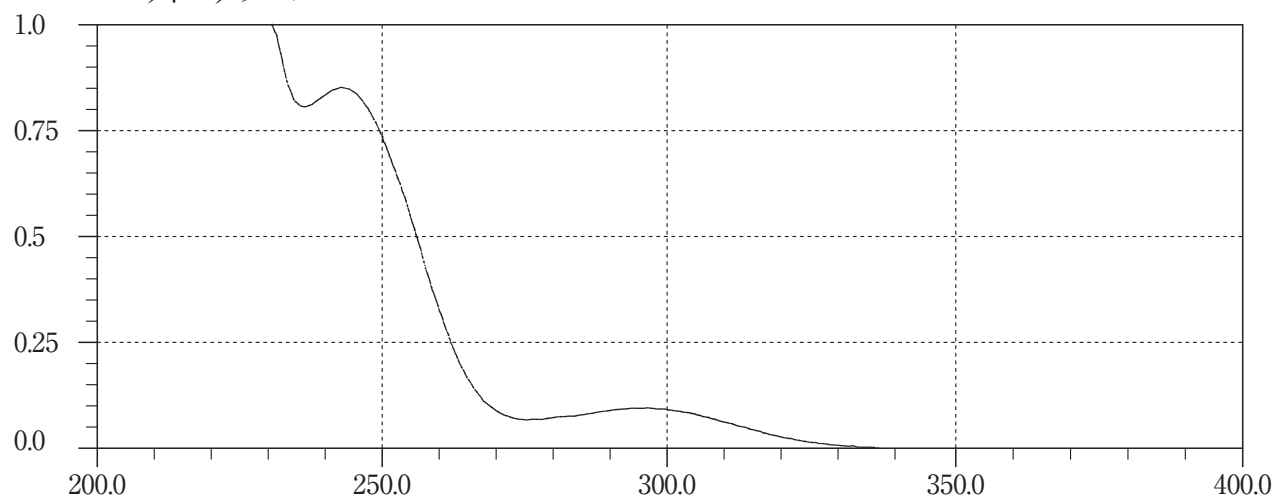
グリクラジド



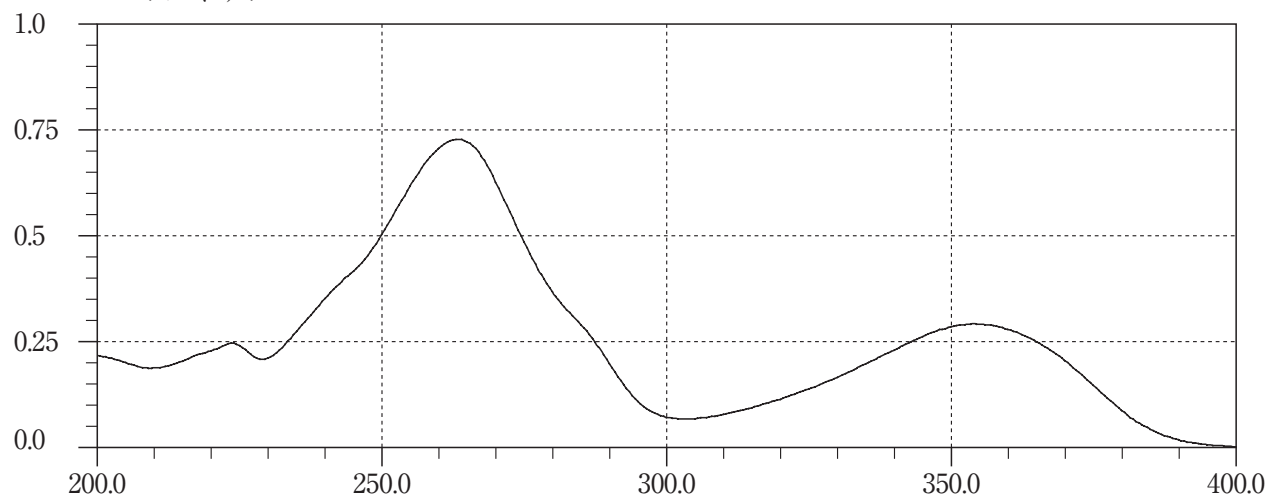
クレボプリドリンゴ酸塩



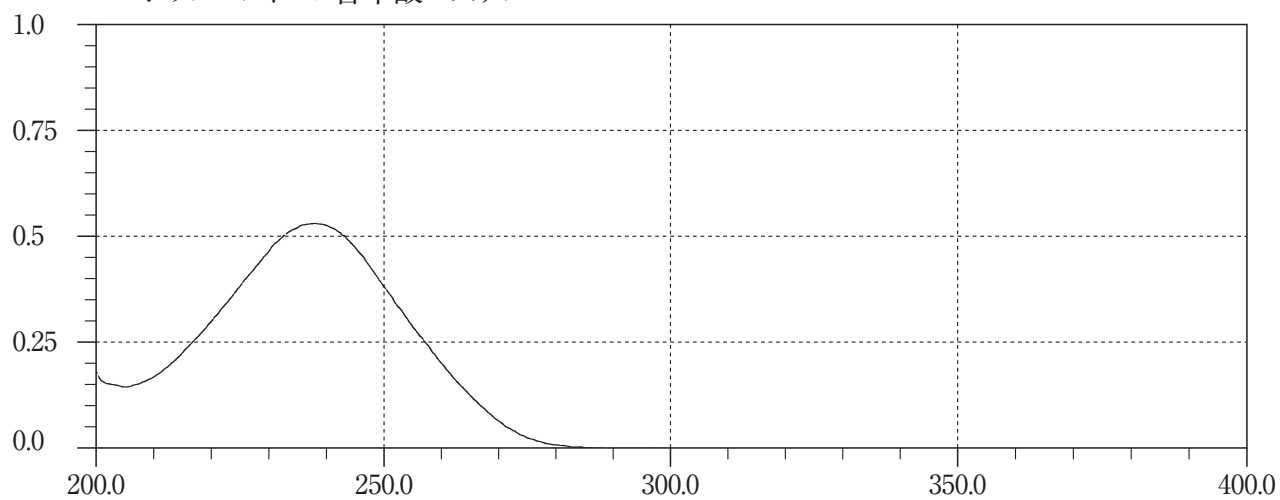
ケトコナゾール



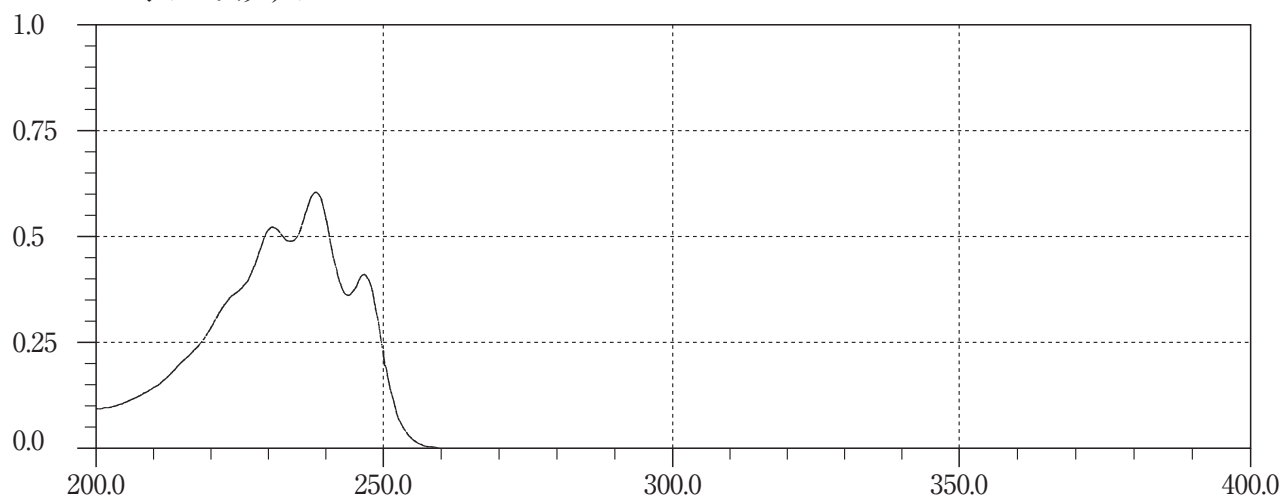
シノキサシン



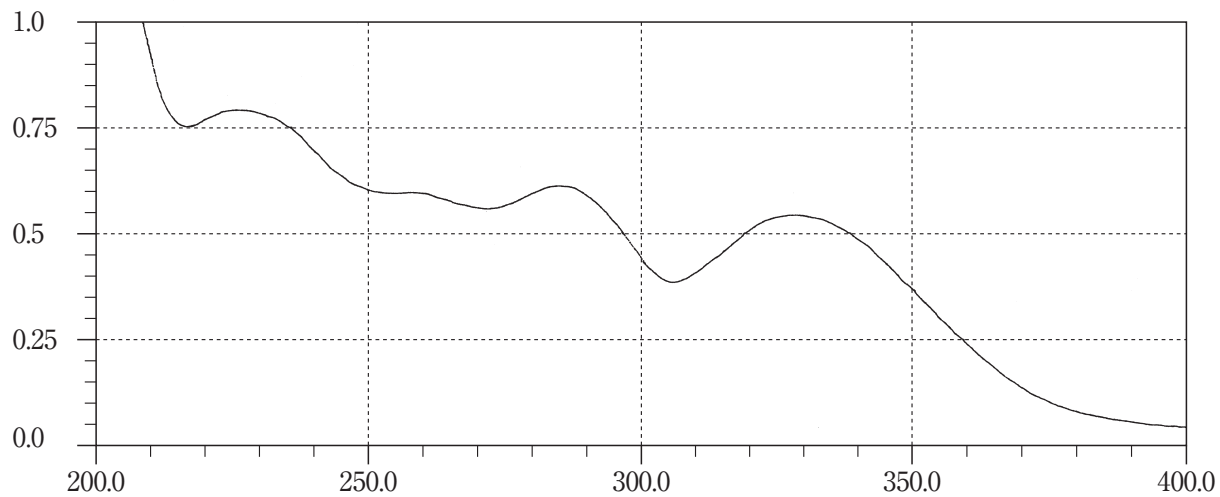
ジフルコルトロン吉草酸エステル



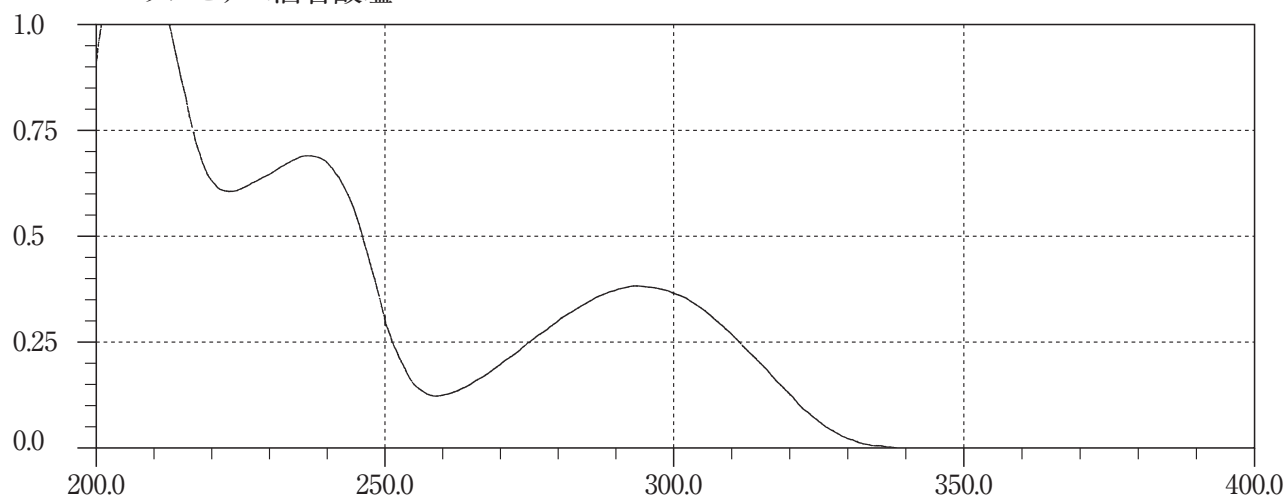
シンバスタチン



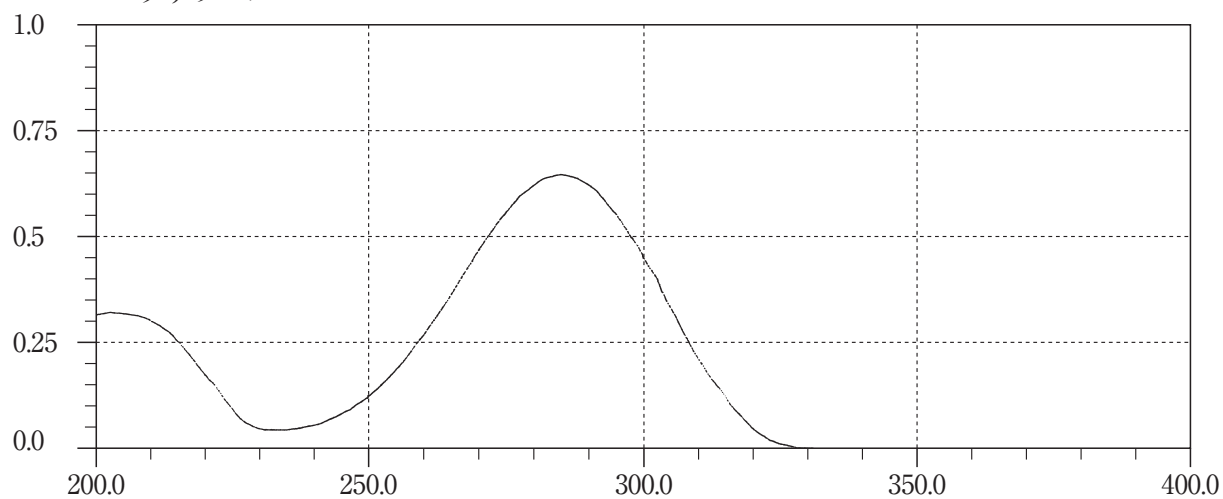
スリンダク



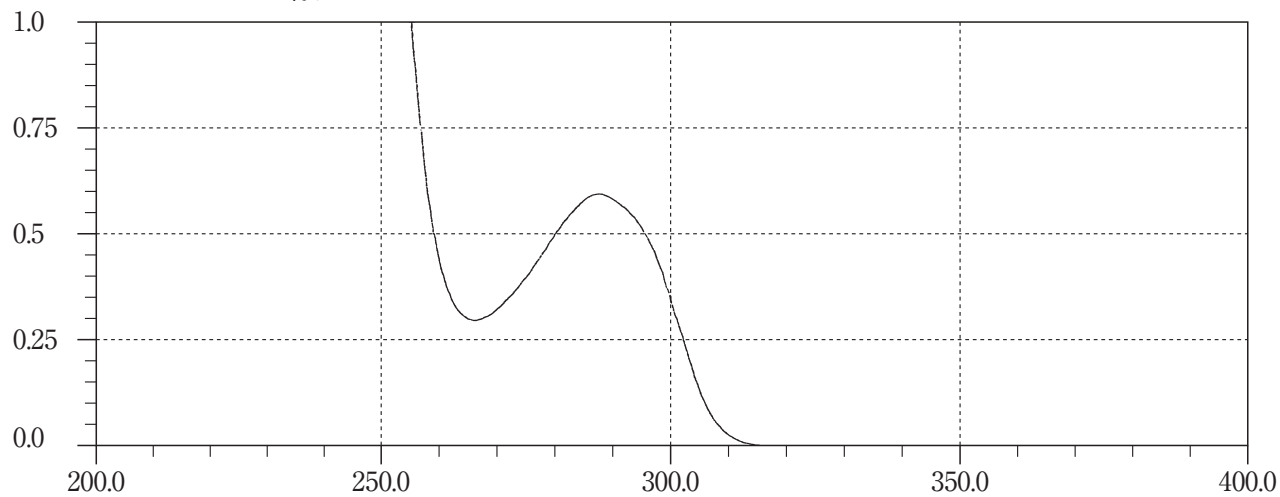
ゾルピデム酒石酸塩



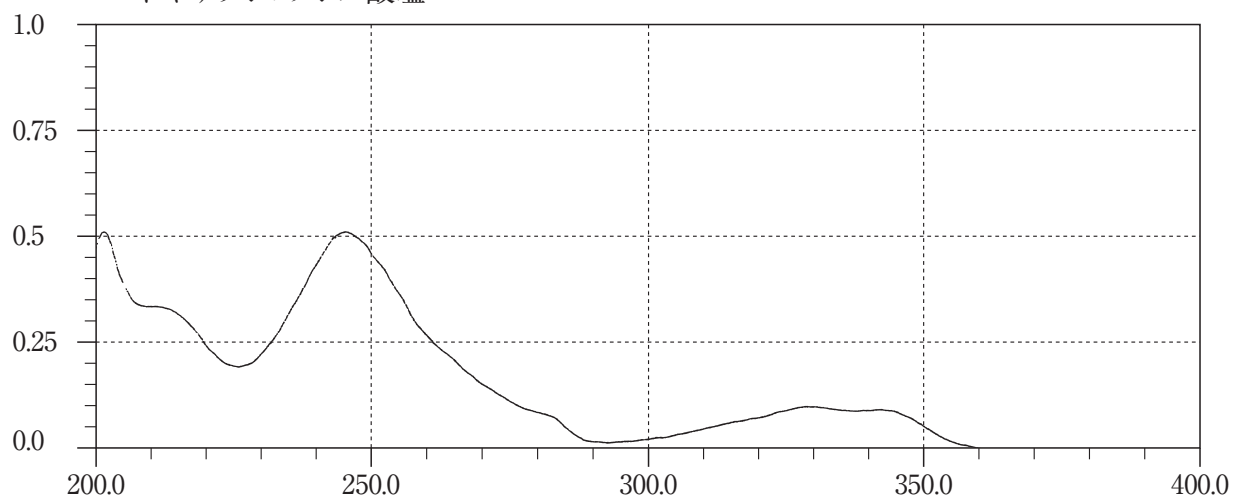
ダナゾール



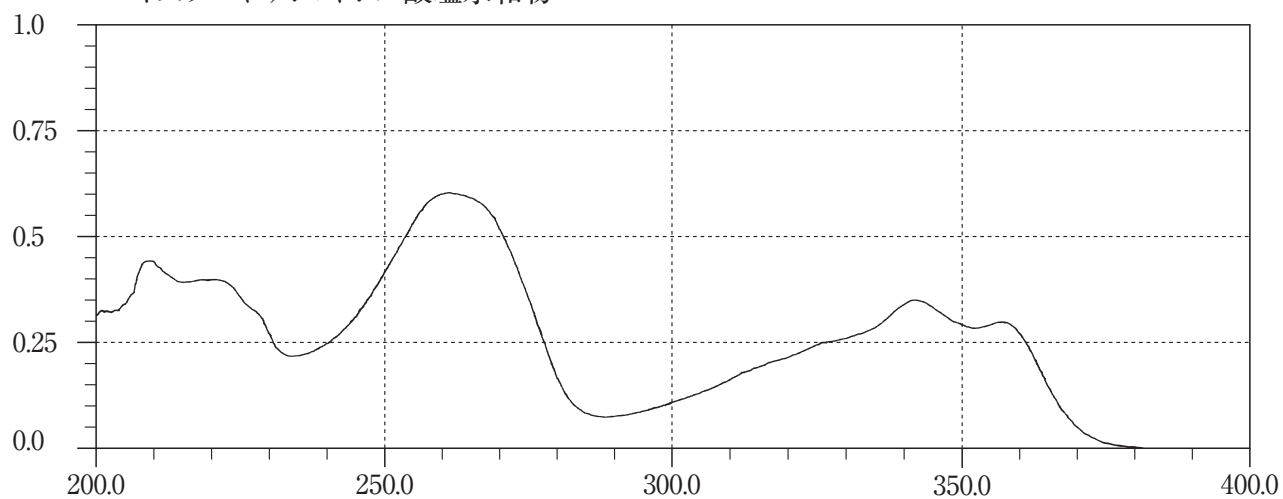
チアプリド塩酸塩



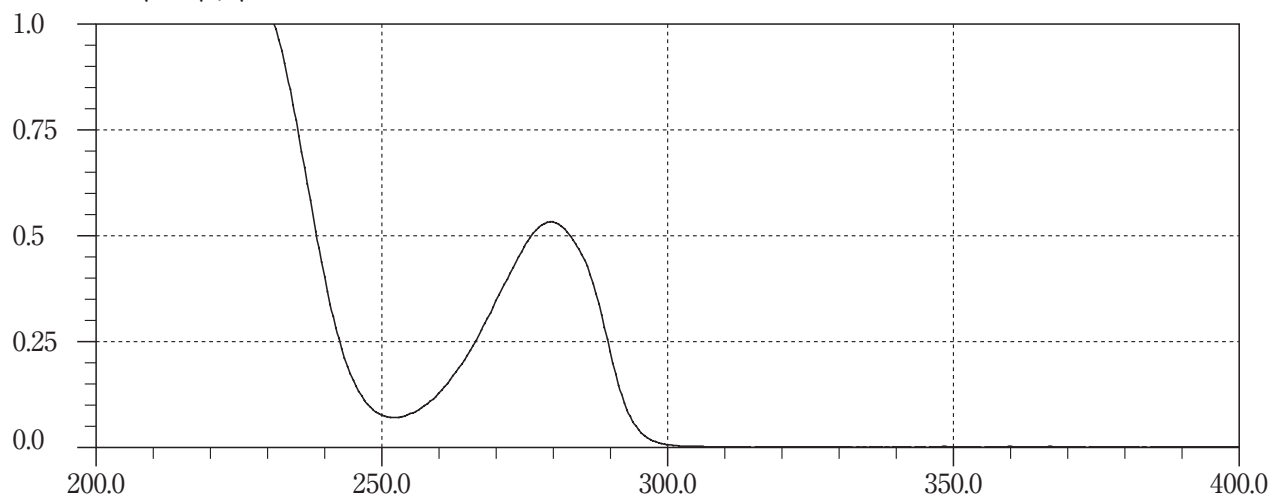
ドキサゾシンメシル酸塩

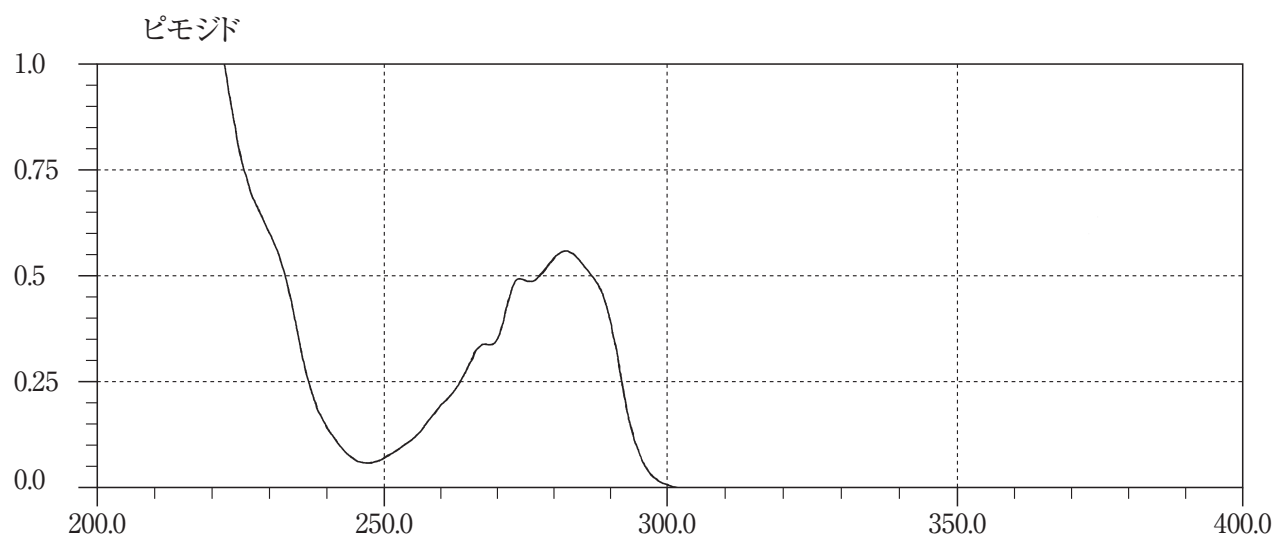
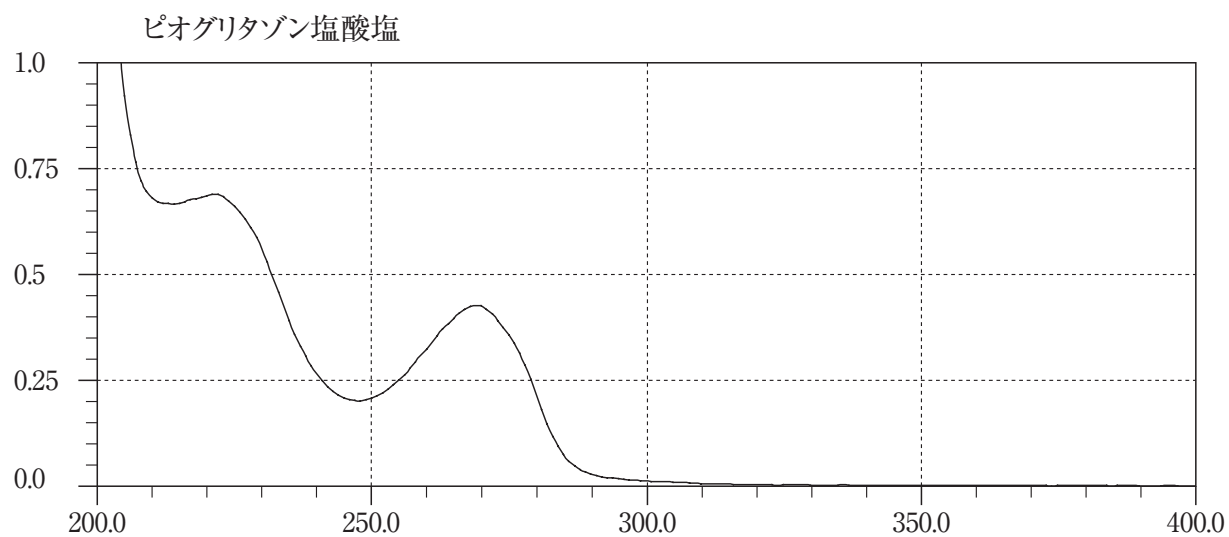
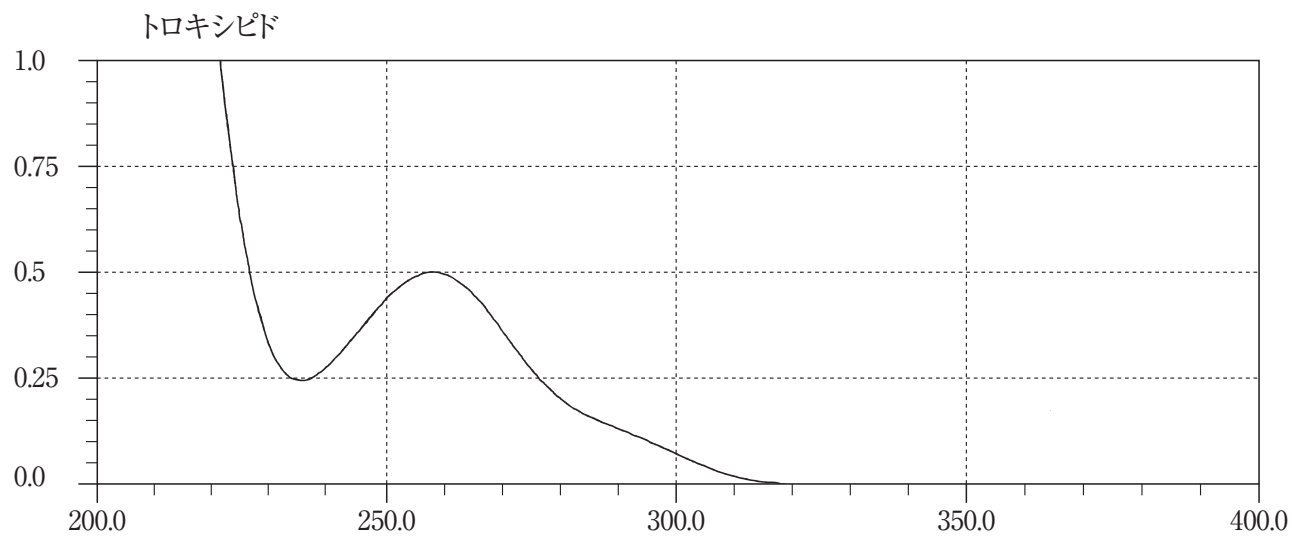


トスフロキサシントシル酸塩水和物

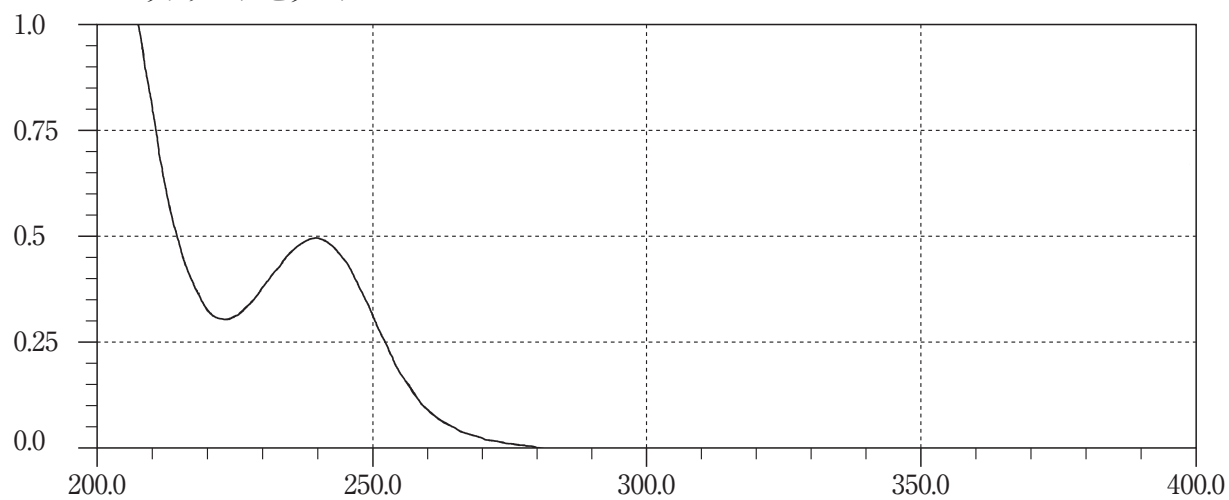


ドロキシドパ

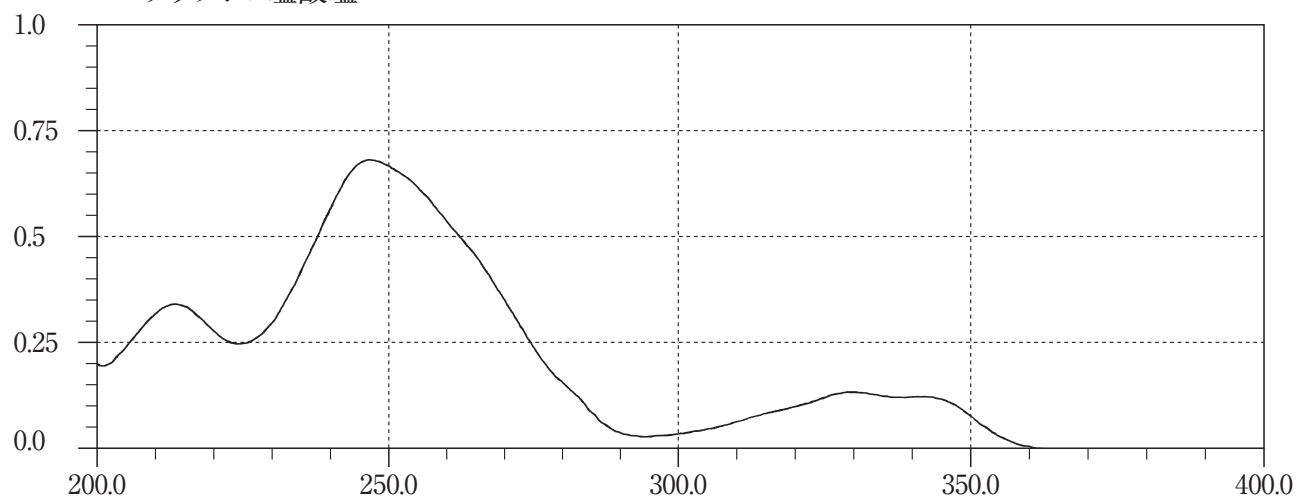




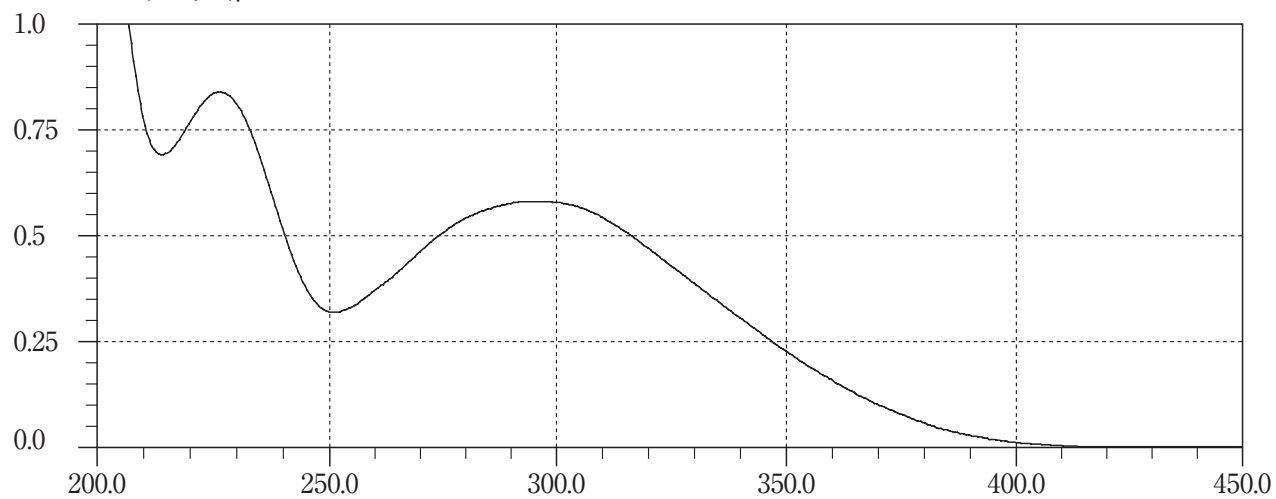
フェノバルビタール



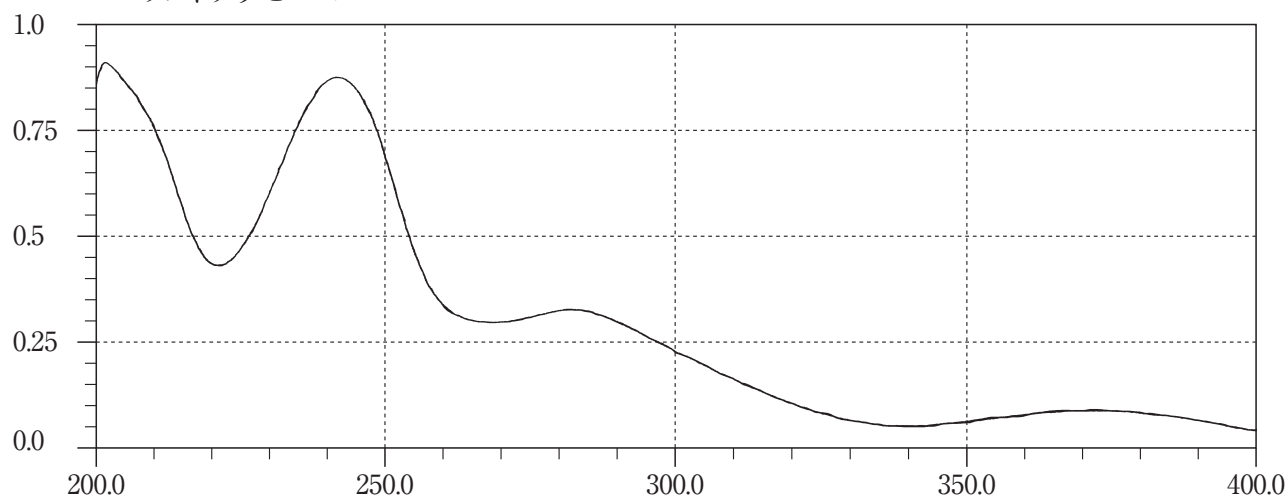
プラゾシン塩酸塩



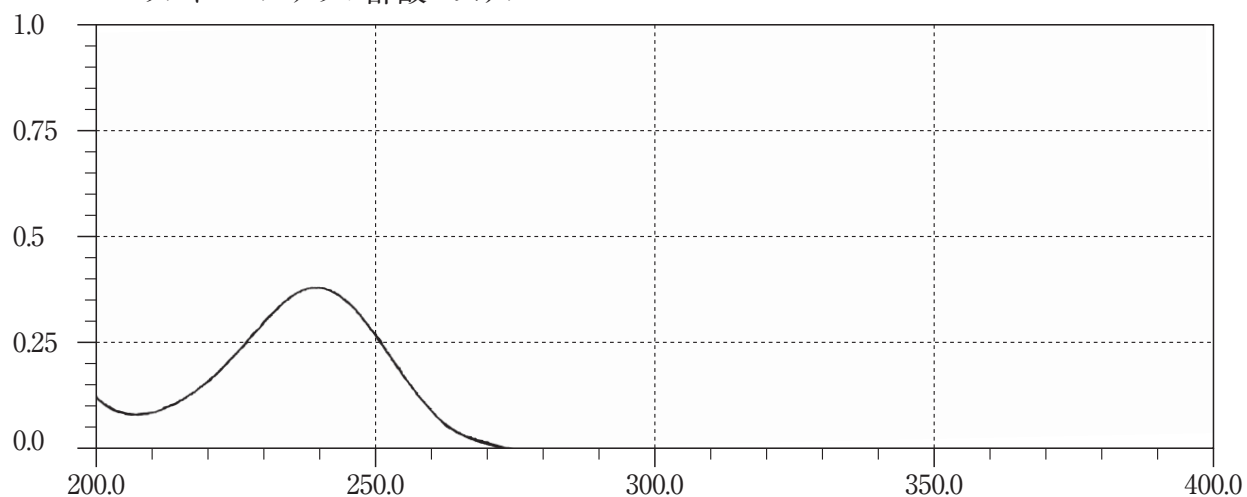
フルタミド



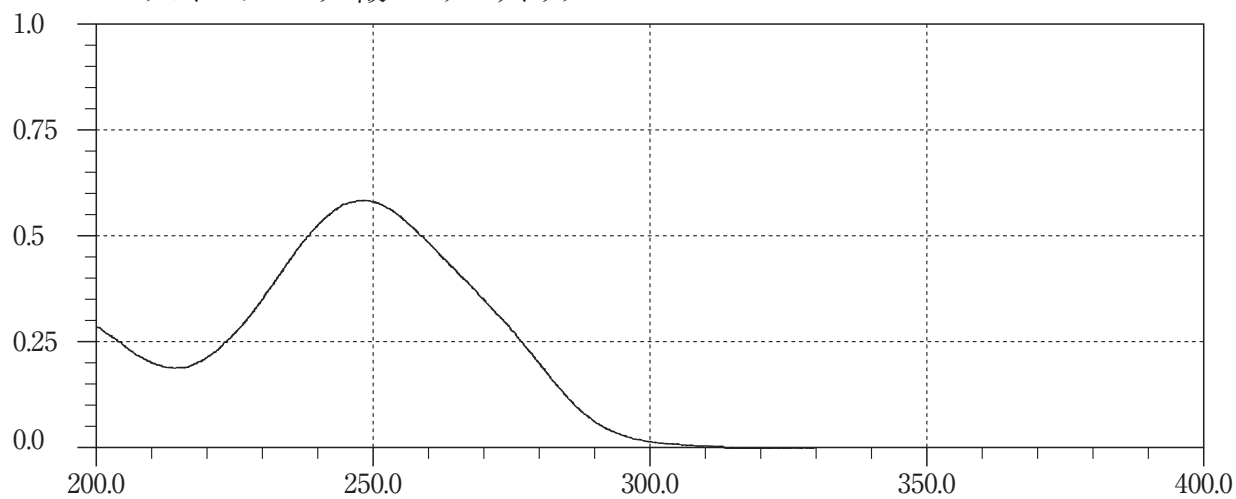
フルトプラゼパム



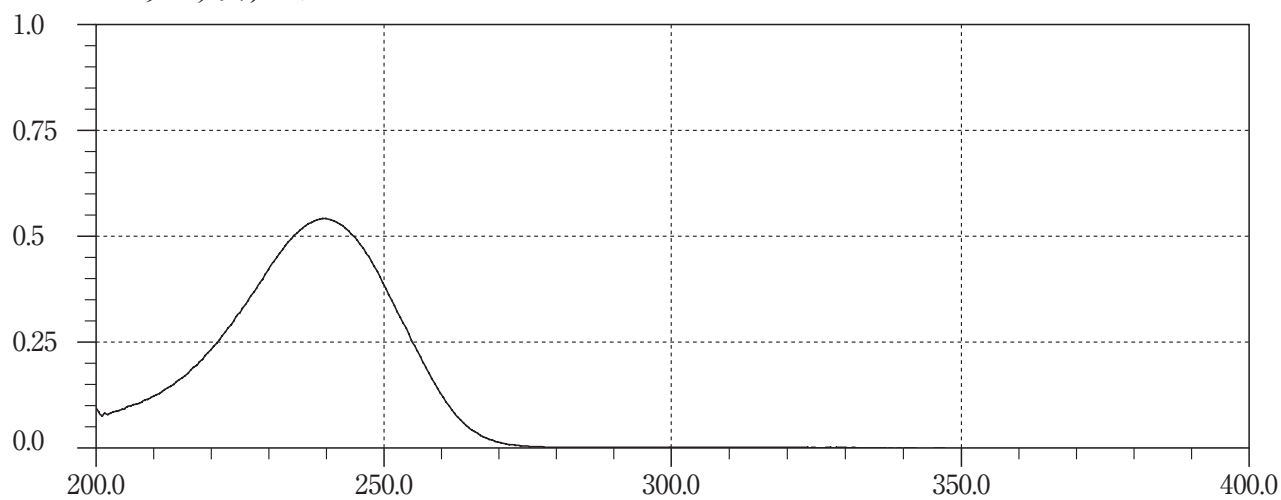
フルドロコルチゾン酢酸エステル



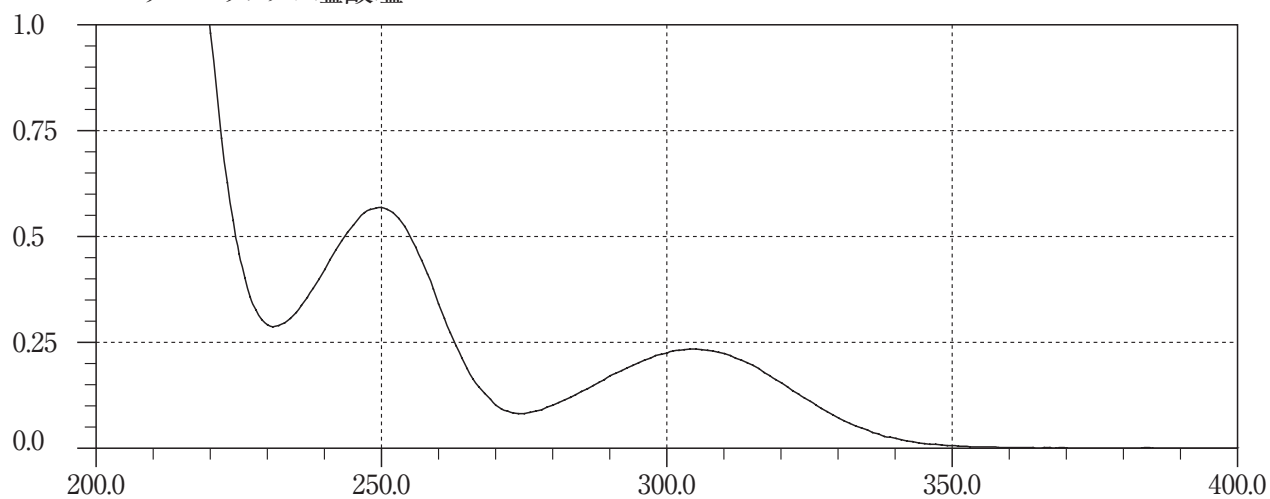
プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム



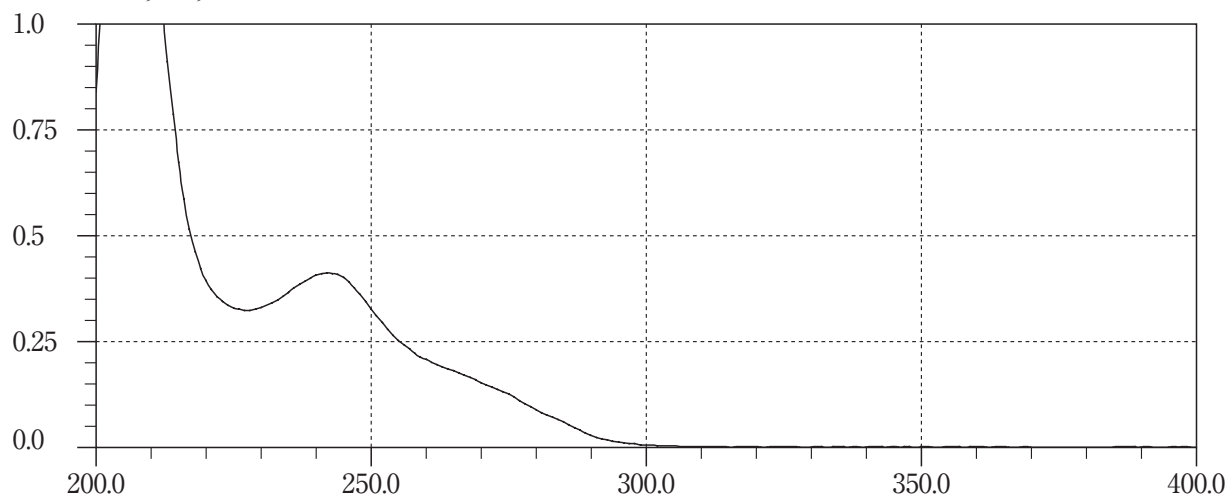
プロゲステロン



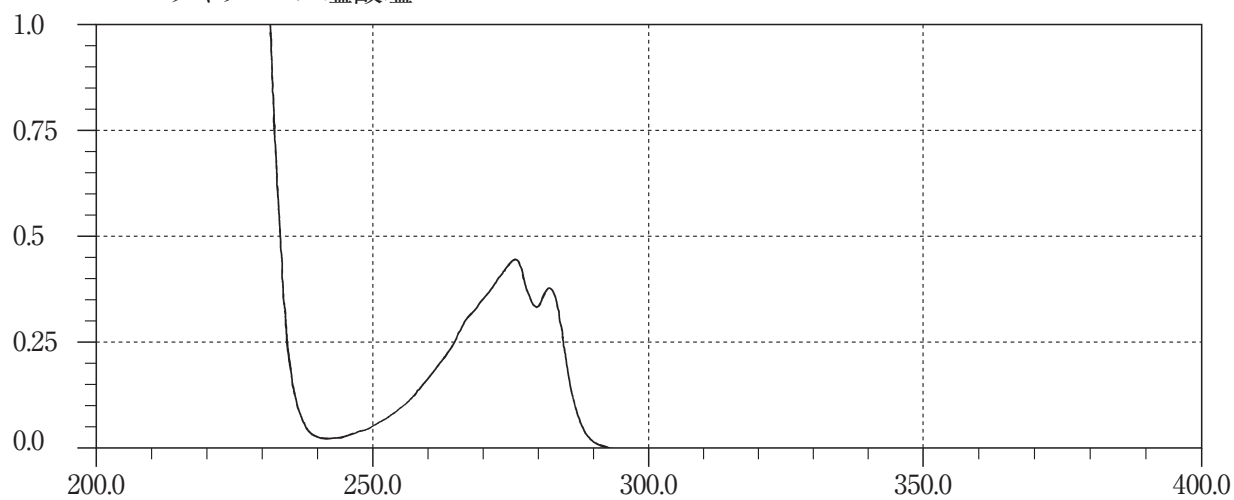
プロパフェノン塩酸塩



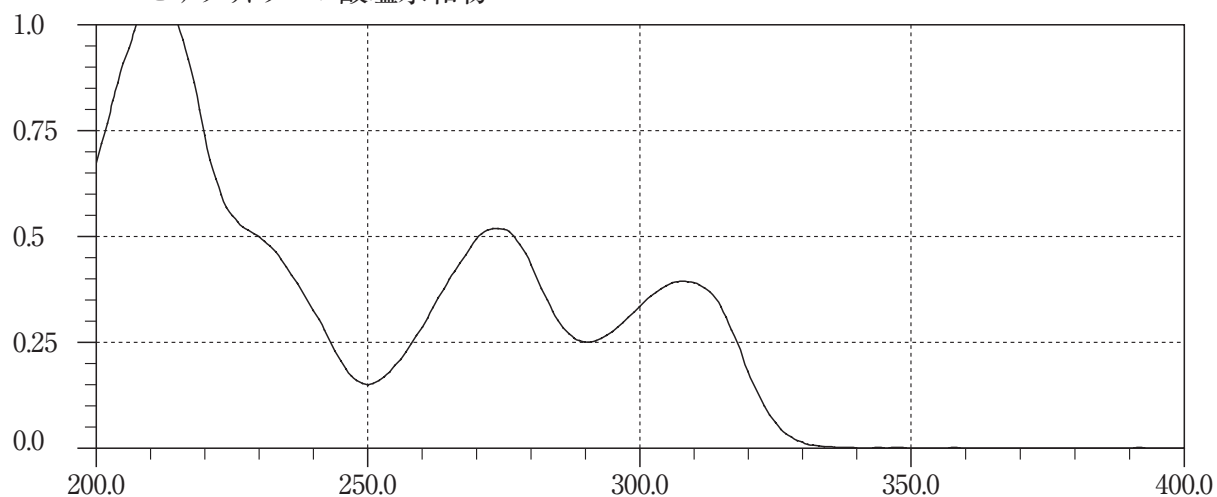
プロブコール



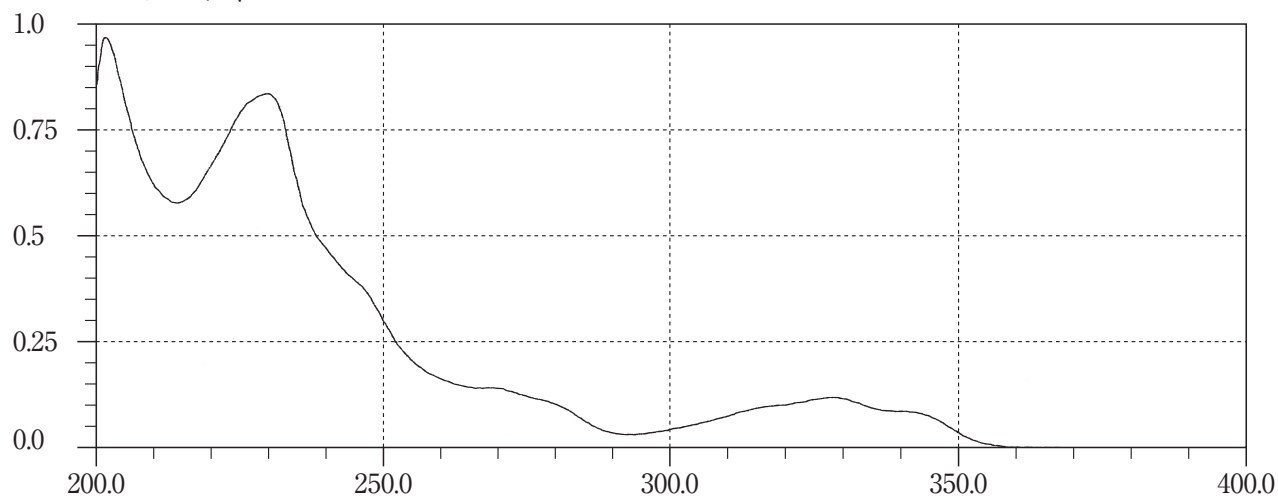
ベタキソロール塩酸塩



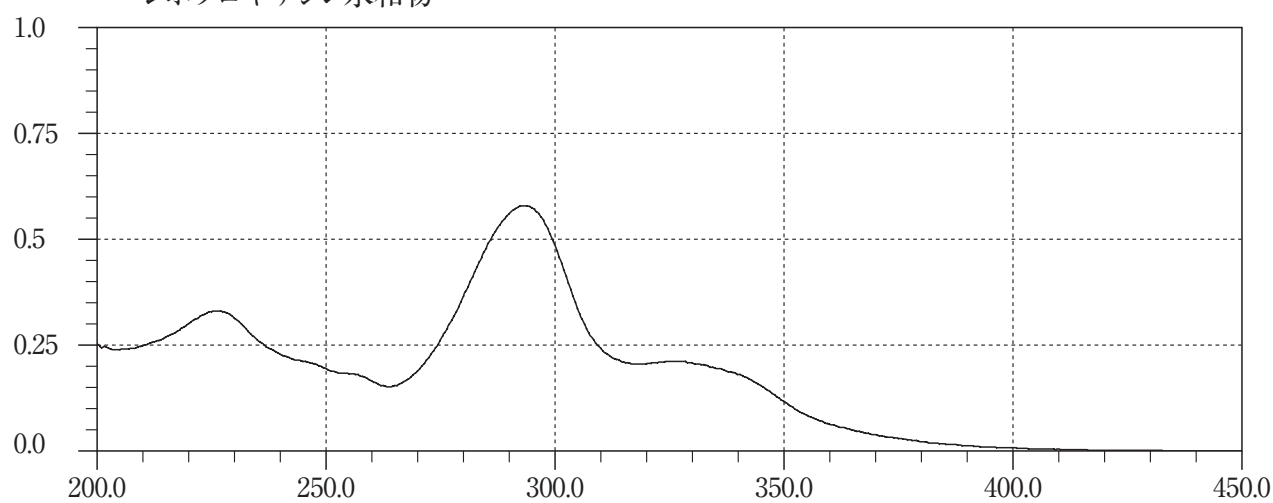
モサプリドクエン酸塩水和物



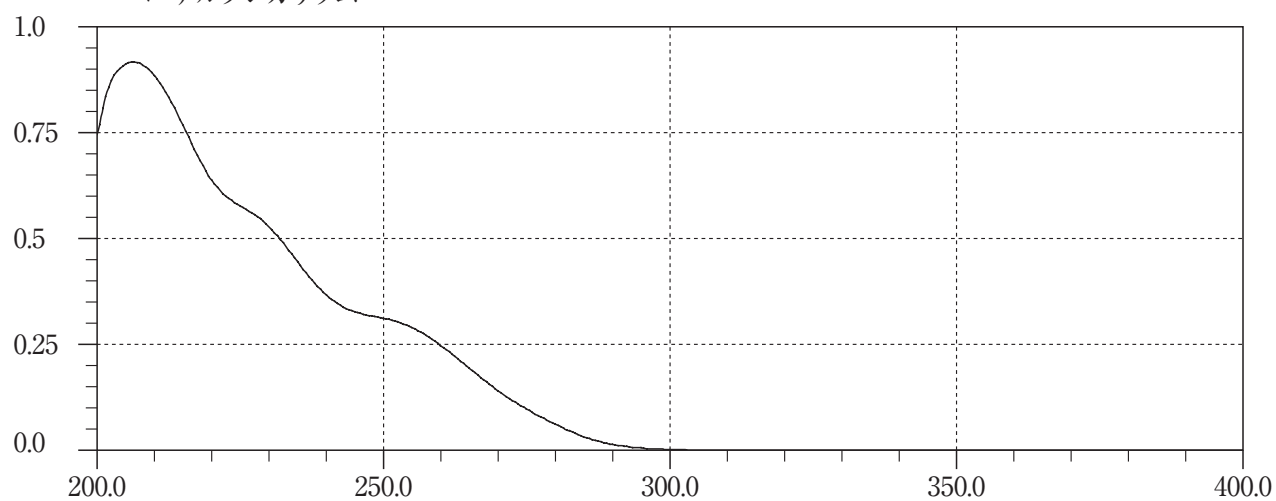
レバミピド



レボフロキサシン水和物



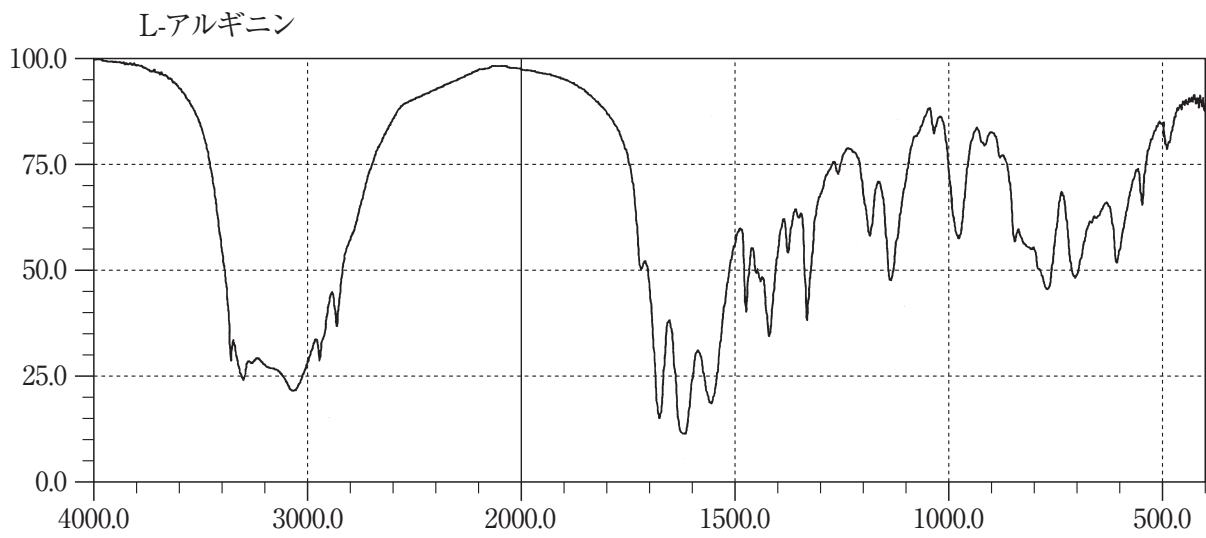
ロサルタンカリウム



参照赤外吸収スペクトル

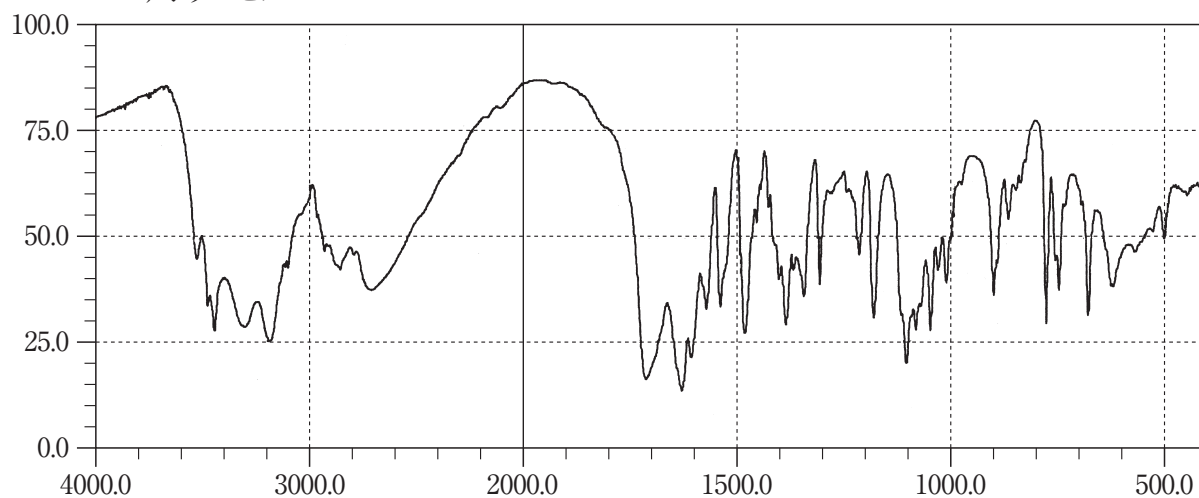
参照赤外吸収スペクトル 改正事項

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.

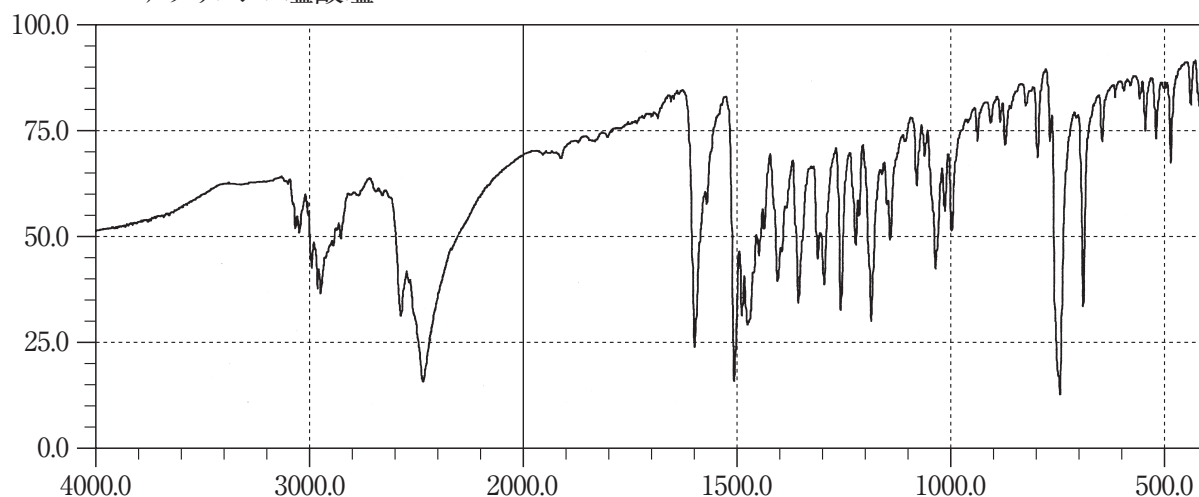


参照赤外吸収スペクトルの部に次の五十一条を加える.

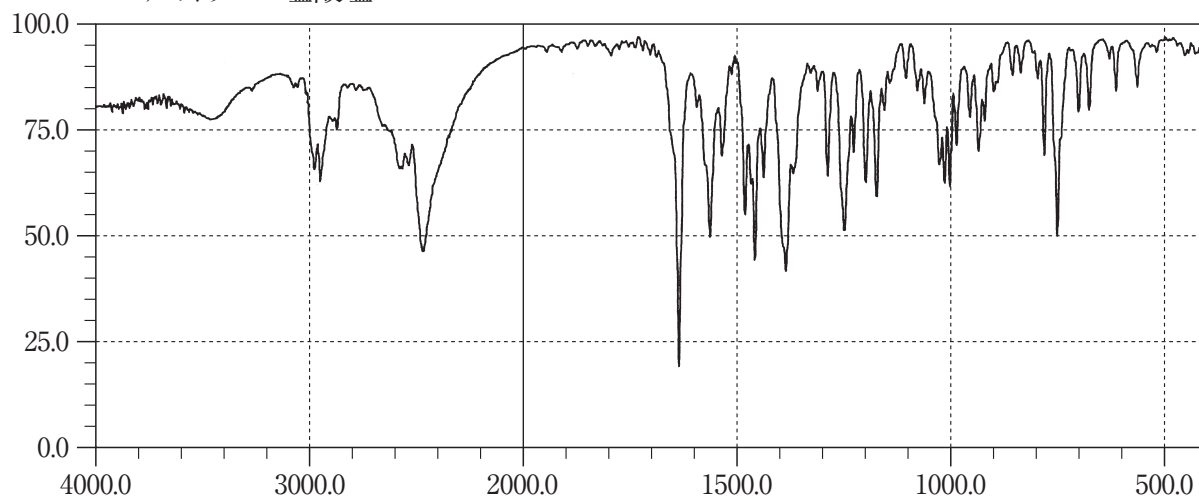
アシクロビル



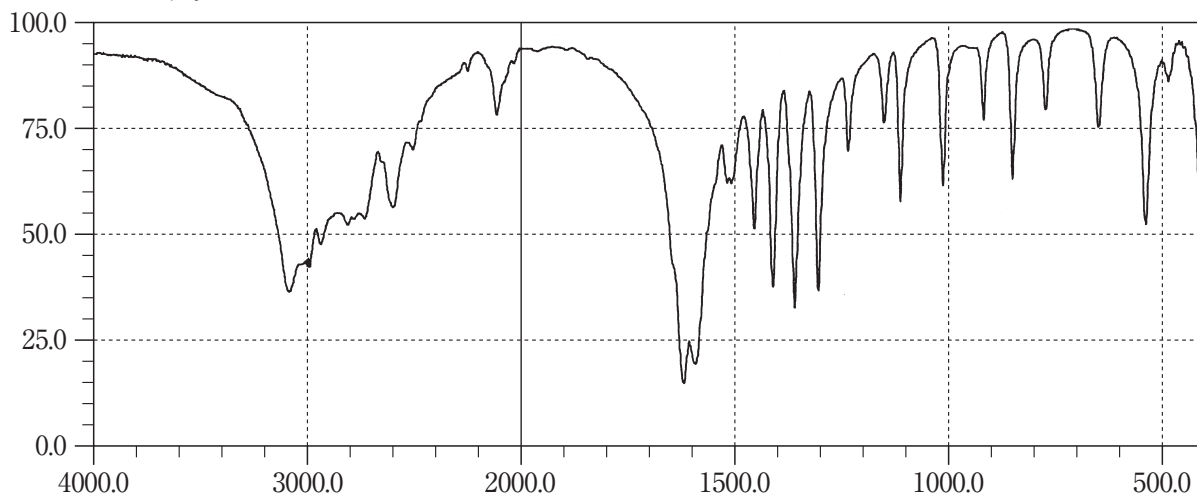
アプリンジン塩酸塩



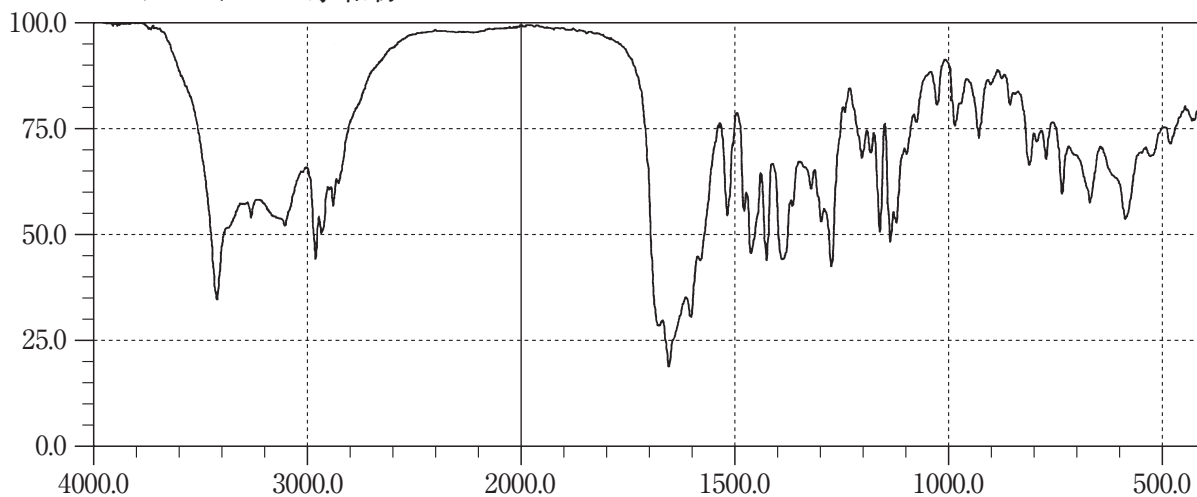
アミオダロン塩酸塩



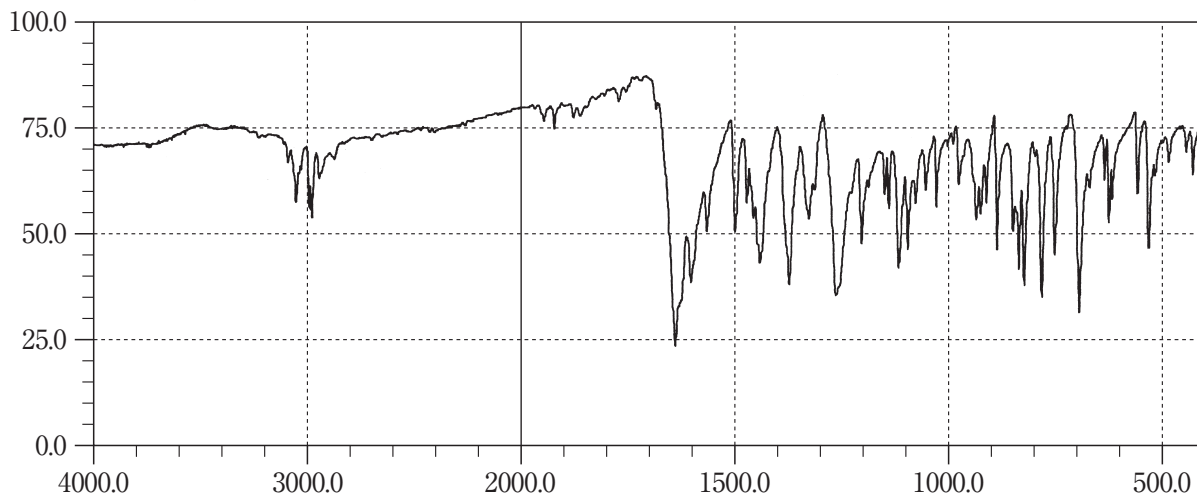
L-アラニン



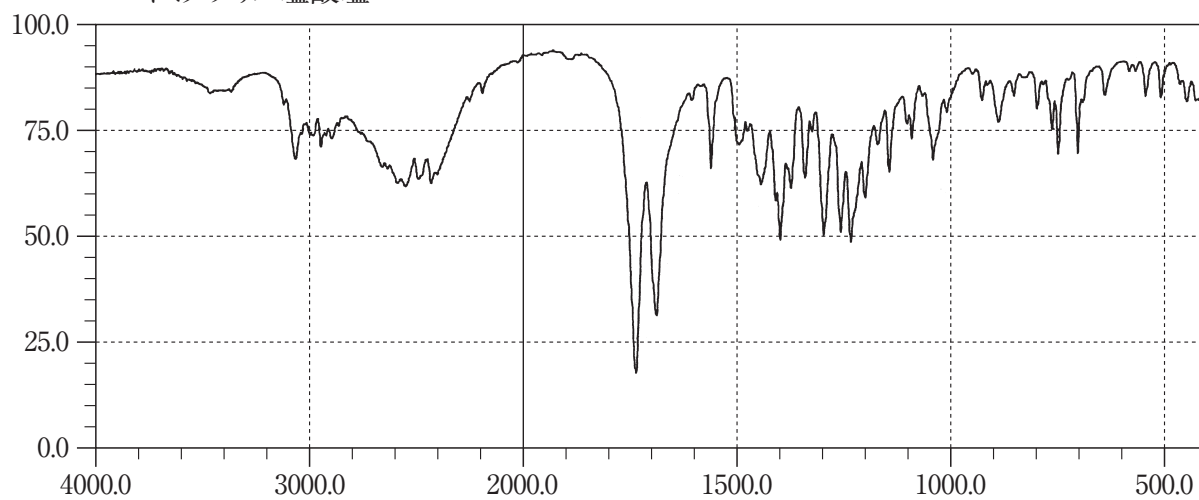
アルガトロバン水和物



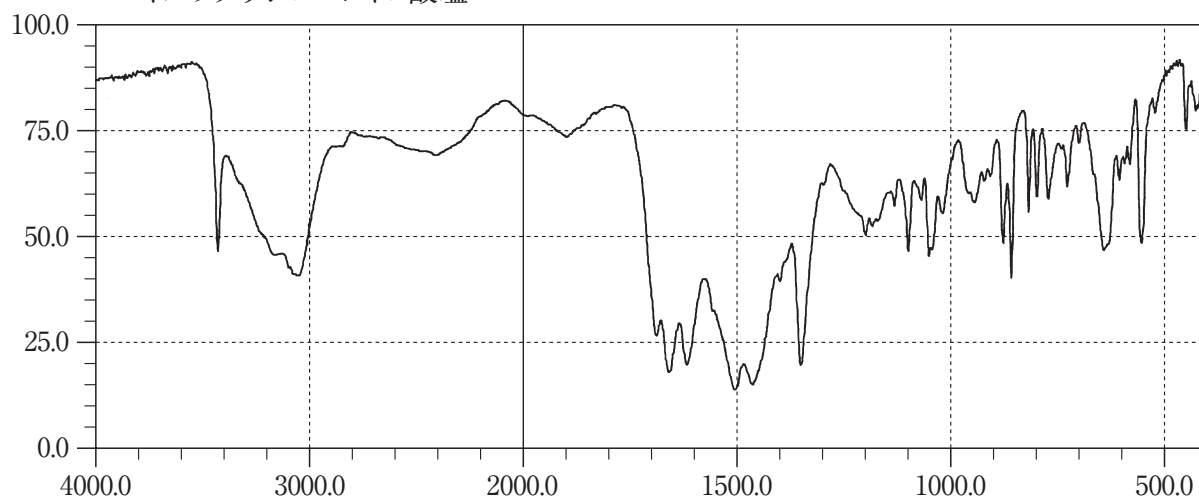
イプリフラボン



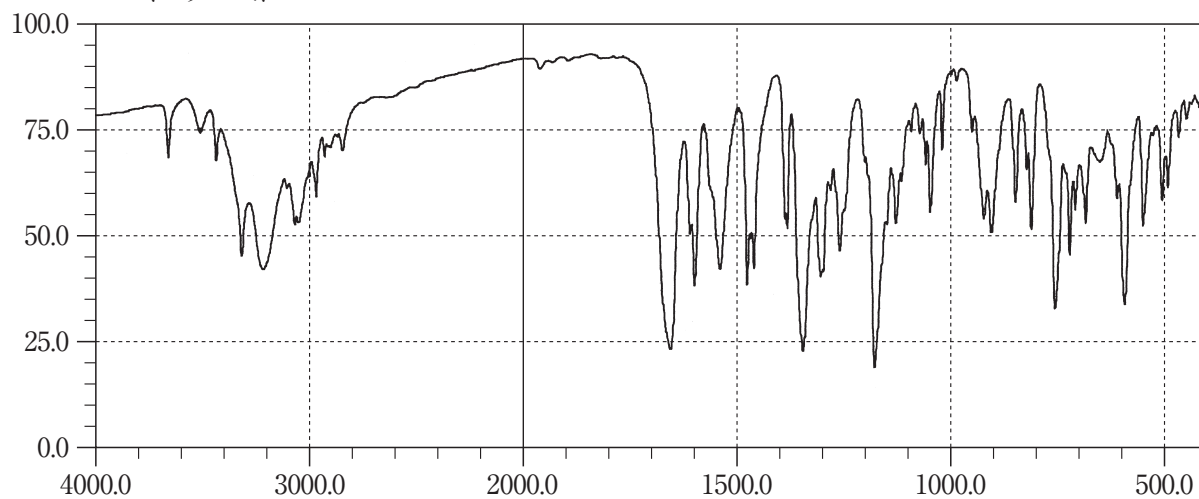
イミダプリル塩酸塩



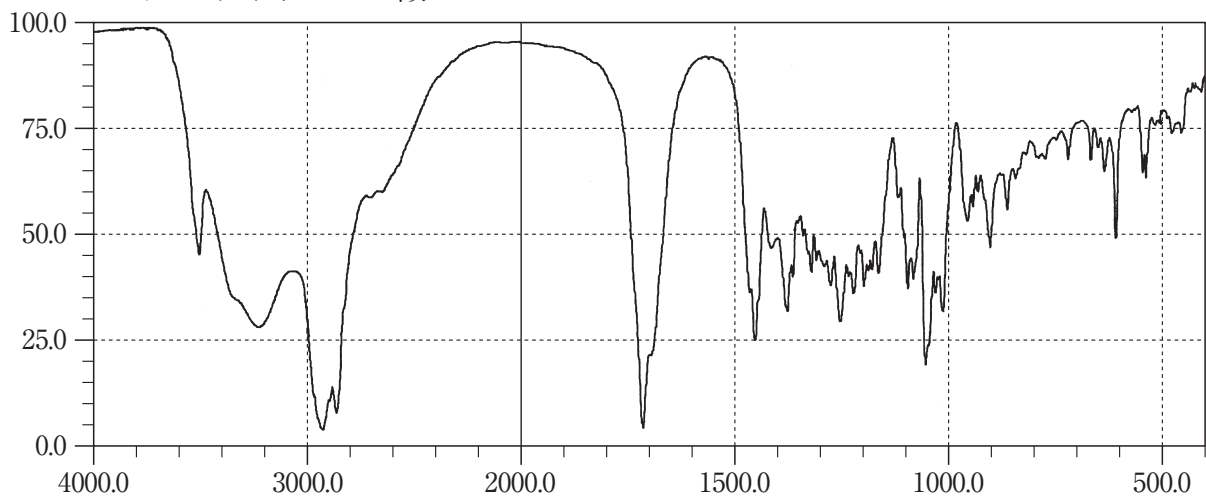
イルソグラジンマレイン酸塩



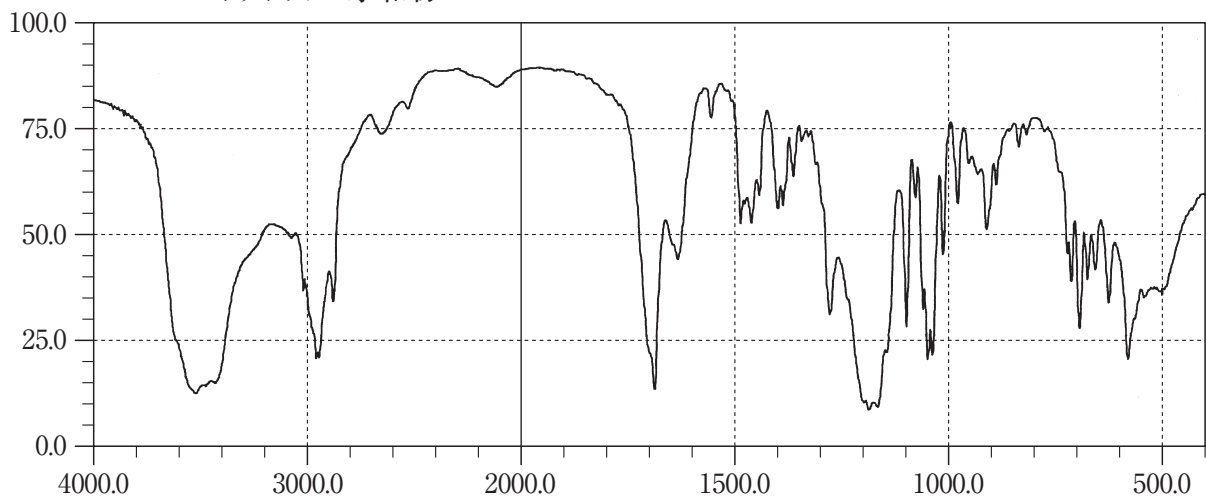
インダパミド



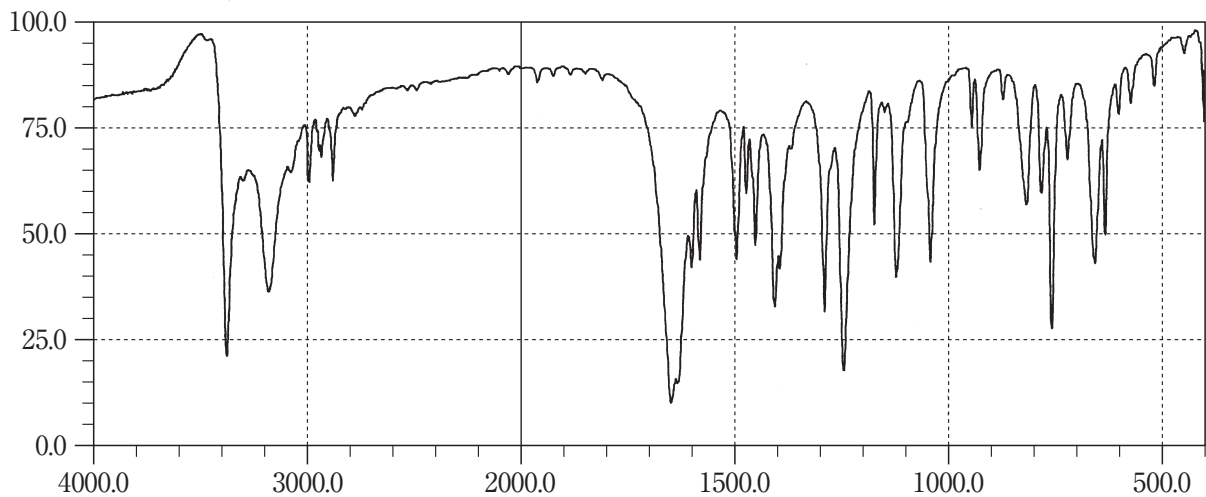
ウルソデオキシコール酸



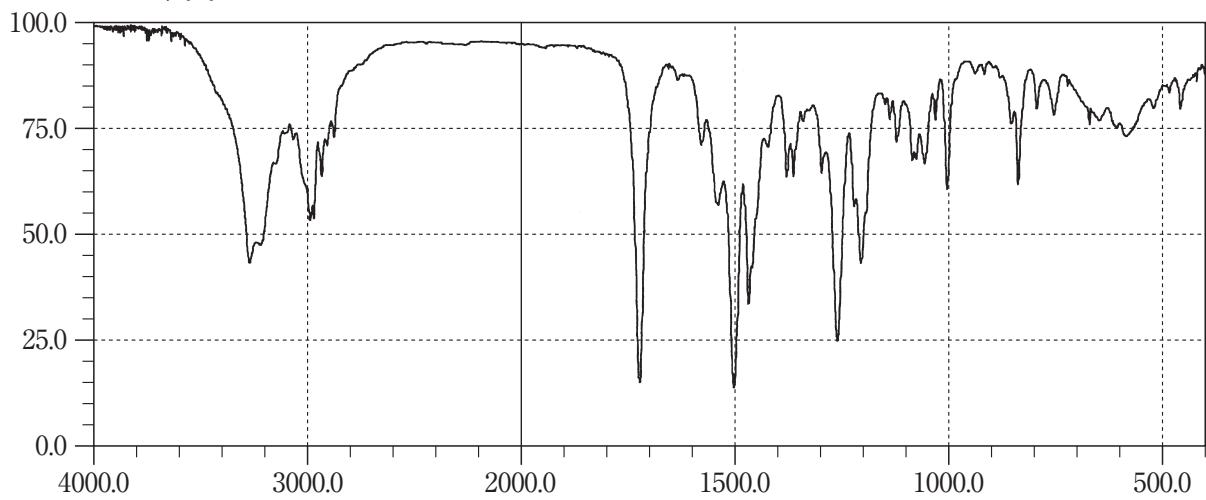
エカベトナトリウム水和物



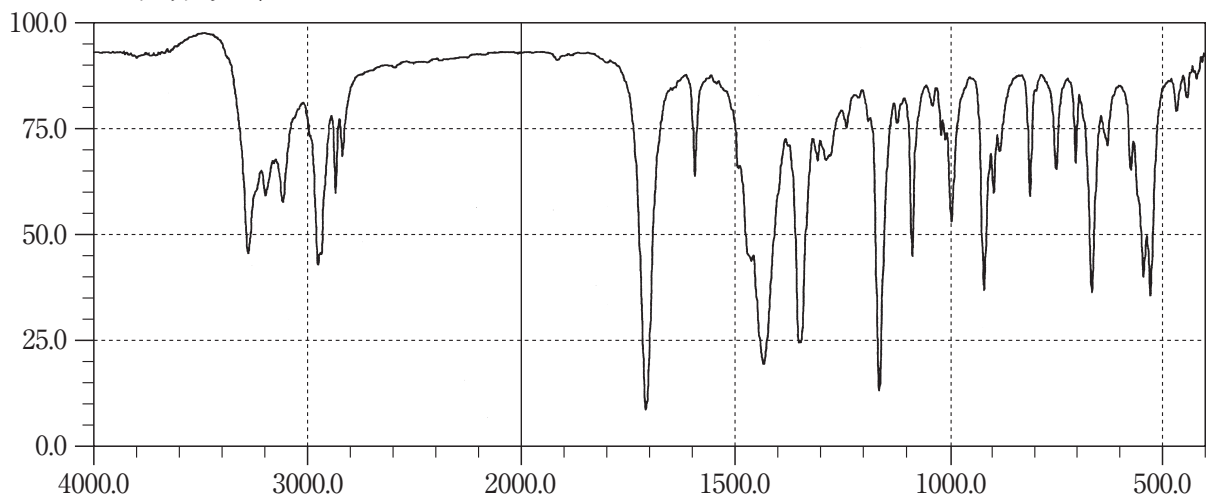
エテンザミド



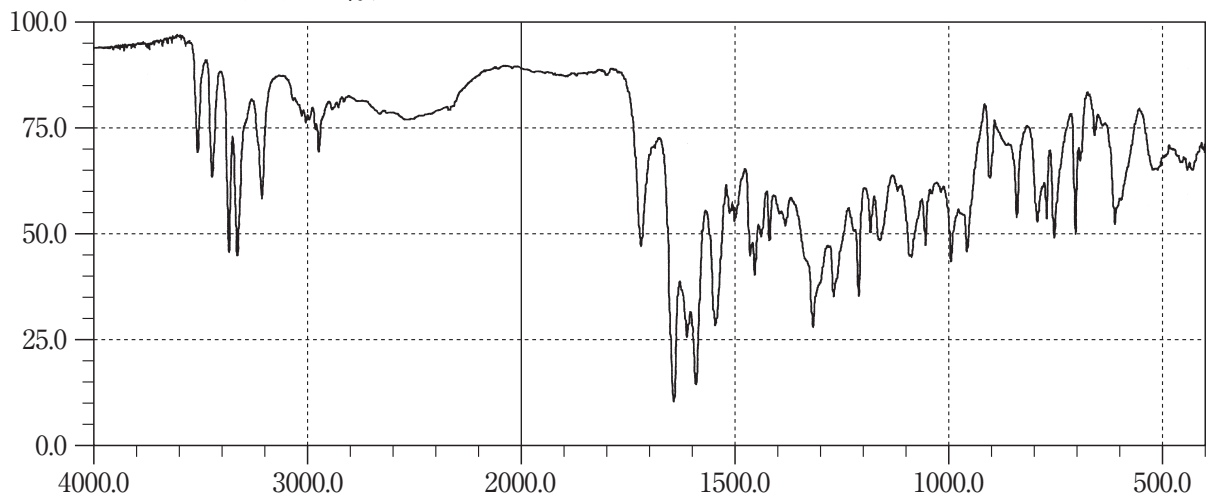
カドララジン



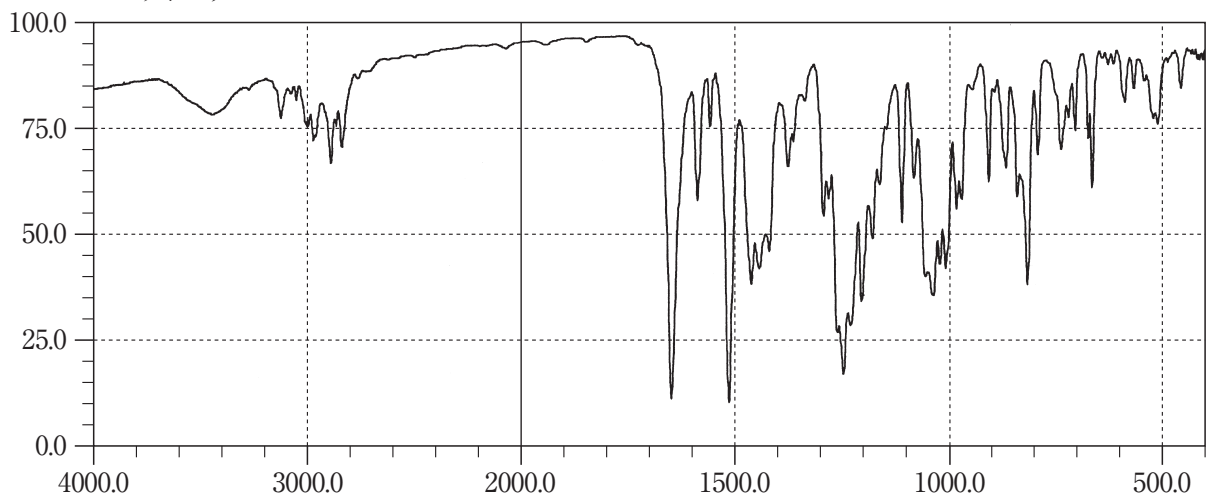
グリクラジド



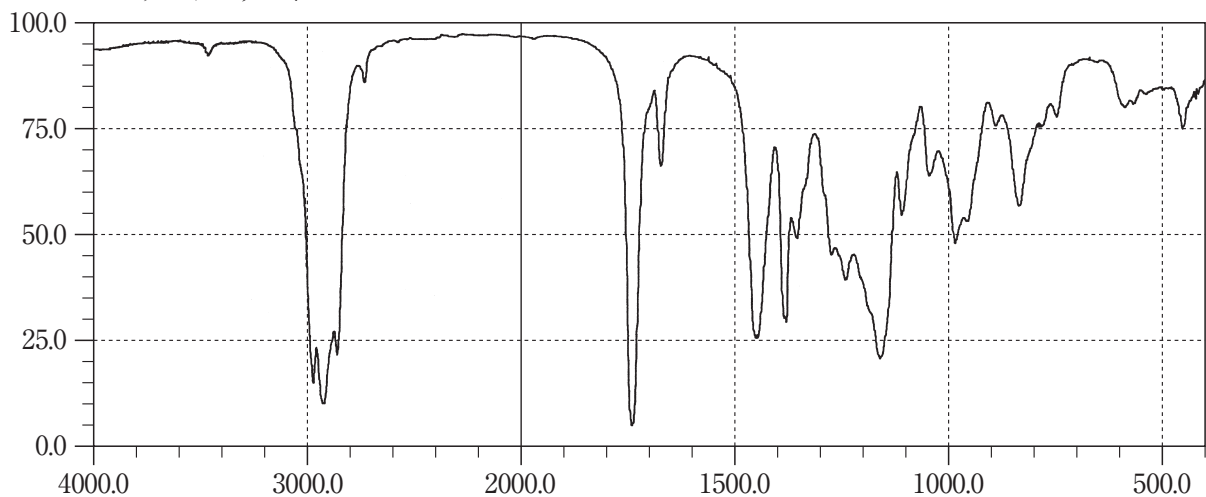
クレボプリドリノ酸



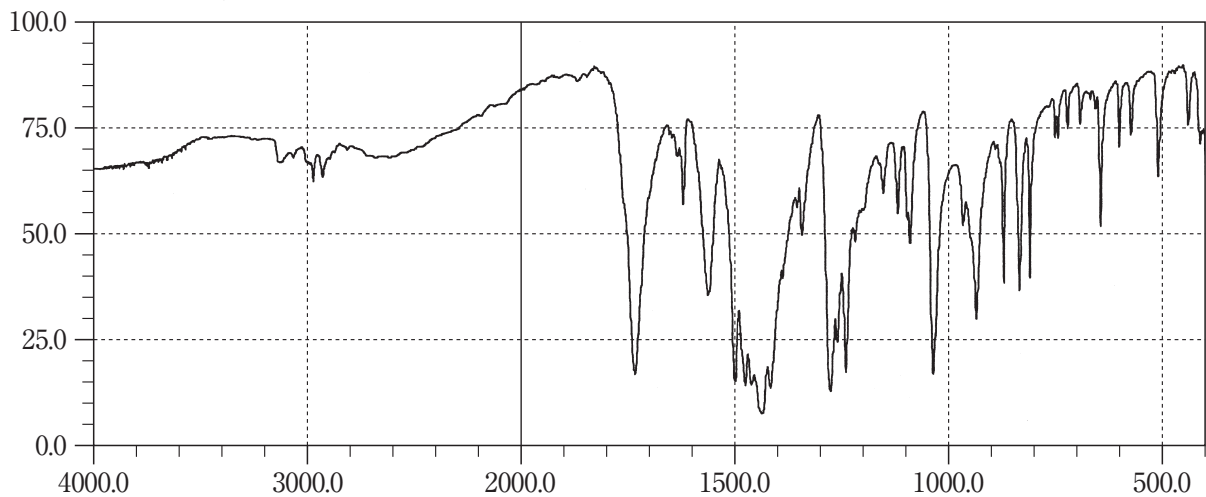
ケトコナゾール



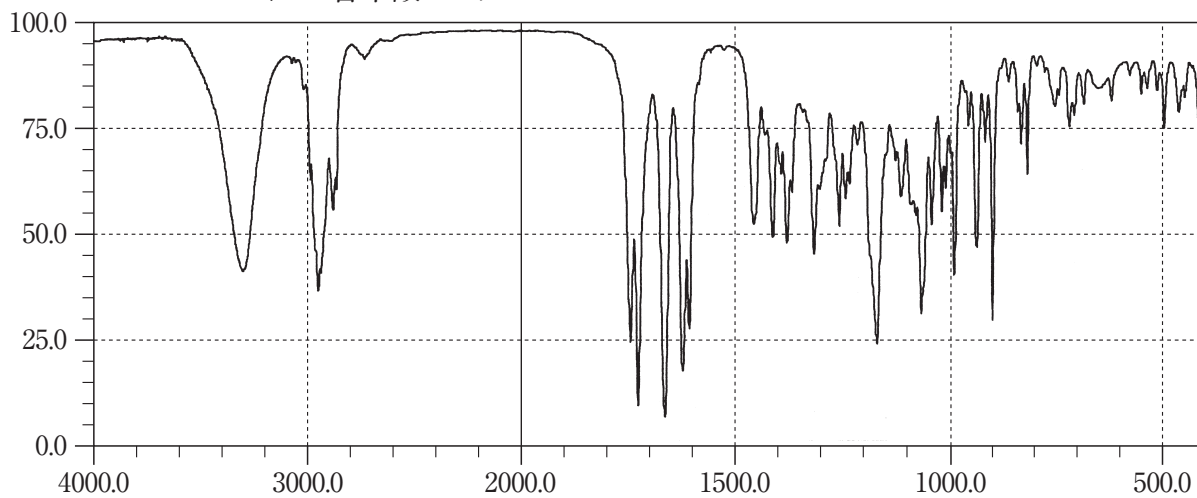
ゲファルナート



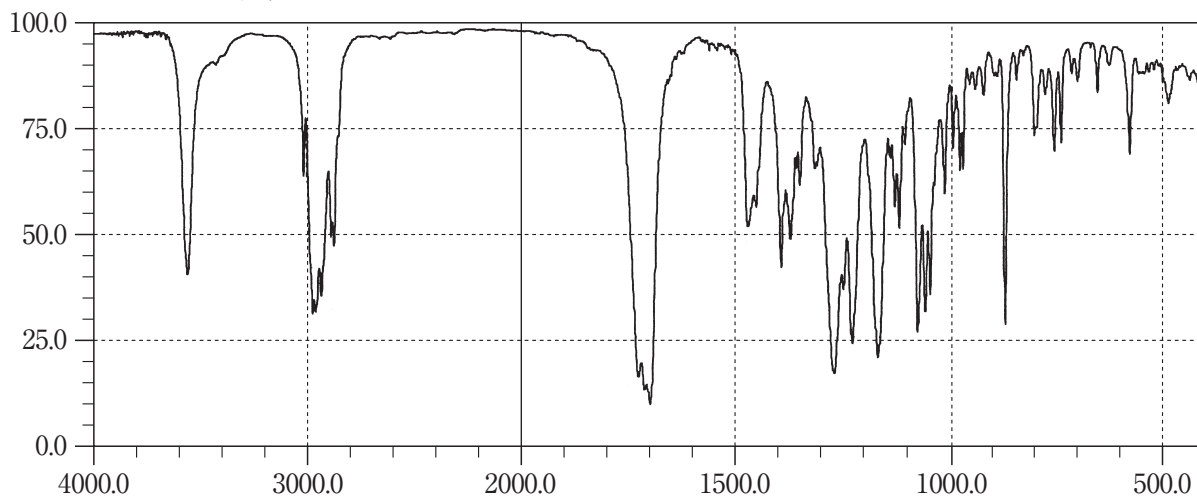
シノキサシン



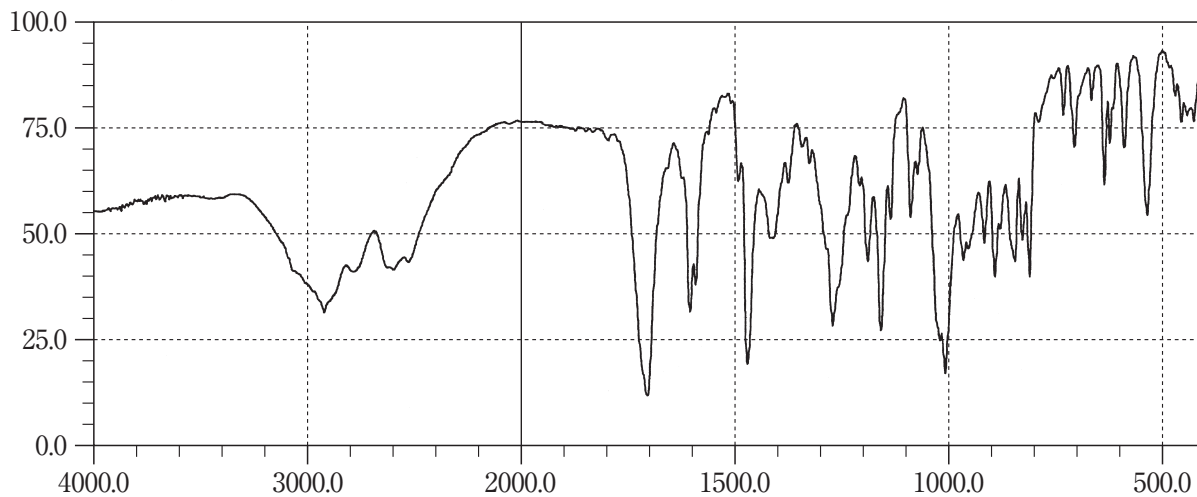
ジフルコルトロン吉草酸エステル



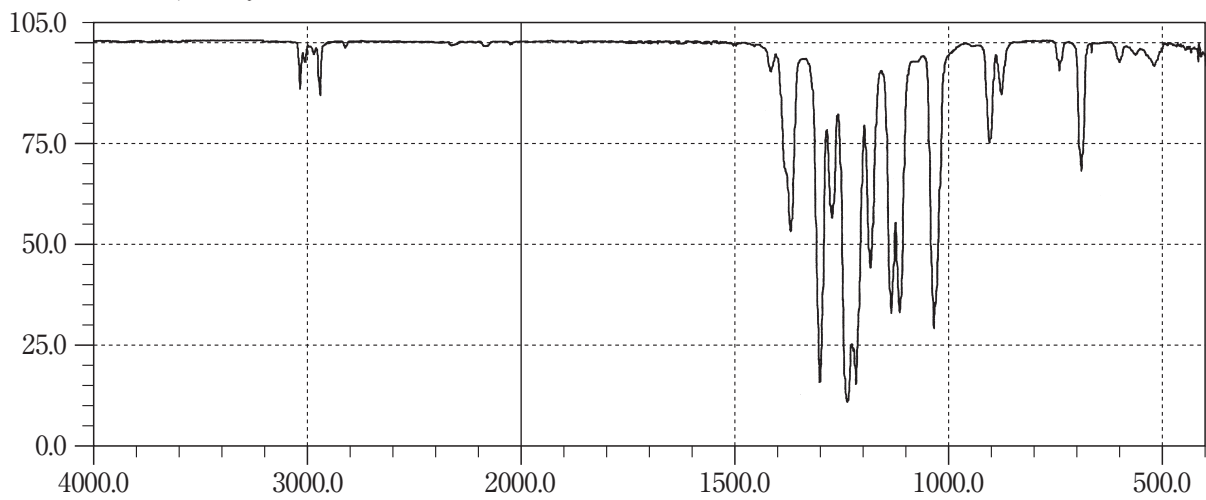
シンバスタチン



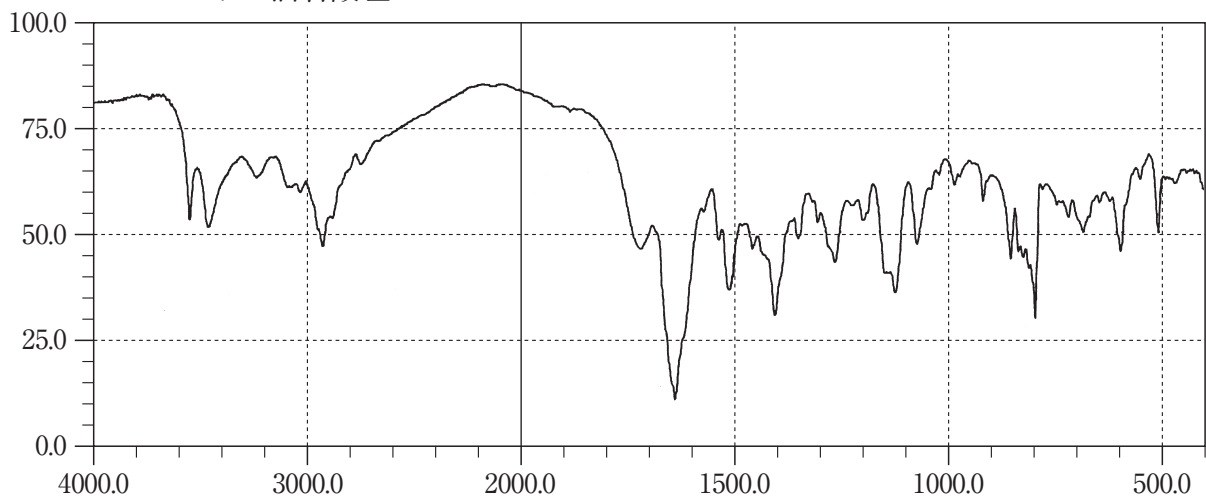
スリンダク



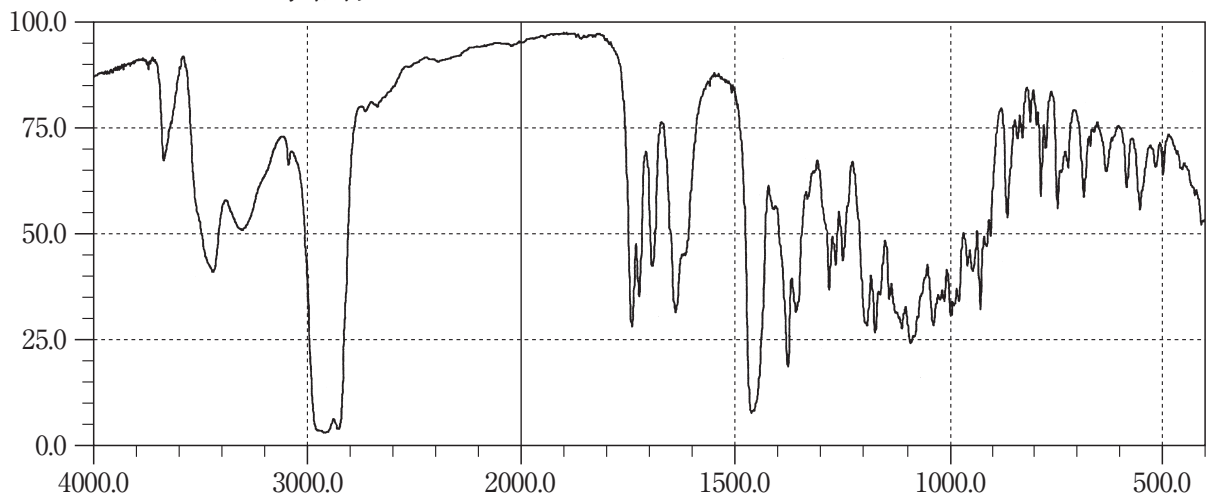
セボフルラン



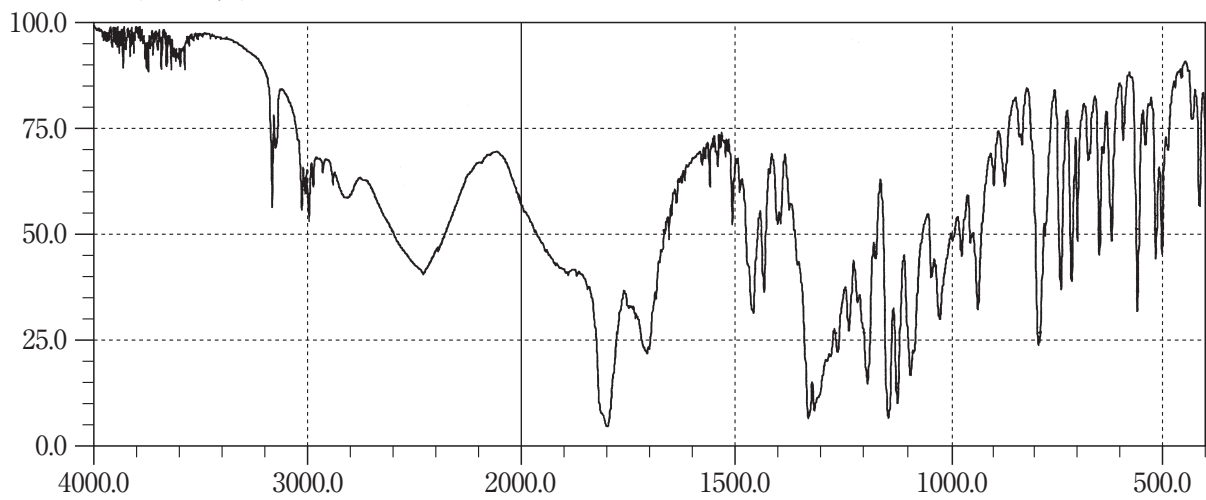
ゾルピデム酒石酸塩



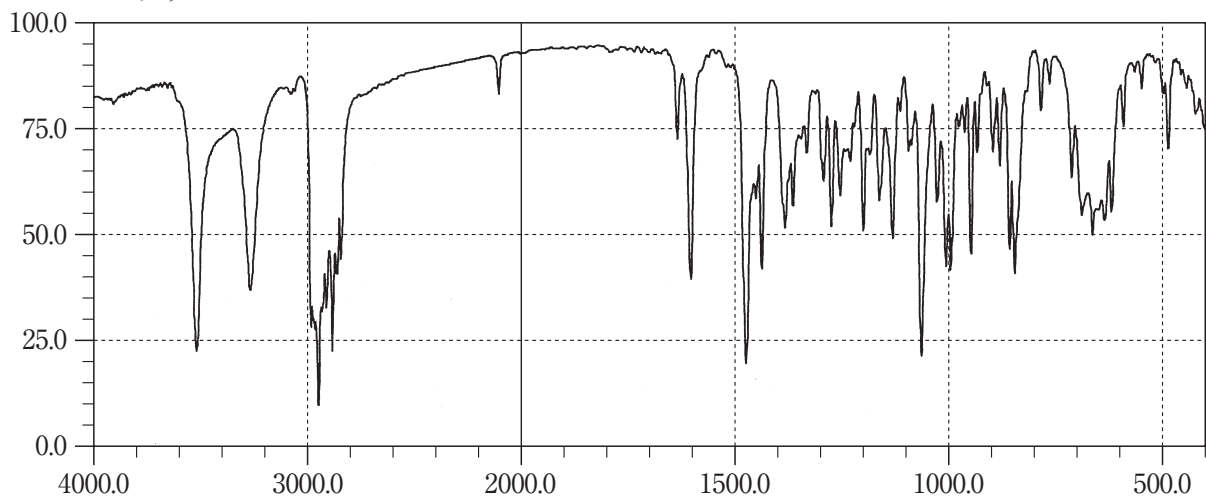
タクロリムス水和物



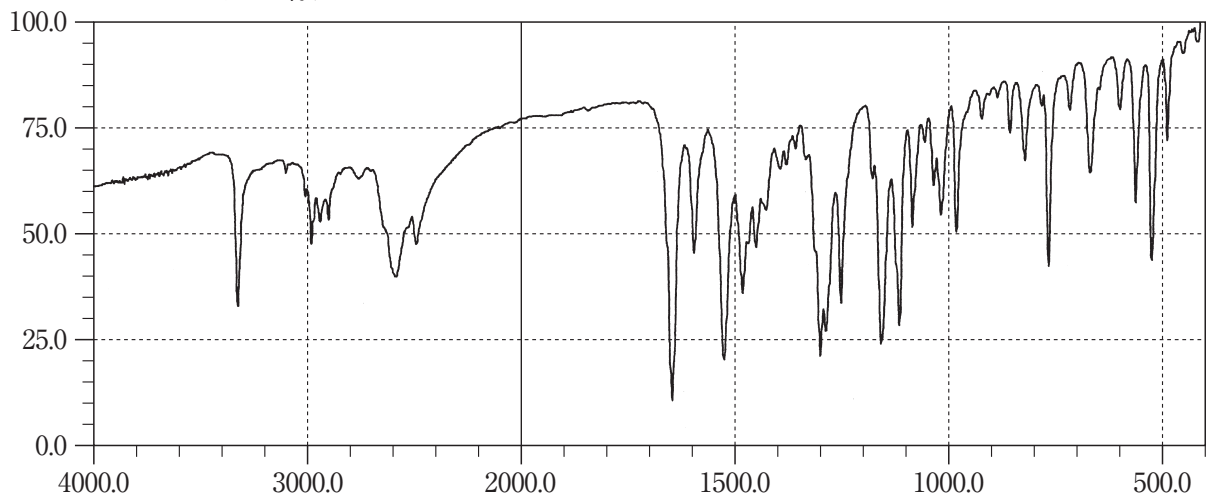
タゾバクタム



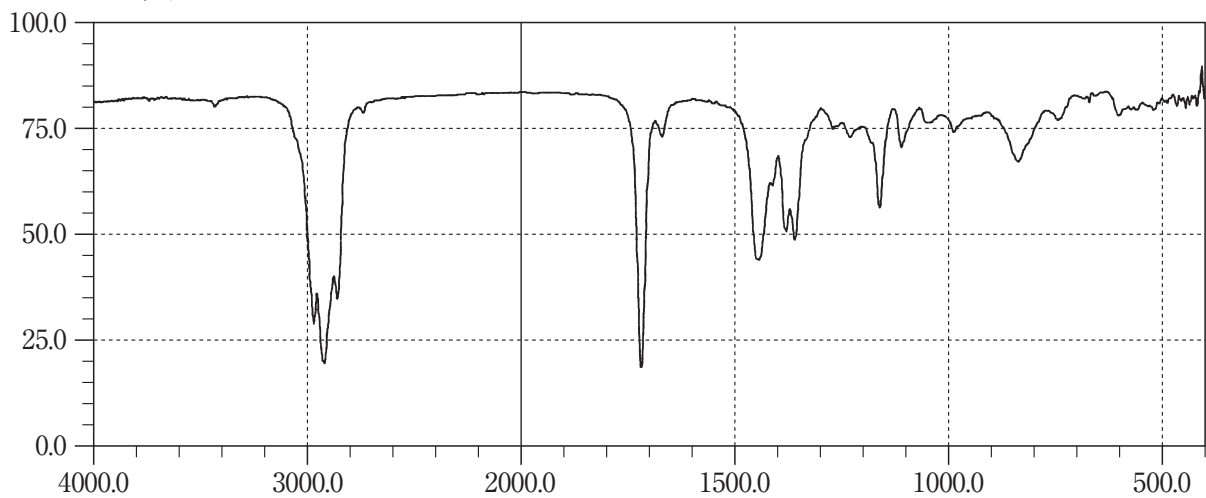
ダナゾール



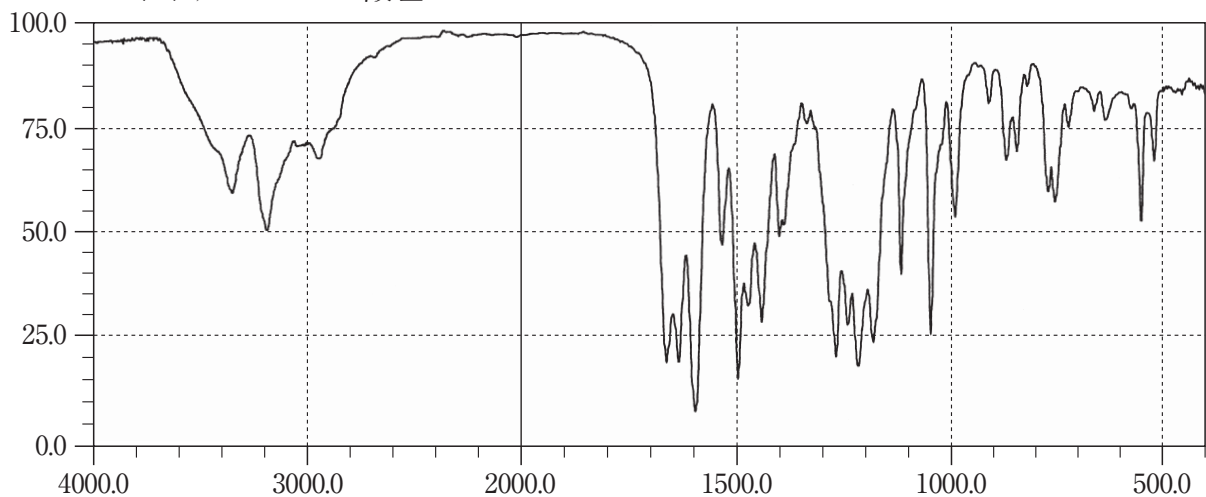
チアプリド塩酸塩



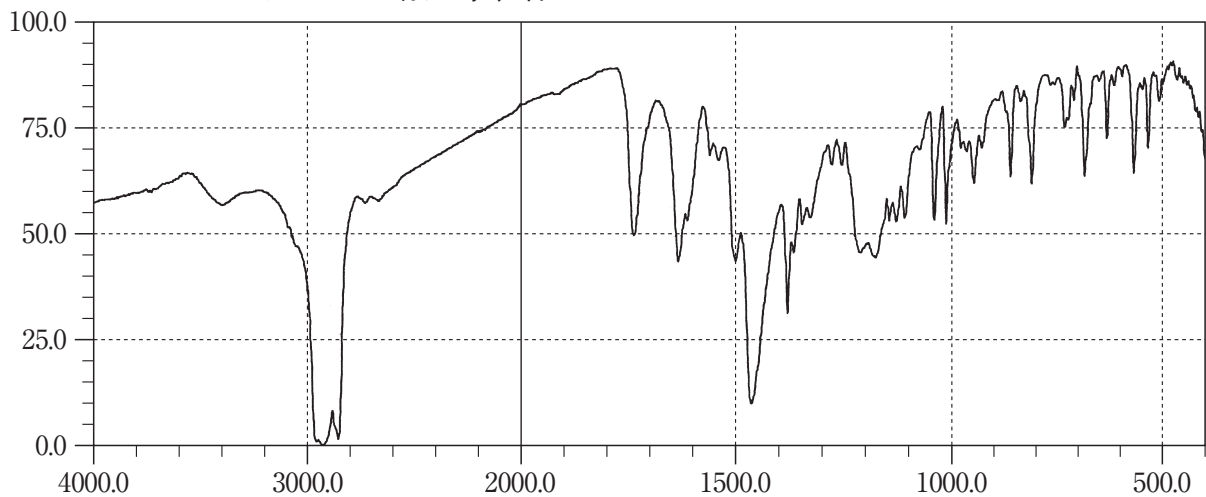
テプレノン



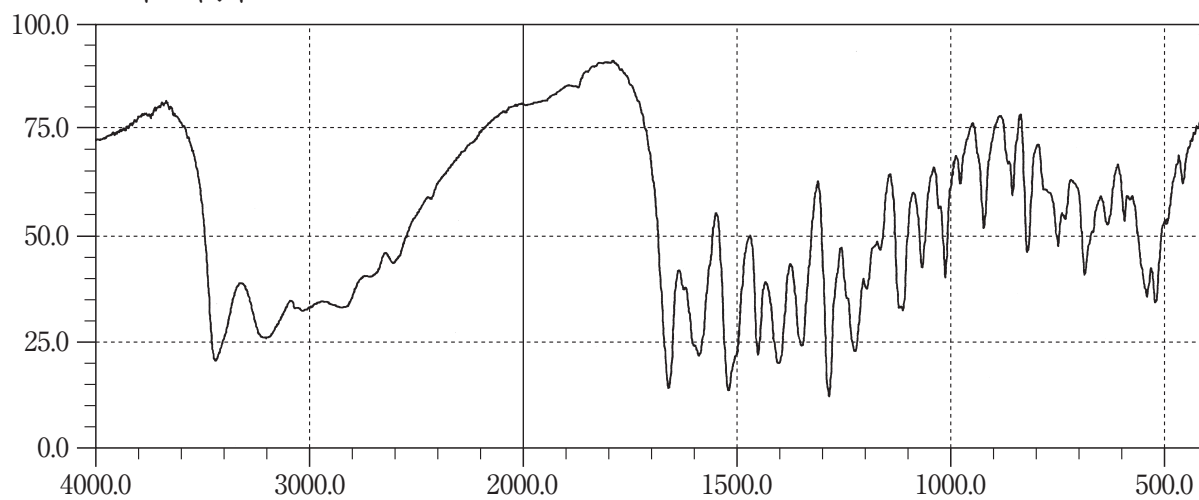
ドキサゾシンメシル酸塩



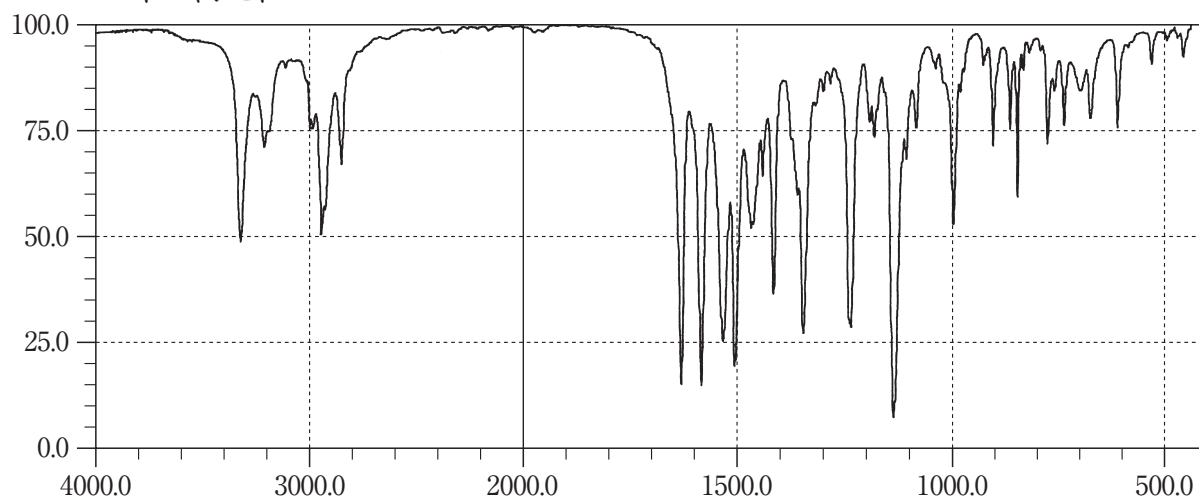
トスフロキサシントシル酸塩水和物



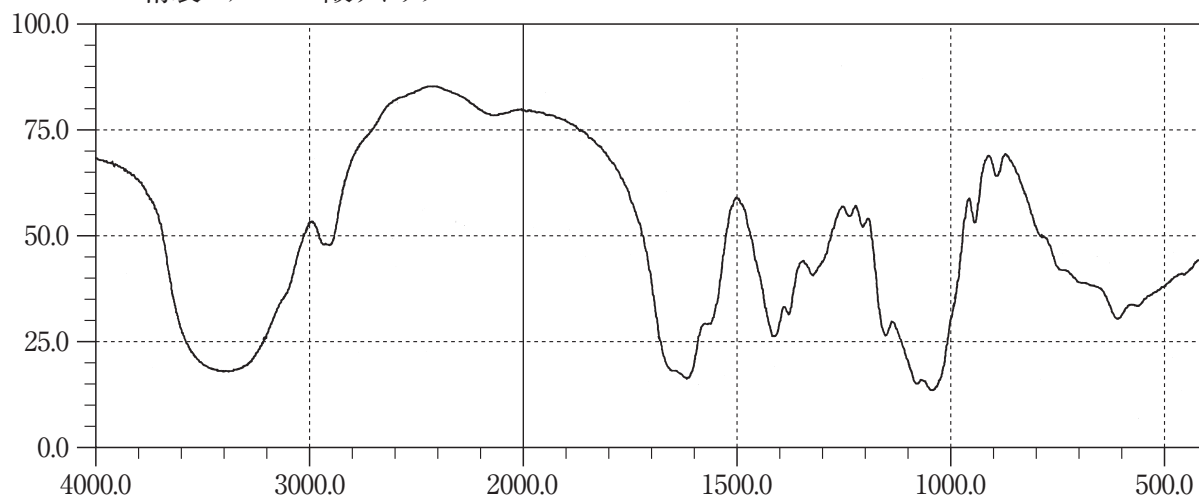
ドロキシドパ



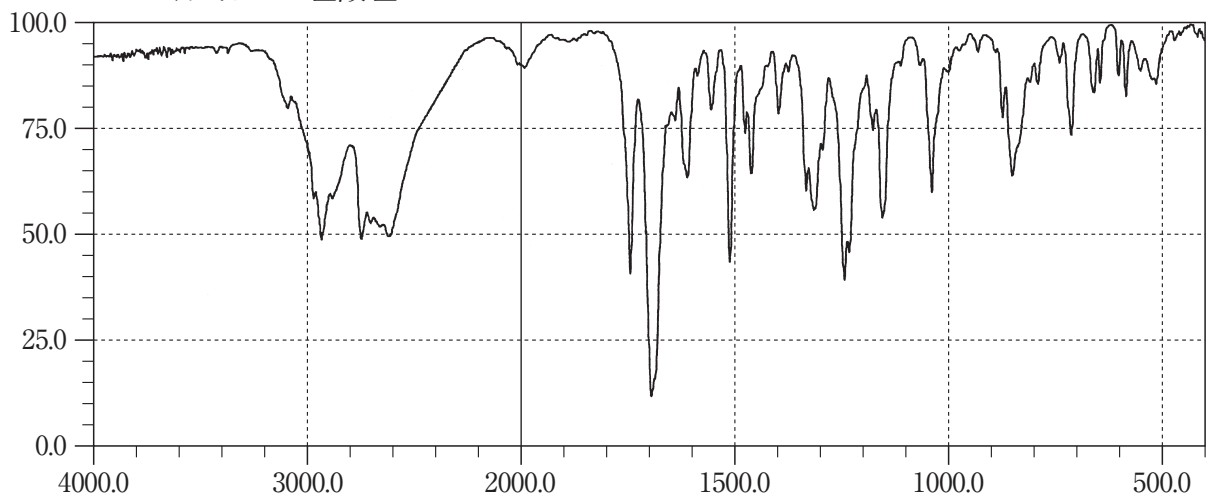
トロキシピド



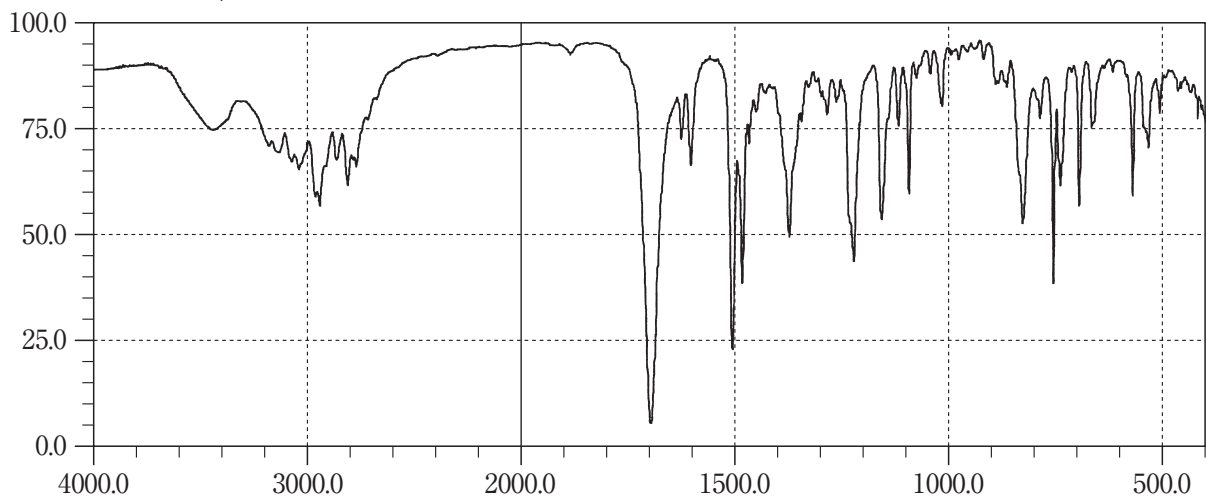
精製ヒアルロン酸ナトリウム



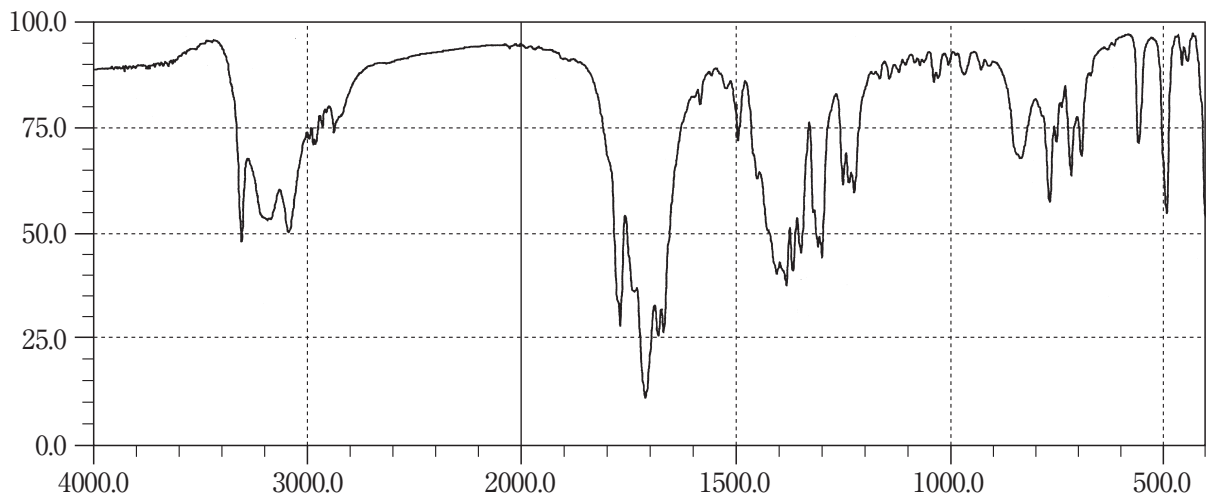
ピオグリタゾン塩酸塩



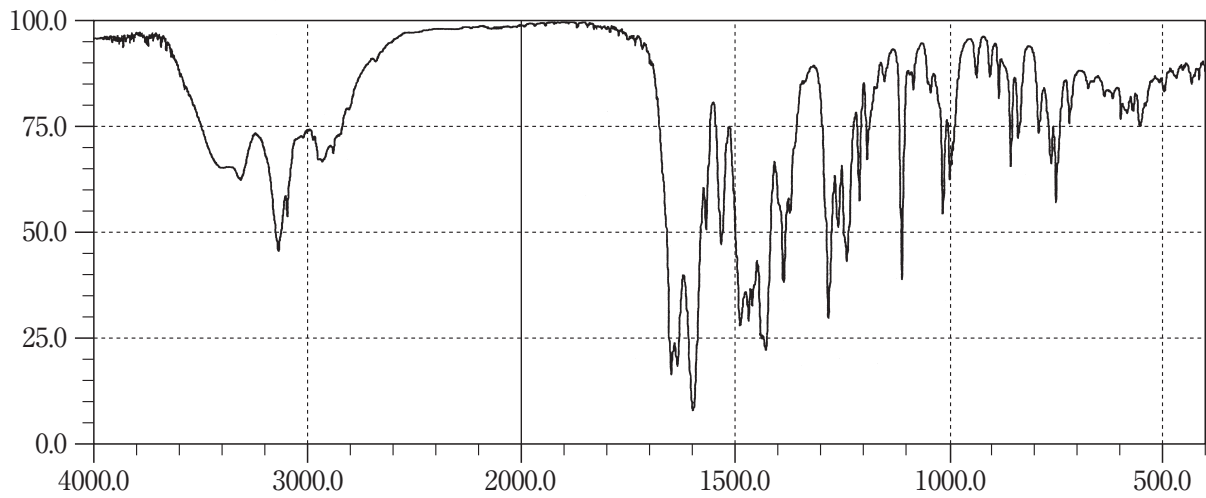
ピモジド



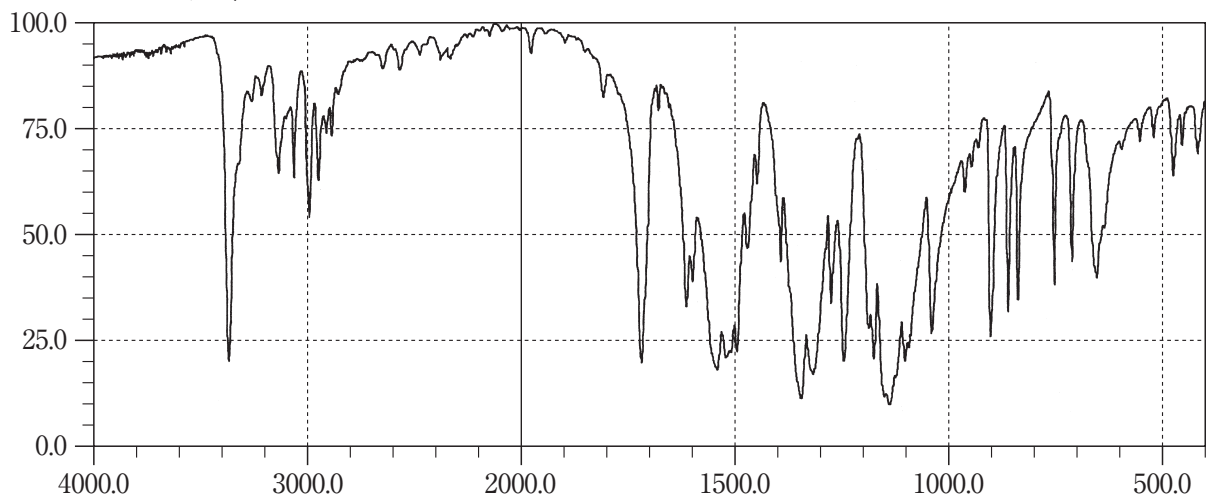
フェノバルビタール



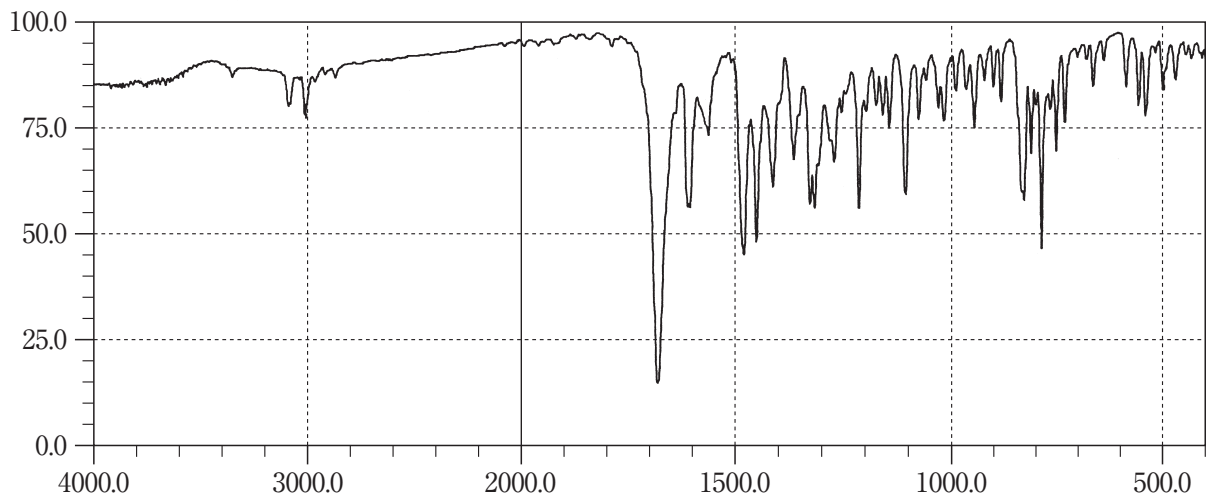
プラゾシン酸塩



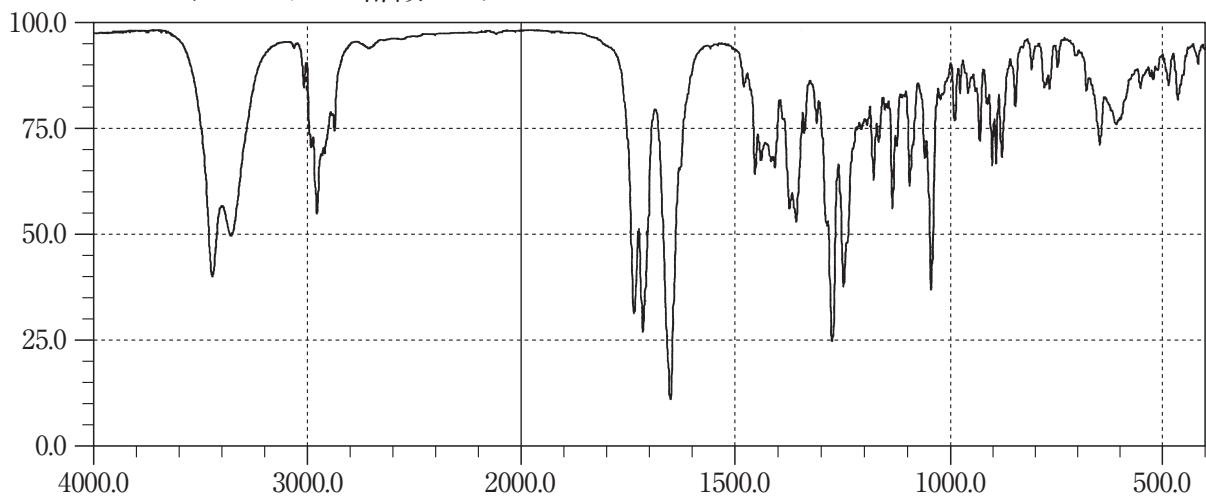
フルタミド



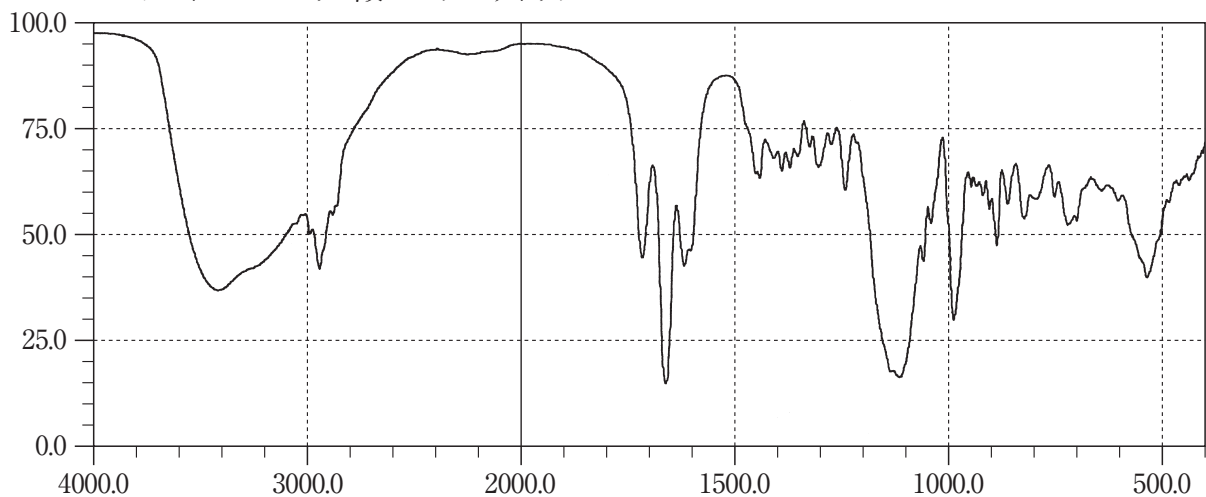
フルトプラセパム



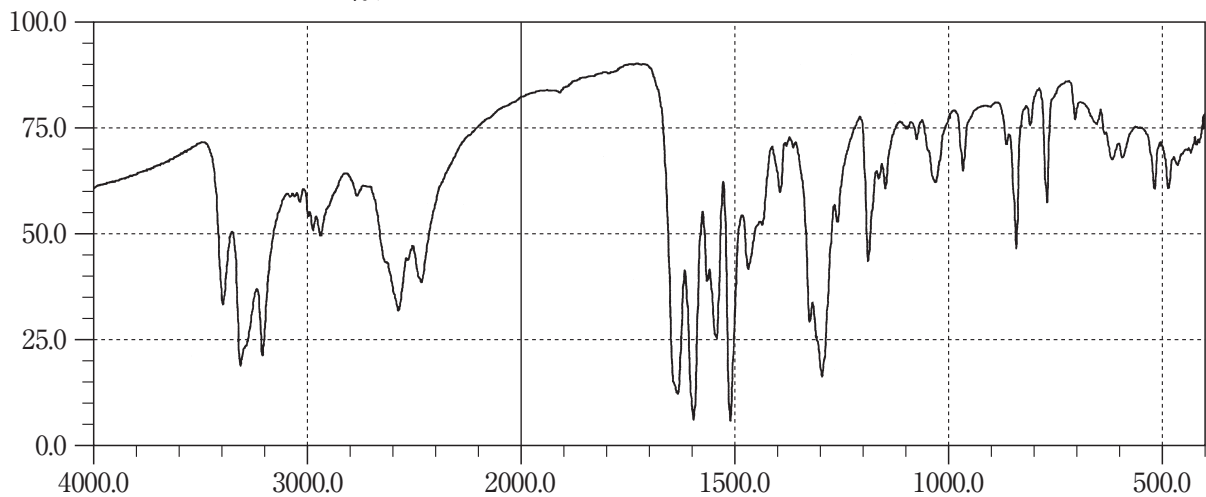
フルドロコルチゾン酢酸エステル



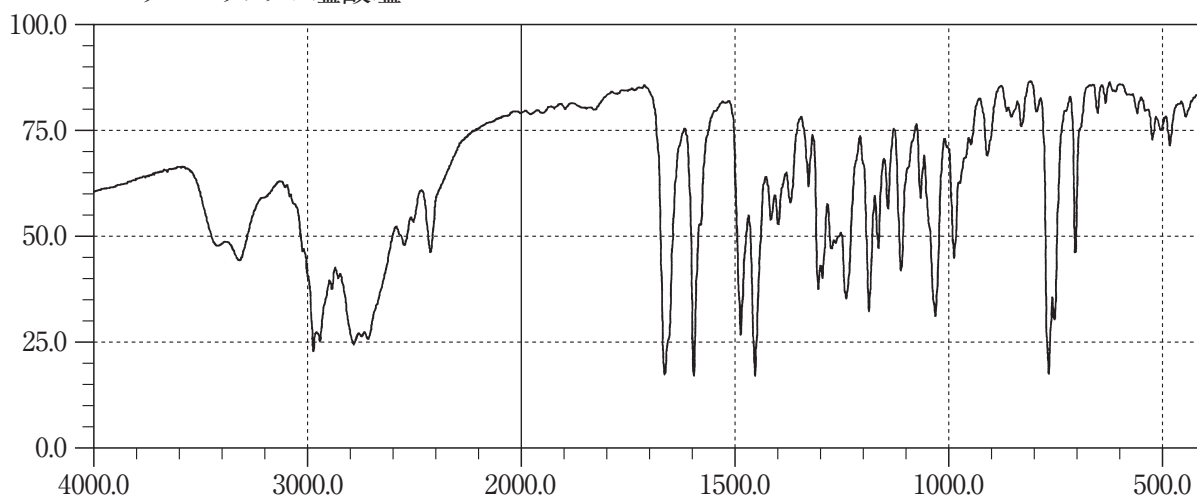
プレドニゾンリン酸エステルナトリウム



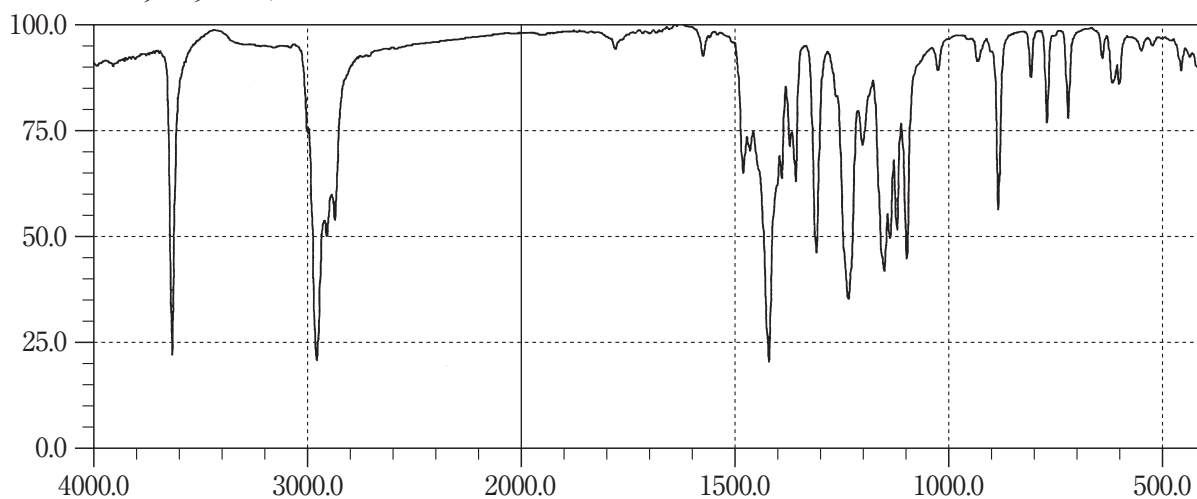
プロカインアミド塩酸塩



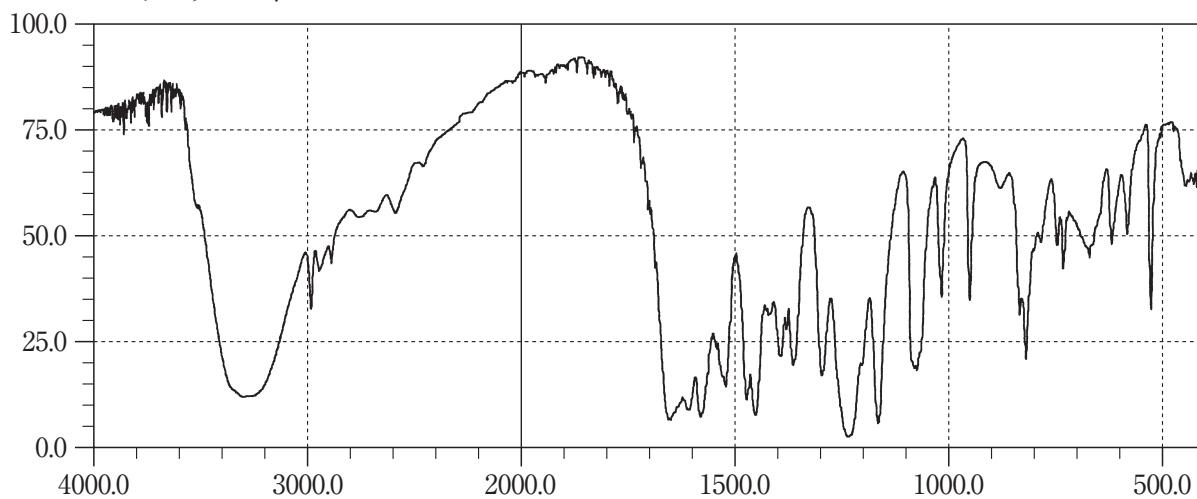
プロパフェノン塩酸塩



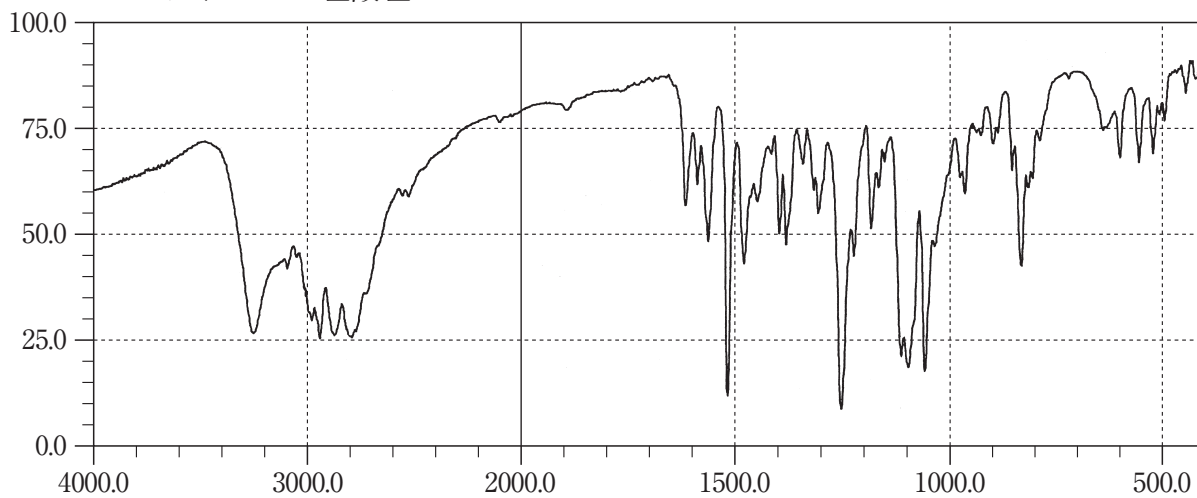
プロブコール



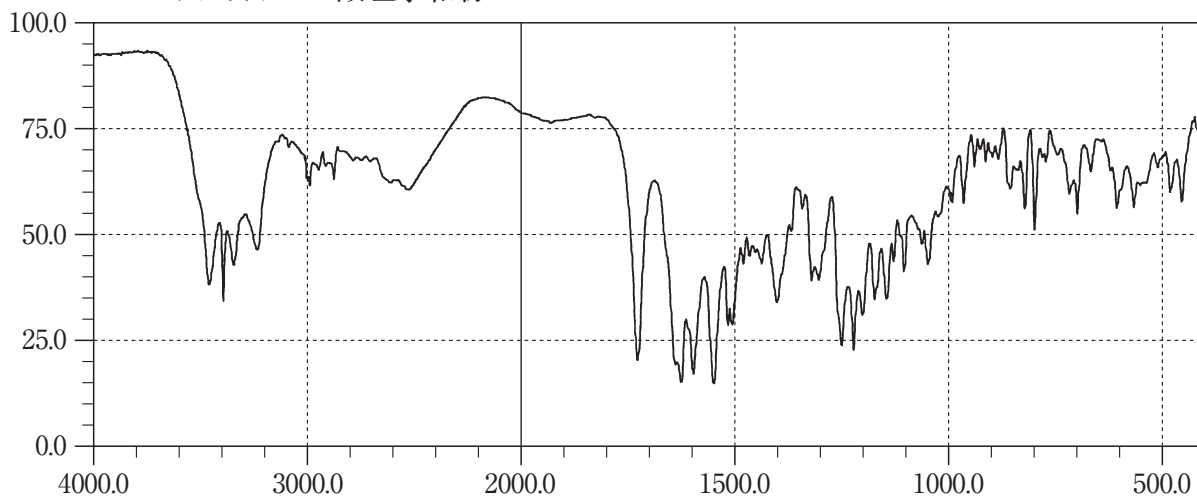
フロプロピオン



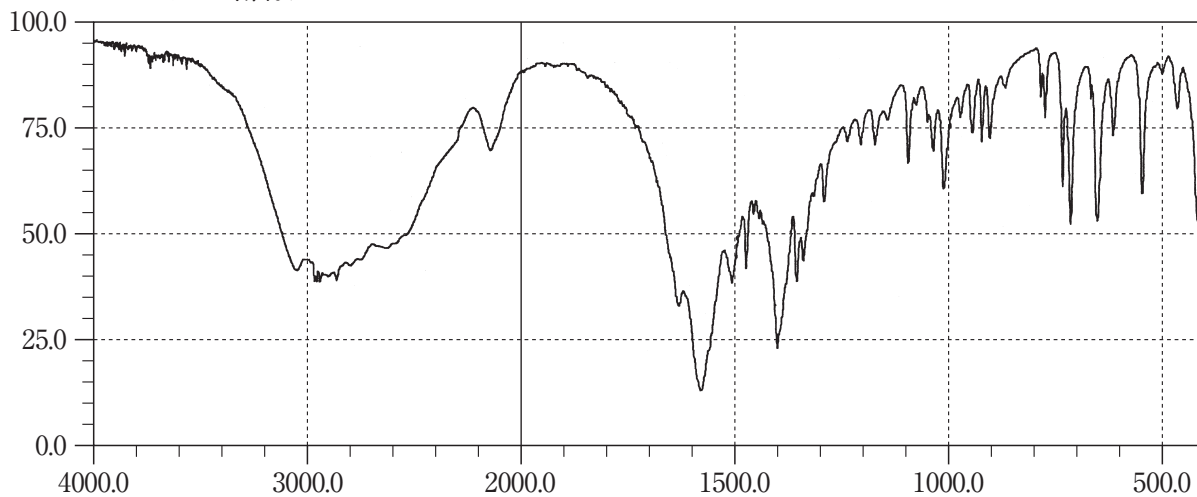
ベタキシロール塩酸塩



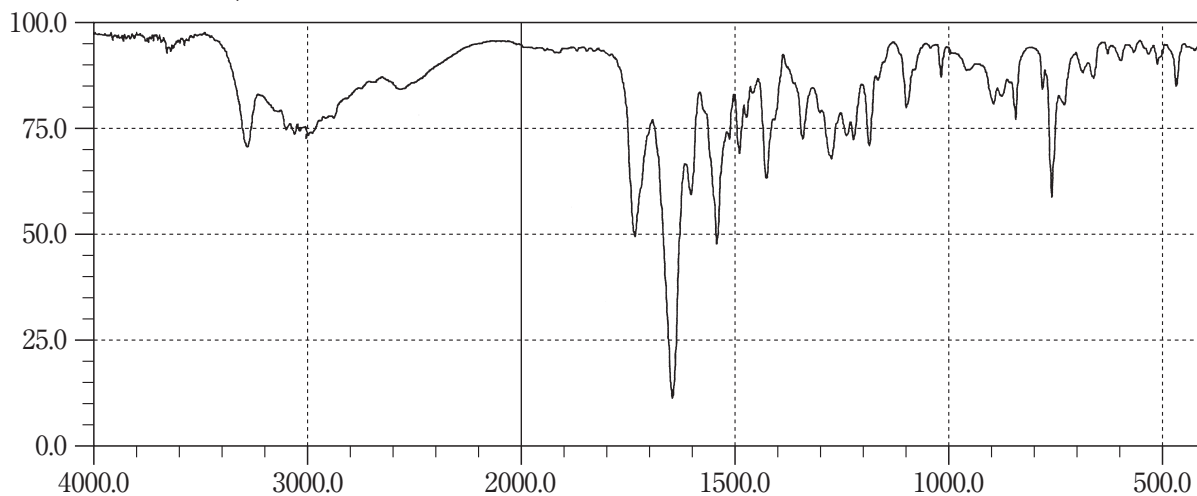
モサプリドクエン酸塩水和物



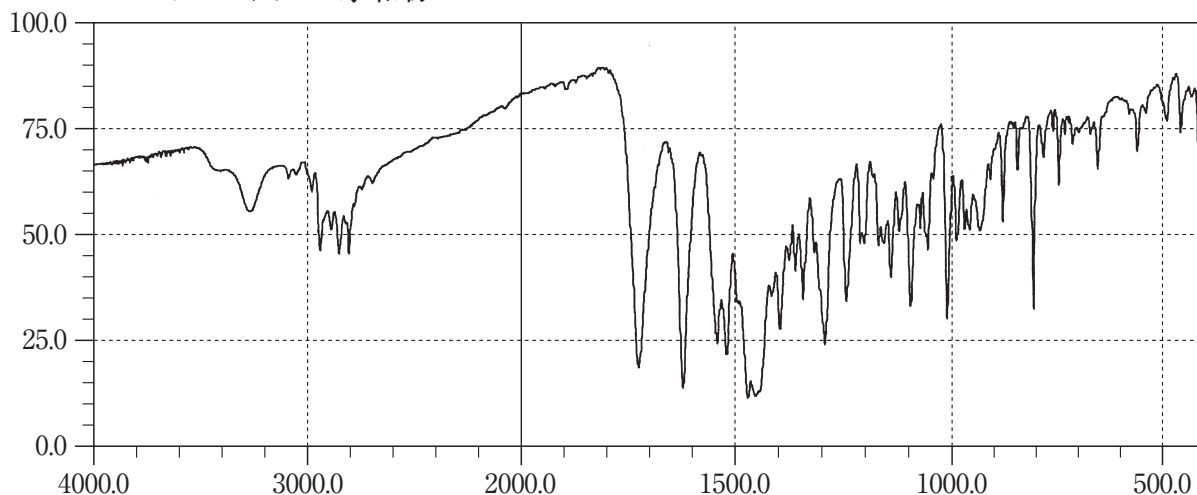
L-リジン酢酸塩



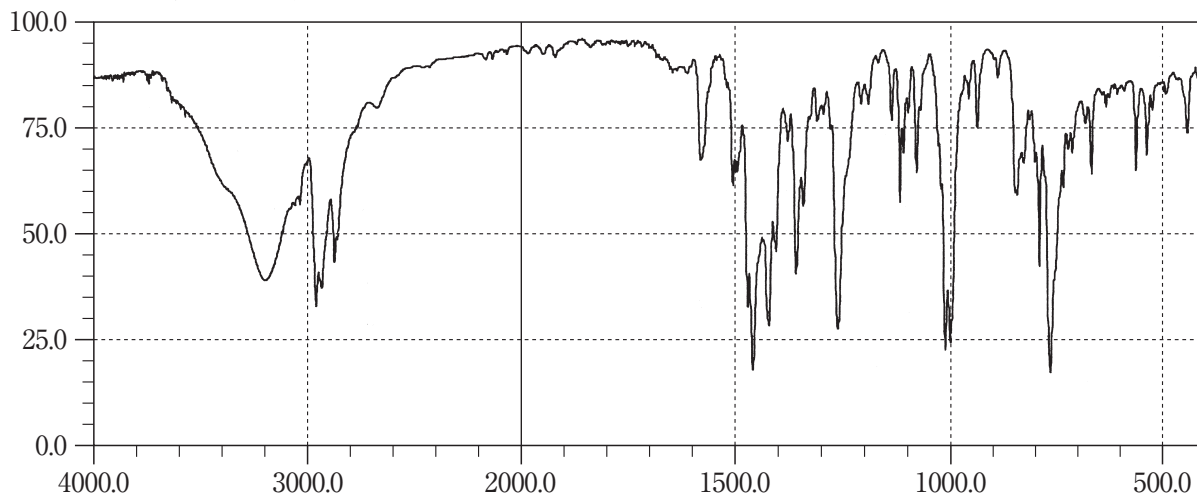
レバミピド



レボフロキサシン水和物



ロサルタンカリウム



参 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（微好気的条件）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気的条件下で、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凍し、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, ATCC17981 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ければならない。

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ければならない。その中に方法の感度と特異性が示されていなければならない。

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 分間氷冷した後, 4 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$) で 2 分間のアニーリング, 72 $^{\circ}\text{C}$ で 2 分間の伸長を, 30 回繰り返し 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$) で 2 分間のアニーリング, 72 $^{\circ}\text{C}$ で 2 分間の伸長を, 30 回繰り返し 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にあって, 通例, 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り、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。

$$T = 100 t$$

$$t = I / I_0 = 10^{-\alpha d}$$

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)

$$A = -\log t = \log (1/t) = \log (I_0/I) = \alpha d$$

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、散乱を繰り返し、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。

$$R = 100 \ r$$

$$r = I/I_r$$

I : 試料から拡散反射する反射光強度

I_r : 対照となる物質表面からの反射光強度

$$A_r = \log (1 / r) = \log (I_r / I)$$

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。

$$T^* = 100 \ t^*$$

$$t^* = I / I_r$$

I : 試料が置かれた場合の透過光及び反射光強度

I_r : 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℃ 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 試料特性の時間的変化

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質に合わせて、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に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の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 $\mu\text{g/mL}$ 及び DAPI を終濃度 1 $\mu\text{g/mL}$ 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マージョンオイルを 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マージョンオイルを 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マージョンオイルを 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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ナトリウム試液 0.5 mL 及び薄めたリン酸水素ナトリウム試液 (1 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 $\mu\text{g/mL}$

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 $^{\circ}\text{C}$ で保存する。

(v) 蛍光顕微鏡用イメージンオイル

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 $\times$ 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 $\mu\text{g/mL}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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、日本薬局方などに収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の程度の確認）、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、日本薬局方収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。」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の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の許容限度値*

		許容限度値 (RSD)					
$n = 6$ の試験に規定されたばらつきの許容限度値		1 %	2 %	3 %	4 %	5 %	10 %
達成すべきばらつきの許容限度値	$n=5$	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 %	4.73 %

* 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 $75\ \mu\text{m}$ 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	$180 \sim 355$	$Q_3(180) < 0.50$, $Q_3(355) \geq 0.50$
細かい	$125 \sim 180$	$Q_3(125) < 0.50$, $Q_3(180) \geq 0.50$
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
亜鉛	135
亜鉛（標準試薬）	135
亜鉛，ヒ素分析用	135
亜鉛，無ヒ素	135
0.1 mol/L 亜鉛液	122
亜鉛華	538
亜鉛華デンプン	253
亜鉛華軟膏	253
亜鉛標準原液	133
亜鉛標準液	133
亜鉛標準液，原子吸光度用	133
亜鉛粉末	135
亜鉛末	135
アカメガシワ	1173
アクチノマイシン D	253
アクラルピシン塩酸塩	254
アクリノール	135, 255
アクリノール・亜鉛華軟膏	256
アクリノール・チンク油	256
アクリノール酸化亜鉛軟膏	256
アクリノール水和物	255
アクリルアミド	135
アコニチン，純度試験用	135
アザチオプリン	257
アザチオプリン錠	258, 33
(E)-アサロン	19
亜酸化窒素	136, 259
アジ化ナトリウム	19
アシクロビル	33
アジスロマイシン	260
アジスロマイシン水和物	260
亜ジチオン酸ナトリウム	136
アジピン酸	136
アジピン酸ピペラジン	892
アジマリン	261
アジマリン，定量用	136
アジマリン錠	261, 37
亜硝酸アミル	262
亜硝酸カリウム	136
亜硝酸ナトリウム	136
0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液	122
亜硝酸ナトリウム試液	136
アスコルビン酸	136, 262
L-アスコルビン酸	136
アスコルビン酸，鉄試験用	136

アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL	136
アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL	136
アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL	136
L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL	136
L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL	136
L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL	136
アスコルビン酸散	263
アスコルビン酸注射液	263, 37
アストラガロシドIV，薄層クロマトグラフィー用	136
アズトレオナム	264
アストロマイシン硫酸塩	265
アスパラギン酸	136
DL-アスパラギン酸	136
L-アスパラギン酸	136, 266
アスピリン	136, 267
アスピリンアルミニウム	268
アスピリン錠	268
アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ	429
アスポキシシリン	269
アスポキシシリン水和物	269
アセグタミドアルミニウム	270
アセタゾラミド	271
アセタゾールアミド	271
アセタール	136
アセチルアセトン	137
アセチルアセトン試液	137
アセチルキサマイシン	447
アセチルサリチル酸	267
アセチルサリチル酸アルミニウム	268
アセチルサリチル酸錠	268
アセチルスピラマイシン	606
アセチルロイコマイシン	447
アセチレン	137
p-アセトアニシジド	137
アセトアニリド	137
2-アセトアミドグルタルイミド	137
アセトアミノフェン	137, 273
アセトアルデヒド	137
アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用	137
アセトアルデヒド，定量用	137
アセトニトリル	137
アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用	137
アセトヘキサミド	273
アセトリゾン酸	137
アセトン	137
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
 阿仙薬 1173
 アセンヤク末 1173
 阿仙薬末 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
 アブリンジン塩酸塩 37
 アブ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
 アラセプリル 140, 300
 アラセプリル, 定量用 140
 アラセプリル錠 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 S 140
 アリザリン S 試液 140
 アリザリンエロー GG 140
 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 S 141
 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/L 141
 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 GX 19
 アルシアンブルー染色液 19
 アルジオキサ 305
 アルセナゾⅢ 141
 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
 アルブロスタジル 307
 アルブロスタジル アルファデクス 308
 アルブロスタジルアルファデクス 308
 アルブロスタジル注射液 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
アンチトロピンⅢ	143
アンチトロピン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
イオバミドール	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
イコサバント酸エチル	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
イブラトロピウム臭化物	341
イブラトロピウム臭化物水和物	341
イブリフラボン	49
イブリフラボン錠	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
イミペネム	344
イミペネム水和物	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
営実	1181
エイジツ末	1181
営実末	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ニトリクロロ白金酸 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 <i>N,N</i> -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ブシン	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	146
液体クロマトグラフィー用 <i>n</i> -ヘキサシ	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 <i>H</i> -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
1-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
<i>N</i> -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/L	146
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/L	146
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 8.5	147
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/L	147
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
エデト酸ナトリウム	376
エデト酸ナトリウム水和物	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
エナブラプリルマレイン酸塩	58
エナブ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
エノキサシン水和物	382
4-エピオキシテトラサイクリン	148
エビネフリン	276
エビネフリン液	277
エビネフリン注射液	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 T	148
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 B	148
エリスロマイシン C	148
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/L	148
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 10	149
塩化アンモニウム試液	149
塩化インジウム (¹¹¹ In) 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/L	149
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
塩化カルシウム水和物	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 (²⁰¹ Tl) 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 <i>n</i> -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ゾリウム	150
塩化トリフェニルテトラゾリウム試液	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/L	150
塩化ナトリウム試液, 0.2 mol/L	20
塩化ナトリウム試液, 1 mol/L	150
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 <i>p</i> -ニトロベンゼンジアゾニウム試液	150
塩化 <i>p</i> -ニトロベンゼンジアゾニウム試液, 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 <i>n</i> -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
0.1 mol/L 塩酸	124
0.05 mol/L 塩酸	125
0.02 mol/L 塩酸	125
0.01 mol/L 塩酸	125
0.001 mol/L 塩酸	125
塩酸, 希	151
塩酸, 精製	151
塩酸・エタノール試液	151
塩酸・塩化カリウム緩衝液, pH 2.0	152
塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 3.5	152
塩酸・2-プロパノール試液	154
塩酸・メタノール試液, 0.01 mol/L	155
塩酸・メタノール試液, 0.05 mol/L	155
塩酸アクリルピシン	254
塩酸アセプトロール	275
塩酸アゼラスチン	38
塩酸アゼラスチン顆粒	36
塩酸アゼラスチン, 定量用	20
塩酸アドレナリン液	277
塩酸アドレナリン注射液	277
塩酸 14-アニソイルアコニン, 成分含量測定用	20
塩酸アブリンジン	37
塩酸アブリンジンカプセル	38
塩酸アブリンジン, 定量用	20
塩酸アヘンアルカロイド	282
塩酸アヘンアルカロイド注射液	283
塩酸アマタジン	287
塩酸アミオダロン	39
塩酸アミオダロン錠	40
塩酸アミオダロン, 定量用	20
塩酸アミトリプチリン	292
塩酸アミトリプチリン錠	292, 39
塩酸 4-アミノアンチピリン	151
塩酸 4-アミノアンチピリン試液	151
塩酸 4-アミノフェノール	151
塩酸 p-アミノフェノール	151
塩酸アモスラロール	41
塩酸アモスラロール, 定量用	31
塩酸アモスラロール錠	42
塩酸アルギニン	304
塩酸 L-アルギニン	151, 304
塩酸アルギニン注射液	305, 43
塩酸 L-アルギニン注射液	305, 43
塩酸アルブレノロール	307
塩酸アロチノロール	311
塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル	836
塩酸アンピシリンフタリジル	702
塩酸イソクスブリン	50
塩酸イソクスブリン, 定量用	31
塩酸イソクスブリン錠	51
l-塩酸イソプレナリン	335
l-塩酸イソプロテレノール	335
塩酸イソプロメタジン, 薄層クロマトグラフィー用	151
塩酸イダルピシン	337
塩酸イプロベラトリル	1014
塩酸イミダプリル	20, 50
塩酸イミダプリル錠	51

塩酸イミダプリル, 定量用	20
塩酸イミプラミン	151, 342
塩酸イミプラミン錠	343, 54
塩酸インデノロール	352
塩酸エカラジン	770
塩酸エタンブトール	368
塩酸エチルシステイン	373
塩酸 L-エチルシステイン	373
塩酸エチルモルヒネ	374
塩酸エチレフリン	151, 375
塩酸エチレフリン, 定量用	151
塩酸エチレフリン錠	375
塩酸 6-エピドキシサイクリン	151
塩酸エビネフリン液	277
塩酸エビネフリン注射液	277
塩酸エビルピシン	384
塩酸エフェドリン	151, 385
塩酸エフェドリン, 定量用	151
塩酸エフェドリン散	386
塩酸エフェドリン散 10 %	386
塩酸エフェドリン錠	386, 60
塩酸エフェドリン注射液	387, 60
塩酸エベリゾン	387
塩酸エメチン, 成分含量測定用	151
塩酸オキシコドン	406
塩酸オキシコドン, 定量用	152
塩酸オキシテトラサイクリン	409
塩酸オキシプロカイン	414
塩酸オクスブレノロール	416
塩酸カルテオロール	433
塩酸キニーネ	451
塩酸クリンダマイシン	469
塩酸クリンダマイシンカプセル	469
塩酸クロカブラミン	475
塩酸クロコナゾール	478
塩酸クロニジン	482
塩酸クロフェダノール	484
塩酸クロベラスチン	485
塩酸クロミブラミン	487
塩酸クロルプロマジン	501
塩酸クロルプロマジン, 定量用	152
塩酸クロルプロマジン錠	501, 72
塩酸クロルプロマジン注射液	502, 72
塩酸クロルヘキシジン	503, 20
塩酸 (2-クロロエチル) ジエチルアミン	21
塩酸ケタミン	509
塩酸コカイン	515
塩酸 2,4-ジアミノフェノール	152
塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液	152
塩酸試液, 0.001 mol/L	152
塩酸試液, 0.01 mol/L	152
塩酸試液, 0.02 mol/L	152
塩酸試液, 0.05 mol/L	152
塩酸試液, 0.1 mol/L	152
塩酸試液, 0.2 mol/L	152
塩酸試液, 0.5 mol/L	152
塩酸試液, 1 mol/L	152
塩酸試液, 2 mol/L	152

塩酸試液, 3 mol/L	152
塩酸試液, 5 mol/L	152
塩酸試液, 6 mol/L	152
塩酸試液, 7.5 mol/L	152
塩酸試液, 10 mol/L	152
塩酸ジエタノールアミン	152
塩酸シクロペントラート	554
L-塩酸システイン	152
塩酸ジフェニドール	152, 573
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
塩酸ジフェンヒドラミン	574
塩酸ジブカイン	153, 576
塩酸シプロヘプタジン	577
塩酸 <i>N, N</i> -ジメチル- <i>p</i> -フェニレンジアミン	153
塩酸ジラゼブ	591
塩酸ジルチアゼム	153, 591
塩酸シンコカイン	576
塩酸スペクチノマイシン	608
塩酸スレオプロカテロール	153
塩酸セチリジン	82
塩酸セチリジン, 定量用	31
塩酸セチリジン錠	83
塩酸セトラキサート	627
塩酸セフェピム	643
塩酸セフォゾラン	647
塩酸セフォチアム	649
塩酸セフォチアムヘキセチル	651
塩酸セフカベン ピボキシル	656
塩酸セフカベン ピボキシル細粒	658
塩酸セフカベン ピボキシル錠	658
塩酸セフカベンピボキシル	153
塩酸セフメノキシム	681
塩酸セミカルバジド	153
塩酸ダウノルピシン	700
塩酸タムスロシン	153, 701
塩酸タランピシリン	702
塩酸チアブリド	104
塩酸チアブリド錠	104
塩酸チアブリド, 定量用	21
塩酸チアミン	714
塩酸チアミン散	716
塩酸チアミン注射液	716, 89
塩酸チアラミド	717
塩酸チアラミド, 定量用	153
塩酸チアラミド錠	718
塩酸チオリダジン	722
塩酸チクロピジン	723
塩酸チザニジン	724
塩酸ツロブテロール	732
塩酸テトラカイン	753
塩酸テトラサイクリン	153, 753
塩酸デメチルクロルテトラサイクリン	757
塩酸ドキサプラム	761
塩酸ドキシサイクリン	761
塩酸ドキソルピシン	765
塩酸トドララジン	770
塩酸ドパミン	771

塩酸ドパミン, 定量用	153
塩酸ドパミン注射液	771, 93
塩酸ドブタミン	772
塩酸トリヘキシフェニジル	788
塩酸トリヘキシフェニジル錠	788
塩酸トリメタジジン	790, 94
塩酸トリメタジジン, 定量用	153
塩酸トリメタジジン錠	791
塩酸トリメトキノール	792
塩酸トルペリゾン	796
塩酸トレトキノール	792
塩酸ナファゾリン	802
塩酸ナルコチン	830
塩酸ナロキソン	805
塩酸ニカルジピン	807
塩酸ニカルジピン, 定量用	153
塩酸ニカルジピン注射液	807, 98
塩酸ノスカピン	830
塩酸ノルアドレナリン注射液	831, 100
塩酸ノルエピネフリン注射液	831, 100
塩酸ノルトリブチリン	835
塩酸パカンピシリン	836
塩酸パバベリン	153, 845
塩酸パバベリン, 定量用	153
塩酸パバベリン注射液	101, 846
塩酸パラアミノフェノール	153
塩酸バンコマイシン	863
塩酸ピオグリタゾン	120
L-塩酸ヒスチジン	153
塩酸ヒドララジン	153, 872
塩酸ヒドララジン, 定量用	153
塩酸ヒドララジン散	873
塩酸ヒドララジン錠	873, 104
塩酸ヒドロキシアニモニウム	153
塩酸ヒドロキシアニモニウム・エタノール試液	153
塩酸ヒドロキシアニモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液	153
塩酸ヒドロキシアニモニウム試液	153
塩酸ヒドロキシアニモニウム試液, pH 3.1	154
塩酸ヒドロキシジン	874
塩酸ヒドロキシルアミン	154
塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液	154
塩酸ヒドロキシルアミン試液	154
塩酸ヒドロキシルアミン試液, pH 3.1	154
塩酸ヒドロコタルニン	879
塩酸ヒドロコタルニン, 定量用	154
塩酸ピブメシリナム	886
塩酸ピブメシリナム錠	122
塩酸ピペリジン	154
塩酸ピペリデン	893
塩酸 1-(4-ピリジル)ピリジニウムクロリド	154
塩酸ピリドキシン	154, 900
塩酸ピリドキシン注射液	900, 107
塩酸ピレンゼピン	902
塩酸ピレンゼピン水和物	902
塩酸ピロカルピン	904
塩酸 1, 10-フェナントロリニウム一水和物	154
塩酸 <i>o</i> -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
塩酸ベタキシロール	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・タンナルビン・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
オベリジン	1007
オベリジン注射液	1008, 116
オメブラゾール	63
オリブ油	156, 417
オルシブレナリン硫酸塩	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

力

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-d₄ 156
 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
 かさ密度及びタツブ密度測定法 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
 カシュウ 1190, 134
 何首烏 1190, 134
 ガジュツ 1190, 134
 菰迷 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-メチルシリコーンポリマー 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-メチルシリコーンポリマー 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
 シリコーン 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 m^2/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 m^2/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 m^2/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-メチルシリコーンポリマー 157
 ガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル-
 メチルシリコーンポリマー 157
 ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-
 メチルシリコーンポリマー 157
 ガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル-
 メチルシリコーンポリマー 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 400 157
 ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600 157
 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 M 157
 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ーンポリマー 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
 カナマイシン一硫酸塩 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
 カブセル 425
 カブセル剤 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 (ペニシリウム) 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
 含糖ペプシン 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

キ

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

 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 4.0 159
 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
 希次硝酸ビスマス・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
 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
<i>o</i> -キシレン	160
キシレンシアノール FF	160
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
キサマイシン	446
キサマイシン酢酸エステル	447
キ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
<i>n</i> -吉草酸	160
吉草酸ジフルコルトロン	86
吉草酸バタメタゾン	1002
吉草酸バタメタゾン・硫酸ゲンタマイシクリーム	1002
吉草酸バタメタゾン・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
キノノーゲン	160
キノノーゲン試液	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
希ベ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ン	161
吸収スペクトル用 <i>n</i> -ヘキサン	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 Rc	161
ギンセノシド Re	161
ギンセノシド Rg ₁ , 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
キンヒドロロン	161

ク

グアイフェネシン	161, 454
グアナベンズ酢酸塩	455
グアニン	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 (⁶⁷ Ga) 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/L	162
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ベリン……………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
 グリセオフルビン……………464
 グリセオフルビン錠……………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
 クレボプリドリンゴ酸塩……………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
 クロバ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 (^{51}Cr) 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

クロモトロブ酸二ナトリウム二水和物	163
クロモトロブ酸	163
クロモトロブ酸試液	163
クロモトロブ酸試液, 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
結晶ペニシリン 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
ゲンボシド, 成分含量測定用	166
ゲンボシド, 薄層クロマトグラフィー用	166
ケノデオキシコール酸	511
ケノデオキシコール酸, 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 B	166
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 6.5	167
抗生物質用リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0	167
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
ゴシュユ	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
コンゴーレッド	168
コンゴーレッド紙	248
コンゴーレッド試液	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 A	550
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 b ₂ , 成分含量測定用	168
サイコサポニン b ₂ , 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 3.0	170
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 4.5	170
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液, pH 4.8	170
酢酸・酢酸カリウム緩衝液, pH 4.3	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.0	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.6	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.0	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 1 mol/L, pH 5.0	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.0	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5	170
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 4.7	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.0	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.5	170
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 5.6	170
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/L	170
酢酸・酢酸ナトリウム試液, pH 7.0	23
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 6.4	169
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/L	170
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 5.0	170
酢酸塩緩衝液, pH 3.5	170
酢酸塩緩衝液, pH 4.5	170
酢酸塩緩衝液, pH 5.4	170
酢酸塩緩衝液, pH 5.5	170
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/L	170
酢酸試液, 6 mol/L	170
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 <i>dl</i> - 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 <i>n</i> -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 ϵ -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
サルプタモール硫酸塩	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
山帰来	1218, 144
サンキライ末	1218, 144
山帰来末	1218, 144
散剂	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
 CMC 437
 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 U 176
 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
 ジクロロフェナミド 552
 ジクロロフェナミド錠 553
 2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 176
 2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液
 176
 2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液、
 滴定用 176
 ジクロフルオレセイン 176
 ジクロフルオレセイン試液 176
 ジクロロメタン 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
 ジクロロメタン 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
 磁裂るつば 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
 蒺藜子 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-ジプロムキノクロロイミド 179
- 2,6-ジプロムキノクロロイミド試液 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ルファン	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
臭化チメビジウム	728
臭化 <i>n</i> -デシルトリメチルアンモニウム	182
臭化 <i>n</i> -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 <i>n</i> -ブチルアンモニウム	182
臭化テトラ <i>n</i> -プロピルアンモニウム	182
臭化テトラ <i>n</i> -ヘプチルアンモニウム	182
臭化テトラ <i>n</i> -ペンチルアンモニウム	183
臭化ナトリウム	183, 584
臭化バンクロニウム	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 <i>N</i> -(1-ナフチル)- <i>N'</i> -ジエチルエチレン ジアミン	183
シュウ酸 <i>N</i> -(1-ナフチル)- <i>N'</i> -ジエチルエチレン ジアミン・アセトン試液	183
シュウ酸 <i>N</i> -(1-ナフチル)- <i>N'</i> -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 3.0	183
酒石酸キタサマイシン	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/L	184
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
硝酸ビスマス	185
硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液	185
0.01 mol/L 硝酸ビスマス液	127
硝酸ビスマス五水和物	185
硝酸ビスマス試液	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Ⅰ	185
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
シロップ用ファロベネムナトリウム	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・ジオキサン試液	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ロ 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
1-スレオニン	797

セ

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
成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液	25
成分含量測定用ブファリン	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
西洋ワサビペルオキシダーゼ	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	セフカベンピボキシル塩酸塩水和物	656
赤色リトマス紙	248	セフジトレン ピボキシル	659
石炭酸	922	セフジトレン ピボキシル細粒	660
石炭酸水	923	セフジトレン ピボキシル錠	661
石油エーテル	190	セフジトレンピボキシル	659
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	セフジトレンピボキシル細粒	660
石油ベンジン	190, 627	セフジトレンピボキシル錠	661
赤リン	190	セフジニル	662
セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液	190	セフジニルカプセル	663
セクレチン用ウシ血清アルブミン試液	190	セフジニル細粒	664
セスキオレイン酸ソルビタン	190, 698	セフジニルラクタム環開裂ラクトン	190
セタノール	190, 627	セフスロジンナトリウム	665
セチリジン塩酸塩	82	セフタジジム	666
セチリジン塩酸塩錠	83	セフタジジム水和物	666
石灰乳	190	セフチゾキシムナトリウム	668
赤血球浮遊液, A 型	190	セフチブテン	669
赤血球浮遊液, B 型	190	セフチブテン水和物	669
セッコウ	1228	セフテラム ピボキシル	670
石膏	1228	セフテラム ピボキシル細粒	671
セトラキサート塩酸塩	627	セフテラム ピボキシル錠	96
セトリミド	190	セフテラムピボキシル	670
セネガ	1228, 146, 171	セフテラムピボキシル細粒	671
セネガシロップ	1229	セフテラムピボキシル錠	96
セネガ末	1229, 146, 171	セフトリアキソンナトリウム	672
セファクロル	629	セフトリアキソンナトリウム水和物	672
セファクロルカプセル	630	セフピラミドナトリウム	674
セファクロル細粒	633	セフピロム硫酸塩	676
セファクロル複合顆粒	631, 92	セフブペラゾンナトリウム	677
セファゾリンナトリウム	634	セフボドキシム プロキセチル	678
セファゾリンナトリウム水和物	635	セフボドキシムプロキセチル	678
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	セフミノクスナトリウム	679
セファトリジンプロピレングリコール	190, 636, 85	セフミノクスナトリウム水和物	679
セファドロキシル	190, 637	セフメタゾールナトリウム	680
セファドロキシルカプセル	85	セフメノキシム塩酸塩	681
セファドロキシルドライシロップ	86	セフロキサジン	683
セファピリンナトリウム	638	セフロキサジン水和物	683
セファレキシン	639	セフロキサジンドライシロップ	98
セファレキシカプセル	93	セフロキシム アキセチル	684
セファレキシンドライシロップ	94	セフロキシムアキセチル	684
セファロチンナトリウム	640, 86	セフロキシムナトリウム	686
セフィキシム	642	セボフルラン	98
セフィキシムカプセル	95	セミマイクロケルダール法	22, 5
セフェピム塩酸塩水和物	643	セラセフェート	687, 100
セフォジジムナトリウム	645	ゼラチン	190, 688
セフォセリス 3-エン異性体	190	ゼラチン, 酸処理	190
セフォゾブラン塩酸塩	647	ゼラチン・トリス緩衝液	190
セフォタキシムナトリウム	648	ゼラチン・トリス緩衝液, pH 8.0	191
セフォチアム ヘキシセチル塩酸塩	651	ゼラチン・リン酸塩緩衝液	191
セフォチアム塩酸塩	649	ゼラチン・リン酸塩緩衝液, pH 7.0	191
セフォチアムヘキシセチル塩酸塩	651	ゼラチン・リン酸塩緩衝液, pH 7.4	191
セフォテタン	653	ゼラチン試液	190
セフォペラゾンナトリウム	655	ゼラチン製ペプトン	190
セフカベン ピボキシル塩酸塩細粒	658	セラペブターゼ	690
セフカベン ピボキシル塩酸塩錠	658	セラペブターゼ用トリクロロ酢酸試液	191
セフカベン ピボキシル塩酸塩水和物	656	L-セリン	191, 87
セフカベンピボキシル塩酸塩細粒	658	セルモロイキン(遺伝子組換え)	691
セフカベンピボキシル塩酸塩錠	658	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
ダウノルビシン塩酸塩	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
タンニン酸ジフェニヒドラミン	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

チアブリド塩酸塩	104
チアブリド塩酸塩錠	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 (セミミクロケルダール法)	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・ジオキサン試液	194
チモールブルー・1,4-ジオキサン試液	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 B	296
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
注射用血清性腺刺激ホルモン	623
注射用胎盤性腺刺激ホルモン	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
注射用セフォゾラン塩酸塩	648
注射用セフォチアム塩酸塩	650
注射用セフトジジム	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 C	118
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

ソ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

定量用塩酸アブリンジン 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ブリン 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

定量用塩酸チアブリド 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

定量用塩酸パパベリン 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

定量用塩酸メビパカイン 196

定量用塩酸モルヒネ 196

定量用塩酸ラベタロール 33

定量用カイニン酸 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

定量用クロラゼパ酸二カリウム 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

定量用酒石酸レパロルファン 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	テセロイキン (遺伝子組換え)	746
定量用フマル酸ビスプロロール	33	テセロイキン用細胞懸濁液	197
定量用フマル酸ベンシクラン	196	テセロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗体	197
定量用ブラゼパム	196	テセロイキン用試験菌移植培地	197
定量用フルトブラゼパム	25	テセロイキン用試験菌移植培地斜面	197
定量用フルラゼパム	196	テセロイキン用等電点マーカー	197
定量用プロピルチオウラシル	196	テセロイキン用発色試液	197
定量用フロプロピオン	196	テセロイキン用普通寒天培地	197
定量用ベザフィブラート	196	テセロイキン用分子量マーカー	197
定量用ボグリボース	196	テセロイキン用力価測定用培地	197
定量用マレイン酸イルソグラジン	25	デソキシコール酸ナトリウム	197
定量用マレイン酸ペルフェナジン	196	鉄	197
定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン	196	鉄・フェノール試液	197
定量用メシル酸ベタヒスチン	196	鉄・フェノール試液, 希	197
定量用メチルドバ	196	鉄試験法	27
定量用メトクロブラミド	196	鉄試験用アスכולビン酸	197
定量用メトロニダゾール	196	鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.5	197
定量用メフルシド	196	鉄標準原液	29
定量用 <i>l</i> -メントール	196	鉄標準液	134
定量用ヨウ化イソプロピル	196	鉄標準液, 原子吸光光度用	29
定量用ヨウ化カリウム	196	鉄粉	197
定量用ヨウ化メチル	196	テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液	197
定量用ヨウ素	196	テトラカイン塩酸塩	753
定量用リシノプリル	196	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
定量用リドカイン	196	テトラクロロ金 (Ⅲ) 酸試液	198
定量用硫酸アトロピン	196	テトラクロロ金 (Ⅲ) 酸四水和物	197
定量用硫酸ベタニジン	196	テトラクロロ金試液	198
定量用リン酸コデイン	196	テトラサイクリン	198
定量用リン酸ジヒドロコデイン	196	テトラサイクリン塩酸塩	753
定量用レバミピド	25	テトラヒドロキシキノロン	198
定量用ワルファリンカリウム	196	テトラヒドロキシキノロン指示薬	198
2'-デオキシウリジン, 液体クロマトグラフィー用	196	テトラヒドロフラン	198
テオフィリン	196, 735	テトラヒドロフラン, 液体クロマトグラフィー用	198
テオフィリン, 定量用	25	テトラヒドロフラン, ガスクロマトグラフィー用	198
テガフル	736	テトラフェニルホウ酸ナトリウム	198
1-デカンスルホン酸ナトリウム	197	0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液	129
1-デカンスルホン酸ナトリウム試液, 0.0375 mol/L	197	テトラフェニルボロンカリウム試液	198
デキサメサゾン	737	テトラフェニルボロンナトリウム	198
デキサメタゾン	737	0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液	129
デキストラン 40	738, 91	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
デキストラン 40 注射液	739	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
デキストラン 70	739	0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液	129
デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 5	740	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液	198
デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 18	741	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, 40 %	198
デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 5	740	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, 0.005 mol/L	198
デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18	741	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, カリウム塩	198
デキストリン	741	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液	198
デキストロメトルファン臭化水素酸塩	742	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液, カリウム	198
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物	742	テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液	198
滴定終点検出法	46	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
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
<i>N,N,N',N'</i> -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
<i>N</i> -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
<i>N</i> -デメチルロキシスロマイシン	199
デメトキシシクロクミン	26
テルフェニル	199
<i>p</i> -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
<i>dl</i> - 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	トリス緩衝液, pH 8.2	201
トスフロキサシントシル酸塩錠	110	トリス緩衝液, pH 8.4	201
トスフロキサシントシル酸塩水和物	108	トリス緩衝液, pH 9.5	201
トチュウ	1251	トリスヒドロキシメチルアミノメタン	201
杜仲	1251	トリデカンスルホン酸ナトリウム	201
ドッカツ	149	2,4,6-トリニトロフェノール	201
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	200	2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液	202
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液	134	2,4,6-トリニトロフェノール試液	202
トドララジン塩酸塩	770	2,4,6-トリニトロフェノール試液, アルカリ性	202
トドララジン塩酸塩水和物	770	2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸	202
ドバミン塩酸塩	771	トリフェニルクロロメタン	202
ドバミン塩酸塩注射液	771, 93	トリフェニルクロロメタン	202
トフィソバム	772	2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩	202
ドブタミン塩酸塩	772	2,3,5-トリフェニル-2H-テトラゾリウム塩酸塩試液	202
トブラマイシン	773	トリフェニルメタノール, 薄層クロマトグラフィー用	33
トブラマイシン注射液	93	トリプシン, 液体クロマトグラフィー用	202
ドーフル散	1173	トリプシンインヒビター	202
トラガント	1251	トリプシンインヒビター試液	202
トラガント末	201, 1251	トリプシン試液, ウリナスタチン試験用	202
ドラージェンドルフ試液	200	トリプシン試液, エルカトニン試験用	202
ドラージェンドルフ試液, 噴霧用	201	1-トリプトファン	202, 787
トラザミド	774	トリフルオロ酢酸	202
トラネキサム酸	775	トリフルオロ酢酸, 核磁気共鳴スペクトル測定用	202
トラネキサム酸カプセル	776	トリフルオロ酢酸試液	202
トラネキサム酸錠	777	トリヘキシフェニジル塩酸塩	788
トラネキサム酸注射液	777	トリヘキシフェニジル塩酸塩錠	788
トラピジル	778	トリメタジオン	789
トリアムシノロン	779	トリメタジオン錠	790
トリアムシノロンアセトニド	201, 779	トリメタジジン塩酸塩	790, 94
トリアムテレン	780	トリメタジジン塩酸塩錠	791
トリエタノールアミン	201	トリメチルシリルイミダゾール	202
トリエチルアミン	201	トリメチルシリル化シリカゲル,	
トリエチルアミン・リン酸緩衝液, pH 5.0	201	液体クロマトグラフィー用	247
1 % トリエチルアミン・リン酸緩衝液, pH 3.0	26	3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム,	
トリエチルアミン緩衝液, pH 3.2	201	核磁気共鳴スペクトル測定用	202
トリクロホスナトリウム	781	3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d ₄ ,	
トリクロホスナトリウムシロップ	782	核磁気共鳴スペクトル測定用	202
トリクロロ酢酸	201	トリメトキノール塩酸塩	792
トリクロロメチアジド	783	トリメトキノール塩酸塩水和物	792
トリクロロメチアジド錠	784	トリメブチンマレイン酸塩	793
トリクロロ酢酸	201	トルイジンブルー	202
トリクロロ酢酸試液	201	トルイジンブルー O	202
トリクロロ酢酸試液, セラペブターゼ用	201	o-トルイル酸	202
トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液	201	トルエン	202
1, 1, 2-トリクロロ-1, 2, 2-トリフルオロエタン	201	o-トルエンスルホンアミド	202
トリクロロフルオロメタン	201	p-トルエンスルホンアミド	203
トリコマイシン	786	トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物	203
トリシン	201	トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液	203
トリス・塩酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.5	201	p-トルエンスルホン酸	203
トリス・塩酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 7.4	201	p-トルエンスルホン酸一水和物	203
トリス・酢酸緩衝液, pH 6.5	201	トルナフタート	794
トリス緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.0	201	トルナフタート液	794
トリス緩衝液, 0.05 mol/L, pH 8.6	201	トルナフタート	794
トリス緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0	201	トルナフタート液	794
トリス緩衝液, 0.5 mol/L, pH 6.8	201	トルプタミド	203, 795
トリス緩衝液, 1.5 mol/L, pH 8.8	201	トルプタミド錠	795, 110
トリス緩衝液, エンドトキシン試験用	201	トルペリゾン塩酸塩	796
トリス緩衝液, pH 7.0	201	1-トレオニン	203, 797

トレピブトン	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
ドンペリドン	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・ジオキサン液	130
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1, 4-ジオキサン液	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
<i>p</i> -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
<i>p</i> -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
肉製ペブトン	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 <i>dl</i> - 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 <i>N, N'</i> -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
ニシュ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, ペニシリウム由来 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
濃クロモトロブ酸試液	207
濃クロモトロブ酸試液	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
ノルトリブチリン塩酸塩	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リウム	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 Rg ₁	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ンナムアルデヒド	208
薄層クロマトグラフィー用 (E)-シンナムアルデヒド	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 A	208
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Ⅳ	208
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-(<i>E</i>)-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-(<i>E</i>)-	
プロペン酸・(<i>E</i>)-フェルラ酸混合試液	208
薄層クロマトグラフィー用ヒペロシド	33
薄層クロマトグラフィー用ブエラリン	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 A	33
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- <i>O</i> -メチルメチルドバ	208
薄層クロマトグラフィー用 (<i>E</i>)-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 (<i>Z</i>)-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
パスカルシウム	847
パスカルシウム顆粒	848

パスカルシウム水和物	847
バソプレシン	208
バソプレシン注射液	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
パラフィン	209, 850
パラフィン, 流動	209
パラホルムアルデヒド	852

H-D-バリル-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
バルビタール	210, 856
バルビタール緩衝液	210
バルビタールナトリウム	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
パルミチン酸, ガスクロマトグラフィー用	210
パルミチン酸クロラムフェニコール	490
パ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, でんぷん消化力試験用	210
ハロキサゾラム	858
ハロタン	859
ハロペリドール	860
ハロペリドール, 定量用	210
ハロペリドール錠	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
ビ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
ビクリン酸	211
ビクリン酸・エタノール試液	211
ビクリン酸試液	211
ビクリン酸試液, アルカリ性	211
ヒコアト注射液	408
ビコスルファートナトリウム	867
ビコスルファートナトリウム水和物	867
ビスコジル	867
ビスコジル坐剤	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 パ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
 ヒドラジン塩酸塩 872
 ヒドラジン塩酸塩散 873
 ヒドラジン塩酸塩錠 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
 ヒベロシド, 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
 ビマリシン 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
 ビモジド 124

ビャクゴウ 151
 百合 151
 ビャクシ 1257, 152
 白芷 1257, 152
 ビャクジュツ 1258, 152
 白朮 1258, 152
 ビャクジュツ末 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-ビリジルアゾ)-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 3.0 28
 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
 ビレノキシシン 902
 ビ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 9.0 215
 ピロリン酸塩緩衝液, pH 9.0 215
 ピロリン酸カリウム 215
 ピロール 215
 ピロールニトリン 906
 ビワヨウ 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
 ブイオン, 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
<i>p</i> -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
(<i>E</i>)-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
<i>n</i> -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
<i>o</i> -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- <i>n</i> -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
<i>n</i> -ブチルアミン	219
<i>t</i> -ブチルアルコール	219
ブチルスコボラミン臭化物	929
<i>n</i> -ブチルボロン酸	34
<i>tert</i> -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
<i>N</i> - <i>t</i> -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	7-フルオロ-4-ニトロベンゾ-2-オキサ-1,3-ジアゾール	29
ブナゾシン塩酸塩	934	フルオロメトロン	951
ブファリン, 成分含量測定用	219	フルジアゼパム	952
ブフェキサマク	934	フルシトシン	953
ブフェキサマク, 定量用	220	ブルシン	221
ブフェキサマククリーム	935	ブルシン二水和物	221
ブフェキサマク軟膏	935	フルスルチアミン塩酸塩	954
ブフェキサマク乳剤性軟膏	935	フルタミド	129
ブフェキサマック	934	ブルーテトラゾリウム	220
ブフェキサマッククリーム	935	ブルーテトラゾリウム試液, アルカリ性	220
ブフェキサマック軟膏	935	フルトブラゼパム	130
ブフェトロール塩酸塩	936	フルトブラゼパム, 定量用	29
ブブラノロール塩酸塩	937	フルトブラゼパム錠	130
ブブレノルフィン塩酸塩	112	フルドロコルチゾン酢酸エステル	131
ブホルミン塩酸塩	112	フルニトラゼパム	955
ブホルミン塩酸塩錠	113	フルフェナジンエナント酸エステル	955
ブホルミン塩酸塩腸溶錠	114	フルフラール	221
フマル酸, 薄層クロマトグラフィー用	220	フルラゼパム	956
フマル酸クレマスチン	474	フルラゼパム, 定量用	221
フマル酸ケトチフェン	509	フルラゼパム塩酸塩	957
フマル酸ビソプロロール	102	フルラゼパムカプセル	957
フマル酸ビソプロロール, 定量用	34	ブルナーゼ	221
フマル酸ビソプロロール錠	103	ブルナーゼ試液	221
フマル酸フォルモテロール	1047	ブルラン	958
フマル酸ホルモテロール	1047	フルルビプロフェン	958
ブメタニド	938	ブレオマイシン塩酸塩	960
浮遊培養用培地	220	ブレオマイシン硫酸塩	962
(±)-ブラエルプトリン A, 薄層クロマトグラフィー用	34	ブレドニゾロン	221, 963
フラジオマイシン硫酸塩	939	ブレドニゾロンコハク酸エステル	965
ブラジキニン	220	ブレドニゾロン酢酸エステル	967
プラスチック製医薬品容器	1646	ブレドニゾロン錠	964
プラスチック製医薬品容器試験法	110, 17	ブレドニゾロンリン酸エステルナトリウム	132
プラステロン硫酸エステルナトリウム	940	ブレドニゾン	221
プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物	940	フロイント完全アジュバント	221
プラステロン硫酸ナトリウム	940	プロカインアミド塩酸塩	969, 133
プラゼパム	941	プロカインアミド塩酸塩錠	969, 134
プラゼパム, 定量用	220	プロカインアミド塩酸塩注射液	970, 135
プラゼパム錠	941	プロカイン塩酸塩	968
ブラゾシン塩酸塩	127	プロカイン塩酸塩注射液	968
ブラノプロフェン	942	プロカテロール塩酸塩	970
ブラバスタチンナトリウム	220, 943	プロカテロール塩酸塩水和物	970
フラビンアデニンジスクレオチドナトリウム	944	プロカルバジン塩酸塩	971
フラボキサート塩酸塩	945	プログルミド	972
ブリミドン	946	プロクロルペラジンマレイン酸塩	972
ブリリアントグリーン	220	プロクロルペラジンマレイン酸塩錠	973, 135
ふるい	249	プロゲステロン	221, 974, 136
フルオキシメステロン	947	プロゲステロン注射液	974, 137
フルオシノニド	948	プロスタグランジン A ₁	221
フルオシノロンアセトニド	220, 949	プロスタグランジン E ₁	307
フルオレセイン	220	プロスタグランジン E ₁ α-シクロデキストリン包接化合物	308
フルオレセインナトリウム	220, 950	プロスタグランジン F _{2α}	567
フルオレセインナトリウム試液	220	フロセミド	975
9-フルオレニルメチルクロロギ酸	29	フロセミド錠	976
4-フルオロ安息香酸	220	フロセミド注射液	137
フルオロウラシル	950	プロタミンインシュリン亜鉛水性懸濁注射液	977
1-フルオロ-2,4-ジニトロベンゼン	221	プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液	977
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	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
プロパンテリン臭化物	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
ブロムヘキシン塩酸塩	988
ブロムワレリル尿素	222, 993
ブロメタジン塩酸塩	989
フロモキシセフナトリウム	990
ブロモクリブチンメシル酸塩	992
ブロモクレゾールグリン	222
ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液	222
ブ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
ブ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
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液	222
ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液	222
ブロモクレゾールグリン試液	222
ブロモクレゾールパープル	222
ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液	222
ブ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
ブロモクレゾールパープル試液	222
N-ブロモスクシンイミド	222
N-ブ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 <i>p</i> -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
噴霧用ドラージェンドルフ試液	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 <i>p</i> -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
<i>n</i> -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
<i>n</i> -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
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル	994
ベザフィブラート	995
ベザフィブラート, 定量用	224
ベ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
ベタキソロール塩酸塩	143
ベタネコール塩化物	997
ベタヒスチンメシル酸塩	997, 116
ベタヒスチンメシル酸塩錠	998
ベタメサゾン	1000
ベタメタゾン	1000
ベタメタゾン錠	144
ベタメタゾン吉草酸エステル	1002
ベ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

ベ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
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル	1005
ベタメタゾン錠	1000
ベ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
ベニジピン塩酸塩	1008
ベニジピン塩酸塩錠	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
ベプシン, 含糖	225
ヘプタン	225
1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム	225
ベプチドマップ法	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
ハマトキシリン	225
ハマトキシリン試液	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
<i>p</i> -ベンジルフェノール	226

ベンジルベニシリンカリウム 226, **1022**
 ベンジルベニシリンベンザチン 226, **1023**
 ベンジルベ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**
 ベンズブロマロン**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 226
p-ベンゾキノ試液 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
 ペントキシベリンクエン酸塩**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

ボウイ**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
 ボウコン**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 400 1050
 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 1500 1051
 ポリエチレングリコール 4000 1051
 ポリエチレングリコール 6000 1052
 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 20000 1052
 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 60 228
 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 20 228
 ポリソルベート 80 228, 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 I 228
 ポリビニルアルコール II 229
 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 C 1048
 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 400 1050
 マクロゴール 600 230
 マクロゴール 1500 1051
 マクロゴール 4000 1051
 マクロゴール 6000 1052
 マクロゴール 20000 1052
 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
 マニジピン塩酸塩 119
 マニジピン塩酸塩錠 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
マイ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Ⅰ	230
無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅱ	230
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
メキタジン	1065
メグルミン	231, 1065
メクロフェノキサート塩酸塩	1066
メコパラミン	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/L	232
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
メチルシリコーンポリマー, 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-1H-テトラゾール-5-チオラートナトリウム	233
1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオール	233
1-メチル-1H-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
メチルバナクチジウム臭化物	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
メトクロブラミド	1086
メトクロブラミド, 定量用	234
メトクロブラミド錠	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
メナテレノン	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 7.0	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 8.0	236
3-(N-モルホリノ) プロパンスルホン酸緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0	236

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
ユビキノン-9	236
ユビデカレノン	1108

ヨ

ヨウ化亜鉛デンプン紙	248
ヨウ化亜鉛デンプン試液	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プン紙	248
ヨウ化カリウムデンプン試液	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 (¹²⁵ I) カプセル	1110
ヨウ化ナトリウム (¹³¹ I) カプセル	1110
ヨウ化ナトリウム (¹³¹ I) 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 (¹³¹ I) 注射液	1111
ヨウ化ヒプル酸ナトリウム (¹³¹ I) 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
ラタモキシセフナトリウム	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-リシン酢酸塩	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
リファンピシン	1136
リファンピシンカプセル	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/L	240
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
硫酸アミカシン	288
硫酸アミカシン注射液	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
硫酸エンビオマイシン	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
硫酸グアナチジン	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/L	240
硫酸試液, 0.25 mol/L	240
硫酸試液, 0.5 mol/L	240
硫酸試液, 1 mol/L	34
硫酸試液, 2 mol/L	240
硫酸試液, 5 mol/L	35
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) <i>n</i> 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
 硫酸バメタン 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
 硫酸ピンクリスチン 240, 907, 107
 硫酸ピンブラスチン 240, 908
 硫酸フラジオマイシン 939
 硫酸ブレオマイシン 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
 硫酸ペンブトロール 1030
 硫酸ポリミキシン B 1046
 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 2.0 243
 リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液, pH 2.3 244
 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 5.3 241
 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 5.4 241
 リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5 241
 リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0 241
 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/L 241
 リン酸一水素ナトリウム試液, 0.5 mol/L 241
 リン酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 6.8 241
 リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 3.0 241
 リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 3.5 241
 リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 8.0 241
 リン酸塩緩衝液, 0.03 mol/L, pH 7.5 242
 リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 3.5 242
 リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 6.0 242
 リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 7.0 242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.5 242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 5.3 242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 6.8 242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.0 242
 リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 8.0 242
 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 10.5 242
 リン酸塩緩衝液, 1/15 mol/L, pH 5.6 242
 リン酸塩緩衝液, pH 3.0 242
 リン酸塩緩衝液, pH 3.1 242
 リン酸塩緩衝液, pH 5.9 242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.0 242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.2 242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.5 242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.5, 抗生物質用 242
 リン酸塩緩衝液, pH 6.8 242
 リン酸塩緩衝液, pH 7.0 242
 リン酸塩緩衝液, pH 7.2 242
 リン酸塩緩衝液, pH 7.4 242

リン酸塩緩衝液, pH 8.0 242
 リン酸塩緩衝液, pH 12 242
 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 7.4 243
 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 5.3 243
 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 3.0 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液, pH 5.4 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液,
 0.05 mol/L, pH 6.0 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 3.0 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.5 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.4 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.0 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.2 243
 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.5 31
 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 4.5 243
 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/L 243
 リン酸水素二ナトリウム試液, 0.5 mol/L 243
 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 7.0 243
 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/L 243
 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 4.0 31
 リン酸二水素カリウム試液, 0.1 mol/L, pH 2.0 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.25 mol/L, pH 3.5 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.33 mol/L 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.02 mol/L 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L, pH 3.0 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.05 mol/L, pH 4.7 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.1 mol/L 244
 リン酸二水素カリウム試液, 0.2 mol/L 244
 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 2.2 35
 リン酸二水素ナトリウム試液, pH 2.5 244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L 244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 2.6 244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 3.0 244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.1 mol/L 244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.1 mol/L, pH 3.0 244
 リン酸二水素ナトリウム試液, 2 mol/L 244
 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
 リン酸ビペラジン 892
 リン酸ビペラジン錠 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
レボチロキシンナトリウム	245, 1158
レボチロキシンナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用	245
レボチロキシンナトリウム錠	1159
レボチロキシンナトリウム水和物	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
ロキシスロマイシン	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, るつぽ等	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・パパベリン・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