○厚生労働省告示第 65 号

薬事法（昭和35年法律第145号）第41条第1項の規定に基づき、日本薬局方（平成18年厚生労働省告示第285号）の全部を改正する告示を次のように定め、平成23年4月1日から適用する。ただし、この告示による改正前の日本薬局方（以下「旧薬局方」という。）に収められていた医薬品（この告示による改正後の日本薬局方（以下「新薬局方」という。）に収められているものに限る。）であって同日において現に同法第14条第1項の規定による承認を受けているもの（同年3月31日において、薬事法第14条第1項の規定に基づき製造販売の承認を要しないものとして厚生労働大臣の指定する医薬品等（平成6年厚生省告示第104号）により製造販売の承認を要しない医薬品として指定されている医薬品（以下「承認を要しない医薬品」という。）を含む。）については、平成24年9月30日までは、旧薬局方で定める名称及び基準（当該医薬品に関する部分に限る。）は新薬局方で定める名称及び基準とみなすことができるものとし、新薬局方に収められている医薬品（旧薬局方に収められていたものを除く。）であって平成23年4月1日において現に同項の規定による承認を受けている医薬品（承認を要しない医薬品を含む。）については、平成24年9月30日までは、新薬局方に収められていない医薬品とみなすことができるものとする。

平成23年3月24日

厚生労働大臣　細川　律夫

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

（なお、「次のよう」とは、「通則」から始まり、「参照赤外吸収スペクトル」（1963頁）までをいう。）

目　　次

日本薬局方沿革略記……1
まえがき ……25

第十六改正日本薬局方

通　則 ……3

生薬総則 ……7

製剤総則 ……9

一般試験法 ……23
1.　化学的試験法 ……23
1.01　アルコール数測定法 ……23
1.02　アンモニウム試験法 ……24
1.03　塩化物試験法 ……25
1.04　炎色反応試験法 ……25
1.05　鉱油試験法 ……26
1.06　酸素フラスコ燃焼法 ……26
1.07　重金属試験法 ……27
1.08　窒素定量法(セミミクロケルダール法) ……27
1.09　定性反応 ……28
1.10　鉄試験法 ……33
1.11　ヒ素試験法 ……34
1.12　メタノール試験法 ……35
1.13　油脂試験法 ……35
1.14　硫酸塩試験法 ……37
1.15　硫酸呈色物試験法 ……37
2.　物理的試験法 ……37
クロマトグラフィー ……37
2.01　液体クロマトグラフィー ……37
2.02　ガスクロマトグラフィー ……40
2.03　薄層クロマトグラフィー ……41
2.04　たん白質のアミノ酸分析法 ……42
分光学的測定法 ……43
2.21　核磁気共鳴スペクトル測定法 ……43
2.22　蛍光光度法 ……44
2.23　原子吸光光度法 ……45
2.24　紫外可視吸光度測定法 ……46
2.25　赤外吸収スペクトル測定法 ……47
その他の物理的試験法 ……48
2.41　乾燥減量試験法 ……48
2.42　凝固点測定法 ……48
2.43　強熱減量試験法 ……49
2.44　強熱残分試験法 ……49
2.45　屈折率測定法 ……49
2.46　残留溶媒試験法 ……50
2.47　浸透圧測定法(オスモル濃度測定法) ……50
2.48　水分測定法(カールフィッシャー法) ……51
2.49　旋光度測定法 ……53

2.50　滴定終点検出法 …… 53
2.51　導電率測定法 …… 55
2.52　熱分析法 …… 56
2.53　粘度測定法 …… 57
2.54　pH測定法 …… 60
2.55　ビタミンA定量法 …… 61
2.56　比重及び密度測定法 …… 62
2.57　沸点測定法及び蒸留試験法 …… 63
2.58　粉末X線回折測定法 …… 64
2.59　有機体炭素試験法 …… 68
2.60　融点測定法 …… 69
3.　粉体物性測定法 …… 70
3.01　かさ密度及びタップ密度測定法 …… 70
3.02　比表面積測定法 …… 72
3.03　粉体の粒子密度測定法 …… 74
3.04　粒度測定法 …… 75
4.　生物学的試験法／生化学的試験法／微生物学的試験法 …… 79
4.01　エンドトキシン試験法 …… 79
4.02　抗生物質の微生物学的力価試験法 …… 83
4.03　消化力試験法 …… 86
4.04　発熱性物質試験法 …… 89
4.05　微生物限度試験法 …… 89
4.06　無菌試験法 …… 98
5.　生薬試験法 …… 100
5.01　生薬試験法 …… 100
5.02　生薬の微生物限度試験法 …… 103
6.　製剤試験法 …… 109
6.01　眼軟膏剤の金属性異物試験法 …… 109
6.02　製剤均一性試験法 …… 109
6.03　製剤の粒度の試験法 …… 112
6.04　制酸力試験法 …… 112
6.05　注射剤の採取容量試験法 …… 112
6.06　注射剤の不溶性異物検査法 …… 113
6.07　注射剤の不溶性微粒子試験法 …… 113
6.08　点眼剤の不溶性微粒子試験法 …… 115
6.09　崩壊試験法 …… 116
6.10　溶出試験法 …… 117
6.11　点眼剤の不溶性異物検査法 …… 121
7.　容器・包装材料試験法 …… 121
7.01　注射剤用ガラス容器試験法 …… 121
7.02　プラスチック製医薬品容器試験法 …… 122
7.03　輸液用ゴム栓試験法 …… 127
8.　その他 …… 128
8.01　滅菌法及び無菌操作法 …… 128
9.　標準品，標準液，試薬・試液，計量器・用器等 …… 129
標準品 …… 129
9.01　標準品 …… 129
標準液 …… 132
9.21　容量分析用標準液 …… 132
9.22　標準液 …… 143
9.23　色の比較液 …… 145

試薬・試液等 …… 145
9.41　試薬・試液 …… 145
9.42　クロマトグラフィー用担体／充てん剤 …… 280
9.43　ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，るつぼ等 …… 283
9.44　標準粒子等 …… 284
計量器・用器，温度計等 …… 284
9.61　波長及び透過率校正用光学フィルター …… 284
9.62　計量器・用器 …… 284
9.63　温度計 …… 287

医薬品各条 …… 289
生薬等 …… 1445

参照紫外可視吸収スペクトル …… 1607

参照赤外吸収スペクトル …… 1777

参考情報
G1.　理化学試験関連 …… 1967
胃腸薬のpH試験法 …… 1967
医薬品の残留溶媒ガイドライン及び残留溶媒試験法記載例 …… 1967
近赤外吸収スペクトル測定法 …… 1968
システム適合性 …… 1971
中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法 …… 1973
分析法バリデーション …… 1974
誘導結合プラズマ発光分光分析法 …… 1976
G2.　物性関連 …… 1980
固体又は粉体の密度 …… 1980
粉体の細かさの表示法 …… 1981
粉体の流動性 …… 1981
レーザー回折法による粒子径測定法 …… 1984
G3.　生物薬品関連 …… 1988
アミノ酸分析法 …… 1988
SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法 …… 1994
キャピラリー電気泳動法 …… 1998
たん白質定量法 …… 2002
等電点電気泳動法 …… 2006
日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件 …… 2007
日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源としての動物に求められる要件 …… 2020
バイオテクノロジー応用医薬品／生物起源由来医薬品の製造に用いる
細胞基材に対するマイコプラズマ否定試験 …… 2022
ペプチド及びたん白質の質量分析 …… 2024
ペプチドマップ法 …… 2026
G4.　微生物関連 …… 2029
遺伝子解析による微生物の迅速同定法 …… 2029
エンドトキシン規格値の設定 …… 2031
蛍光染色による細菌数の迅速測定法 …… 2031
最終滅菌医薬品の無菌性保証 …… 2033
最終滅菌法及び滅菌指標体 …… 2036
培地充てん試験(プロセスシミュレーション) …… 2039
微生物殺滅法 …… 2041
非無菌医薬品の微生物学的品質特性 …… 2042
保存効力試験法 …… 2044
無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法 …… 2046

G5.　生薬関連 …… 2049
アリストロキア酸について …… 2049
遺伝子情報を利用する生薬の純度試験 …… 2049
日本薬局方収載生薬の学名表記について …… 2053
G6.　製剤関連 …… 2062
錠剤の摩損度試験法 …… 2062
G7.　容器・包装関連 …… 2062
プラスチック製医薬品容器 …… 2062
G8.　水関連 …… 2063
医薬品等の試験に用いる水 …… 2063
製薬用水の品質管理 …… 2063
G9.　その他 …… 2070
第十六改正日本薬局方における国際調和 …… 2070

附　録

原子量表(2010)について …… 2091
原子量表(2010) …… 2092
安定同位体のない元素 …… 2093
Standard Atomic Weights 2010 …… 2094

索　引

日本名索引 …… 2099
英名索引 …… 2167
ラテン名索引 …… 2187

第十六改正日本薬局方

医薬品各条目次

ア

亜鉛華デンプン……289
亜鉛華軟膏……289
アクチノマイシンD……289
アクラルビシン塩酸塩……290
アクリノール水和物……291
アクリノール・亜鉛華軟膏……292
アクリノール・チンク油……292
複方アクリノール・チンク油……293
アザチオプリン……293
アザチオプリン錠……294
亜酸化窒素……295
アシクロビル……296
アシクロビルシロップ……297
アシクロビル注射液……298
シロップ用アシクロビル……298
アジスロマイシン水和物……299
アジマリン……300
アジマリン錠……300
亜硝酸アミル……301
アスコルビン酸……302
アスコルビン酸散……302
アスコルビン酸注射液……303
アズトレオナム……303
注射用アズトレオナム……304
L－アスパラギン酸……305
アスピリン……305
アスピリン錠……306
アスピリンアルミニウム……306
アスポキシシリン水和物……307
アセグルタミドアルミニウム……308
アセタゾラミド……310
注射用アセチルコリン塩化物……310
アセチルシステイン……311
アセトアミノフェン……312
アセトヘキサミド……313
アセブトロール塩酸塩……314
アセメタシン……315
アセメタシンカプセル……315
アセメタシン錠……316
アゼラスチン塩酸塩……317
アゼラスチン塩酸塩顆粒……318
アテノロール……319
アトルバスタチンカルシウム水和物……320
アトルバスタチンカルシウム錠……321
アドレナリン……322
アドレナリン液……323
アドレナリン注射液……323
アトロピン硫酸塩水和物……324
アトロピン硫酸塩注射液……325
亜ヒ酸パスタ……325
アプリンジン塩酸塩……326
アプリンジン塩酸塩カプセル……327
アフロクアロン……328
アヘン末……328
アヘン散……329
アヘンチンキ……329
アヘンアルカロイド塩酸塩……330
アヘンアルカロイド塩酸塩注射液……331
アヘンアルカロイド・アトロピン注射液……331
アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液……332
弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液……333
アマンタジン塩酸塩……335
アミオダロン塩酸塩……335
アミオダロン塩酸塩錠……337
アミカシン硫酸塩……338
アミカシン硫酸塩注射液……339
注射用アミカシン硫酸塩……339
アミドトリゾ酸……340
アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液……340
アミトリプチリン塩酸塩……341
アミトリプチリン塩酸塩錠……342
アミノ安息香酸エチル……343
アミノフィリン水和物……343
アミノフィリン注射液……344
アムホテリシンB……345
アムホテリシンB錠……345
アムホテリシンBシロップ……346
注射用アムホテリシンB……346
アムロジピンベシル酸塩……347
アムロジピンベシル酸塩錠……348
アモキサピン……349
アモキシシリン水和物……349
アモキシシリンカプセル……350
アモスラロール塩酸塩……351
アモスラロール塩酸塩錠……352
アモバルビタール……353
注射用アモバルビタールナトリウム……354
アラセプリル……355
アラセプリル錠……356
L－アラニン……357
アリメマジン酒石酸塩……358
亜硫酸水素ナトリウム……358
乾燥亜硫酸ナトリウム……359
アルガトロバン水和物……359
L－アルギニン……361
L－アルギニン塩酸塩……361
L－アルギニン塩酸塩注射液……362

アルジオキサ……362
アルプラゾラム……363
アルプレノロール塩酸塩……364
アルプロスタジル……364
アルプロスタジル注射液……365
アルプロスタジル　アルファデクス……367
アルベカシン硫酸塩……368
アルベカシン硫酸塩注射液……370
アルミノプロフェン……370
アルミノプロフェン錠……371
アレンドロン酸ナトリウム水和物……372
アレンドロン酸ナトリウム錠……373
アレンドロン酸ナトリウム注射液……374
アロチノロール塩酸塩……375
アロプリノール……376
アロプリノール錠……376
安息香酸……377
安息香酸ナトリウム……378
安息香酸ナトリウムカフェイン……378
安息香酸ベンジル……379
アンチピリン……380
歯科用アンチホルミン……380
無水アンピシリン……380
アンピシリン水和物……381
アンピシリンナトリウム……383
注射用アンピシリンナトリウム……384
アンベノニウム塩化物……384
アンモニア水……385
アンレキサノクス……385
アンレキサノクス錠……386

イ

イオウ……387
イオウ・カンフルローション……388
イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏……388
イオタラム酸……388
イオタラム酸ナトリウム注射液……389
イオタラム酸メグルミン注射液……390
イオトロクス酸……391
イオパミドール……392
イクタモール……393
イコサペント酸エチル……394
イセパマイシン硫酸塩……395
イセパマイシン硫酸塩注射液……396
イソクスプリン塩酸塩……397
イソクスプリン塩酸塩錠……397
イソソルビド……398
イソニアジド……399
イソニアジド錠……400
イソニアジド注射液……400
イソフルラン……401
l－イソプレナリン塩酸塩……402
イソプロパノール……403
イソプロピルアンチピリン……403
L－イソロイシン……404
イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒……404
イダルビシン塩酸塩……406
注射用イダルビシン塩酸塩……407
イドクスウリジン……408
イドクスウリジン点眼液……408
イトラコナゾール……409
イフェンプロジル酒石酸塩……410
イブジラスト……411
イブプロフェン……412
イプラトロピウム臭化物水和物……412
イプリフラボン……413
イプリフラボン錠……414
イミダプリル塩酸塩……415
イミダプリル塩酸塩錠……415
イミプラミン塩酸塩……417
イミプラミン塩酸塩錠……418
イミペネム水和物……419
注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム……420
イルソグラジンマレイン酸塩……421
イルソグラジンマレイン酸塩細粒……421
イルソグラジンマレイン酸塩錠……422
インジゴカルミン……424
インジゴカルミン注射液……424
ヒトインスリン（遺伝子組換え）……425
インダパミド……426
インダパミド錠……427
インデノロール塩酸塩……428
インドメタシン……429
インドメタシンカプセル……430
インドメタシン坐剤……431
インフルエンザHAワクチン……432

ウ

ウベニメクス……432
ウベニメクスカプセル……433
ウラピジル……434
ウリナスタチン……434
ウルソデオキシコール酸……436
ウルソデオキシコール酸顆粒……437
ウルソデオキシコール酸錠……438
ウロキナーゼ……439

エ

エカベトナトリウム水和物……440
エカベトナトリウム顆粒……441
エコチオパートヨウ化物……442
エスタゾラム……443
エストラジオール安息香酸エステル……443
エストラジオール安息香酸エステル注射液……444
エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液……445

エストリオール……445
エストリオール錠……446
エストリオール水性懸濁注射液……447
エタクリン酸……447
エタクリン酸錠……448
エタノール……448
無水エタノール……449
消毒用エタノール……450
エタンブトール塩酸塩……451
エチオナミド……451
エチゾラム……452
エチゾラム細粒……453
エチゾラム錠……454
エチドロン酸二ナトリウム……455
エチドロン酸二ナトリウム錠……456
エチニルエストラジオール……456
エチニルエストラジオール錠……457
L－エチルシステイン塩酸塩……458
エチルモルヒネ塩酸塩水和物……459
エチレフリン塩酸塩……459
エチレフリン塩酸塩錠……460
エチレンジアミン……461
エデト酸ナトリウム水和物……461
エーテル……462
麻酔用エーテル……462
エテンザミド……463
エトスクシミド……463
エトドラク……464
エトポシド……465
エドロホニウム塩化物……466
エドロホニウム塩化物注射液……466
エナラプリルマレイン酸塩……467
エナラプリルマレイン酸塩錠……468
エノキサシン水和物……469
エバスチン……470
エバスチン錠……471
エバスチン口腔内崩壊錠……472
エピリゾール……473
エピルビシン塩酸塩……474
エフェドリン塩酸塩……476
エフェドリン塩酸塩散10%……476
エフェドリン塩酸塩錠……477
エフェドリン塩酸塩注射液……478
エペリゾン塩酸塩……478
エモルファゾン……479
エモルファゾン錠……480
エリスロマイシン……481
エリスロマイシン腸溶錠……482
エリスロマイシンエチルコハク酸エステル……482
エリスロマイシンステアリン酸塩……483
エリスロマイシンラクトビオン酸塩……484
エルカトニン……484
エルゴカルシフェロール……487
エルゴタミン酒石酸塩……488
エルゴメトリンマレイン酸塩……488
エルゴメトリンマレイン酸塩錠……489
エルゴメトリンマレイン酸塩注射液……490
塩化亜鉛……490
塩化インジウム(^{111}In)注射液……491
塩化カリウム……491
塩化カルシウム水和物……491
塩化カルシウム注射液……492
塩化タリウム(^{201}Tl)注射液……492
塩化ナトリウム……492
10%塩化ナトリウム注射液……493
塩酸……493
希塩酸……494
塩酸リモナーデ……494
エンビオマイシン硫酸塩……495
エンフルラン……496

オ

オキサゾラム……496
オキサピウムヨウ化物……497
オキサプロジン……498
オキシコドン塩酸塩水和物……499
複方オキシコドン注射液……499
複方オキシコドン・アトロピン注射液……500
オキシテトラサイクリン塩酸塩……501
オキシトシン……503
オキシトシン注射液……505
オキシドール……505
オキシブプロカイン塩酸塩……506
オキシメトロン……507
オキセサゼイン……507
オクスプレノロール塩酸塩……508
オザグレルナトリウム……509
注射用オザグレルナトリウム……510
乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン……510
オフロキサシン……510
オメプラゾール……511
オリブ油……512
オルシプレナリン硫酸塩……513
オレンジ油……513

カ

カイニン酸水和物……513
カイニン酸・サントニン散……514
カオリン……515
カカオ脂……515
ガスえそウマ抗毒素……515
過テクネチウム酸ナトリウム(^{99m}Tc)注射液……515
果糖……516
果糖注射液……516
カドララジン……517
カドララジン錠……518

カナマイシン一硫酸塩 …… 519
カナマイシン硫酸塩 …… 520
無水カフェイン …… 520
カフェイン水和物 …… 521
カプセル …… 522
カプトプリル …… 522
ガベキサートメシル酸塩 …… 523
過マンガン酸カリウム …… 524
カモスタットメシル酸塩 …… 524
β－ガラクトシダーゼ(アスペルギルス) …… 525
β－ガラクトシダーゼ(ペニシリウム) …… 526
カリジノゲナーゼ …… 527
カリ石ケン …… 529
カルシトニン(サケ) …… 529
カルテオロール塩酸塩 …… 532
カルナウバロウ …… 532
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物 …… 533
カルバマゼピン …… 534
カルビドパ水和物 …… 534
カルベジロール …… 535
カルベジロール錠 …… 536
L－カルボシステイン …… 538
カルメロース …… 538
カルメロースカルシウム …… 539
カルメロースナトリウム …… 539
クロスカルメロースナトリウム …… 540
カルモナムナトリウム …… 541
カルモフール …… 543
カンデサルタン　シレキセチル …… 544
カンデサルタン　シレキセチル錠 …… 545
含糖ペプシン …… 546
d－カンフル …… 547
dl－カンフル …… 547
肝油 …… 548
カンレノ酸カリウム …… 549

キ

キシリトール …… 549
キシリトール注射液 …… 550
キタサマイシン …… 551
キタサマイシン酢酸エステル …… 552
キタサマイシン酒石酸塩 …… 553
キナプリル塩酸塩 …… 554
キナプリル塩酸塩錠 …… 555
キニジン硫酸塩水和物 …… 556
キニーネエチル炭酸エステル …… 557
キニーネ塩酸塩水和物 …… 558
キニーネ硫酸塩水和物 …… 559
牛脂 …… 560
乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン …… 560
金チオリンゴ酸ナトリウム …… 560

ク

グアイフェネシン …… 561
グアナベンズ酢酸塩 …… 562
グアネチジン硫酸塩 …… 563
グアヤコールスルホン酸カリウム …… 563
無水クエン酸 …… 564
クエン酸水和物 …… 565
クエン酸ガリウム(^{67}Ga)注射液 …… 565
クエン酸ナトリウム水和物 …… 566
診断用クエン酸ナトリウム液 …… 566
輸血用クエン酸ナトリウム注射液 …… 566
クラブラン酸カリウム …… 567
グラミシジン …… 568
クラリスロマイシン …… 569
クラリスロマイシン錠 …… 570
グリクラジド …… 571
グリシン …… 572
グリセオフルビン …… 572
グリセオフルビン錠 …… 574
グリセリン …… 574
濃グリセリン …… 576
グリセリンカリ液 …… 577
クリノフィブラート …… 577
グリベンクラミド …… 578
吸水クリーム …… 578
親水クリーム …… 579
グリメピリド …… 579
グリメピリド錠 …… 580
クリンダマイシン塩酸塩 …… 582
クリンダマイシン塩酸塩カプセル …… 582
クリンダマイシンリン酸エステル …… 583
クリンダマイシンリン酸エステル注射液 …… 584
グルコン酸カルシウム水和物 …… 585
グルタチオン …… 586
L－グルタミン …… 586
L－グルタミン酸 …… 587
木クレオソート …… 588
クレゾール …… 590
クレゾール水 …… 590
クレゾール石ケン液 …… 590
クレボプリドリンゴ酸塩 …… 591
クレマスチンフマル酸塩 …… 592
クロカプラミン塩酸塩水和物 …… 593
クロキサシリンナトリウム水和物 …… 593
クロキサゾラム …… 594
クロコナゾール塩酸塩 …… 595
クロチアゼパム …… 596
クロトリマゾール …… 597
クロナゼパム …… 597
クロニジン塩酸塩 …… 598
クロフィブラート …… 599
クロフィブラートカプセル …… 600

クロフェダノール塩酸塩……600
クロベタゾールプロピオン酸エステル……601
クロペラスチン塩酸塩……602
クロミフェンクエン酸塩……603
クロミフェンクエン酸塩錠……604
クロミプラミン塩酸塩……605
クロム酸ナトリウム(^{51}Cr)注射液……605
クロモグリク酸ナトリウム……605
クロラゼプ酸二カリウム……606
クロラゼプ酸二カリウムカプセル……607
クロラムフェニコール……608
クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム……609
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル……609
クロルジアゼポキシド……611
クロルジアゼポキシド散……611
クロルジアゼポキシド錠……612
クロルフェニラミンマレイン酸塩……613
クロルフェニラミンマレイン酸塩散……614
クロルフェニラミンマレイン酸塩錠……615
クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液……616
d－クロルフェニラミンマレイン酸塩……617
クロルフェニラミン・カルシウム散……618
クロルフェネシンカルバミン酸エステル……618
クロルフェネシンカルバミン酸エステル錠……619
クロルプロパミド……620
クロルプロパミド錠……621
クロルプロマジン塩酸塩……622
クロルプロマジン塩酸塩錠……622
クロルプロマジン塩酸塩注射液……623
クロルヘキシジン塩酸塩……624
クロルヘキシジングルコン酸塩液……624
クロルマジノン酢酸エステル……625
クロロブタノール……626

ケ

軽質無水ケイ酸……626
合成ケイ酸アルミニウム……627
天然ケイ酸アルミニウム……628
ケイ酸マグネシウム……629
ケタミン塩酸塩……630
ケトコナゾール……630
ケトコナゾール液……631
ケトコナゾールクリーム……632
ケトコナゾールローション……632
ケトチフェンフマル酸塩……633
ケトプロフェン……633
ケノデオキシコール酸……634
ゲファルナート……635
ゲンタマイシン硫酸塩……636
ゲンタマイシン硫酸塩点眼液……638

コ

硬化油……638
乾燥甲状腺……638
乾燥酵母……639
コカイン塩酸塩……640
コデインリン酸塩水和物……640
コデインリン酸塩散1%……641
コデインリン酸塩散10%……642
コデインリン酸塩錠……642
ゴナドレリン酢酸塩……643
ゴマ油……645
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム……645
コリスチン硫酸塩……646
コルチゾン酢酸エステル……647
コルヒチン……648
コレカルシフェロール……649
コレステロール……650
コレラワクチン……650

サ

サイクロセリン……651
酢酸……651
氷酢酸……651
酢酸ナトリウム水和物……652
サッカリン……652
サッカリンナトリウム水和物……653
サラシ粉……654
サラゾスルファピリジン……654
サリチル酸……655
サリチル酸精……656
複方サリチル酸精……657
サリチル酸絆創膏……658
サリチル・ミョウバン散……658
サリチル酸ナトリウム……658
サリチル酸メチル……659
複方サリチル酸メチル精……659
ザルトプロフェン……660
ザルトプロフェン錠……660
サルブタモール硫酸塩……661
サルポグレラート塩酸塩……662
サルポグレラート塩酸塩細粒……663
サルポグレラート塩酸塩錠……664
酸化亜鉛……666
酸化カルシウム……666
酸化チタン……667
酸化マグネシウム……668
三酸化ヒ素……669
酸素……669
サントニン……670

シ

ジアスターゼ……671
ジアスターゼ・重曹散……671
複方ジアスターゼ・重曹散……671
ジアゼパム……671
ジアゼパム錠……672
シアナミド……673
シアノコバラミン……673
シアノコバラミン注射液……674
ジエチルカルバマジンクエン酸塩……675
ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠……675
ジギトキシン……676
ジギトキシン錠……677
シクラシリン……678
ジクロキサシリンナトリウム水和物……679
シクロスポリン……679
ジクロフェナクナトリウム……680
ジクロフェナミド……681
ジクロフェナミド錠……682
シクロペントラート塩酸塩……683
シクロホスファミド水和物……683
ジゴキシン……684
ジゴキシン錠……685
ジゴキシン注射液……687
次硝酸ビスマス……688
ジスチグミン臭化物……688
ジスチグミン臭化物錠……689
L－システイン……689
L－システイン塩酸塩水和物……690
シスプラチン……691
ジスルフィラム……692
ジソピラミド……693
シタラビン……693
シッカニン……694
ジドブジン……695
ジドロゲステロン……696
ジドロゲステロン錠……697
シノキサシン……697
シノキサシンカプセル……698
ジノスタチン　スチマラマー……699
ジノプロスト……702
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩……702
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩……704
ジヒドロコデインリン酸塩……705
ジヒドロコデインリン酸塩散1%……706
ジヒドロコデインリン酸塩散10%……706
ジピリダモール……707
ジフェニドール塩酸塩……708
ジフェンヒドラミン……709
ジフェンヒドラミン塩酸塩……709
ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散……710
ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント……710
ジブカイン塩酸塩……711
乾燥ジフテリアウマ抗毒素……711
ジフテリアトキソイド……711
成人用沈降ジフテリアトキソイド……711
ジフテリア破傷風混合トキソイド……712
沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド……712
ジフルコルトロン吉草酸エステル……712
シプロヘプタジン塩酸塩水和物……713
ジベカシン硫酸塩……714
ジベカシン硫酸塩点眼液……714
シベンゾリンコハク酸塩……715
シベンゾリンコハク酸塩錠……715
シメチジン……716
ジメモルファンリン酸塩……717
ジメルカプロール……718
ジメルカプロール注射液……718
ジメンヒドリナート……718
ジメンヒドリナート錠……719
次没食子酸ビスマス……720
ジモルホラミン……720
ジモルホラミン注射液……721
臭化カリウム……722
臭化ナトリウム……722
酒石酸……723
硝酸銀……723
硝酸銀点眼液……723
硝酸イソソルビド……724
硝酸イソソルビド錠……724
ジョサマイシン……725
ジョサマイシン錠……726
ジョサマイシンプロピオン酸エステル……727
シラザプリル水和物……728
シラザプリル錠……728
シラスタチンナトリウム……730
ジラゼプ塩酸塩水和物……731
ジルチアゼム塩酸塩……732
シロスタゾール……733
シロスタゾール錠……734
シンバスタチン……735

ス

常水……736
精製水……737
精製水(容器入り)……737
滅菌精製水(容器入り)……737
注射用水……737
注射用水(容器入り)……737
乾燥水酸化アルミニウムゲル……738
乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒……738
水酸化カリウム……739
水酸化カルシウム……739
水酸化ナトリウム……740
スキサメトニウム塩化物水和物……740

スキサメトニウム塩化物注射液……741
注射用スキサメトニウム塩化物……741
スクラルファート水和物……742
スコポラミン臭化水素酸塩水和物……743
ステアリルアルコール……744
ステアリン酸……744
ステアリン酸カルシウム……744
ステアリン酸ポリオキシル40……745
ステアリン酸マグネシウム……745
ストレプトマイシン硫酸塩……746
注射用ストレプトマイシン硫酸塩……747
スピラマイシン酢酸エステル……748
スピロノラクトン……749
スピロノラクトン錠……749
スペクチノマイシン塩酸塩水和物……750
スリンダク……751
スルタミシリントシル酸塩水和物……752
スルチアム……753
スルバクタムナトリウム……754
スルピリド……755
スルピリドカプセル……755
スルピリド錠……756
スルピリン水和物……757
スルピリン注射液……757
スルファジアジン銀……758
スルファメチゾール……759
スルファメトキサゾール……759
スルファモノメトキシン水和物……760
スルフイソキサゾール……760
スルベニシリンナトリウム……761
スルホブロモフタレインナトリウム……762
スルホブロモフタレインナトリウム注射液……763

セ

血清性性腺刺激ホルモン……763
注射用血清性性腺刺激ホルモン……764
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン……765
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン……766
注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン……768
生理食塩液……768
石油ベンジン……768
セタノール……769
セチリジン塩酸塩……769
セチリジン塩酸塩錠……770
セトラキサート塩酸塩……771
セファクロル……772
セファクロルカプセル……773
セファクロル複合顆粒……774
セファクロル細粒……776
セファゾリンナトリウム……777
セファゾリンナトリウム水和物……778
注射用セファゾリンナトリウム……779
セファトリジンプロピレングリコール……780
シロップ用セファトリジンプロピレングリコール……781
セファドロキシル……782
セファドロキシルカプセル……783
シロップ用セファドロキシル……783
セファレキシン……784
セファレキシンカプセル……785
シロップ用セファレキシン……786
セファロチンナトリウム……787
セフィキシム水和物……788
セフィキシムカプセル……789
セフェピム塩酸塩水和物……790
注射用セフェピム塩酸塩……792
セフォジジムナトリウム……793
セフォゾプラン塩酸塩……794
注射用セフォゾプラン塩酸塩……795
セフォタキシムナトリウム……796
セフォチアム塩酸塩……797
注射用セフォチアム塩酸塩……798
セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩……798
セフォテタン……800
セフォペラゾンナトリウム……802
セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物……803
セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒……805
セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠……806
セフジトレン　ピボキシル……807
セフジトレン　ピボキシル細粒……808
セフジトレン　ピボキシル錠……808
セフジニル……809
セフジニルカプセル……810
セフジニル細粒……811
セフスロジンナトリウム……812
セフタジジム水和物……813
注射用セフタジジム……815
セフチゾキシムナトリウム……815
セフチブテン水和物……817
セフテラム　ピボキシル……818
セフテラム　ピボキシル細粒……819
セフテラム　ピボキシル錠……819
セフトリアキソンナトリウム水和物……821
セフピラミドナトリウム……823
セフピロム硫酸塩……824
セフブペラゾンナトリウム……825
セフポドキシム　プロキセチル……826
セフミノクスナトリウム水和物……828
セフメタゾールナトリウム……828
注射用セフメタゾールナトリウム……829
セフメノキシム塩酸塩……830
セフロキサジン水和物……831
シロップ用セフロキサジン……832
セフロキシム　アキセチル……833
セボフルラン……835
セラセフェート……836
ゼラチン……837
精製ゼラチン……838

精製セラック ……838
白色セラック ……839
セラペプターゼ ……839
L－セリン ……841
セルモロイキン(遺伝子組換え) ……841
結晶セルロース ……844
粉末セルロース ……846

ソ

ソルビタンセスキオレイン酸エステル ……847
ゾルピデム酒石酸塩 ……847
ゾルピデム酒石酸塩錠 ……848
D－ソルビトール ……849
D－ソルビトール液 ……850

タ

ダイズ油 ……851
ダウノルビシン塩酸塩 ……851
タウリン ……852
タクロリムス水和物 ……852
タゾバクタム ……853
ダナゾール ……854
タムスロシン塩酸塩 ……855
タムスロシン塩酸塩徐放錠 ……856
タモキシフェンクエン酸塩 ……857
タランピシリン塩酸塩 ……858
タルク ……859
炭酸カリウム ……860
沈降炭酸カルシウム ……860
沈降炭酸カルシウム細粒 ……861
沈降炭酸カルシウム錠 ……861
炭酸水素ナトリウム ……862
炭酸水素ナトリウム注射液 ……863
乾燥炭酸ナトリウム ……863
炭酸ナトリウム水和物 ……863
炭酸マグネシウム ……864
炭酸リチウム ……864
単シロップ ……866
ダントロレンナトリウム水和物 ……866
単軟膏 ……867
タンニン酸 ……867
タンニン酸アルブミン ……867
タンニン酸ジフェンヒドラミン ……868
タンニン酸ベルベリン ……868

チ

チアプリド塩酸塩 ……869
チアプリド塩酸塩錠 ……870
チアマゾール ……870
チアマゾール錠 ……871
チアミラールナトリウム ……871
注射用チアミラールナトリウム ……872
チアミン塩化物塩酸塩 ……873
チアミン塩化物塩酸塩散 ……874
チアミン塩化物塩酸塩注射液 ……874
チアミン硝化物 ……875
チアラミド塩酸塩 ……876
チアラミド塩酸塩錠 ……876
チアントール ……877
複方チアントール・サリチル酸液 ……877
チオテパ ……878
チオペンタールナトリウム ……879
注射用チオペンタールナトリウム ……880
チオリダジン塩酸塩 ……880
チオ硫酸ナトリウム水和物 ……881
チオ硫酸ナトリウム注射液 ……881
チクロピジン塩酸塩 ……882
チザニジン塩酸塩 ……883
窒素 ……883
チニダゾール ……884
チペピジンヒベンズ酸塩 ……885
チペピジンヒベンズ酸塩錠 ……886
チメピジウム臭化物水和物 ……887
チモール ……888
チモロールマレイン酸塩 ……888
L－チロシン ……889
チンク油 ……890

ツ

ツバキ油 ……890
ツロブテロール塩酸塩 ……890

テ

テイコプラニン ……891
テオフィリン ……894
テガフール ……894
デキサメタゾン ……895
デキストラン40 ……896
デキストラン40注射液 ……897
デキストラン70 ……897
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ5 ……898
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ18 ……899
デキストリン ……900
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物 ……900
テストステロンエナント酸エステル ……901
テストステロンエナント酸エステル注射液 ……901
テストステロンプロピオン酸エステル ……902
テストステロンプロピオン酸エステル注射液 ……903
デスラノシド ……903
デスラノシド注射液 ……904
テセロイキン(遺伝子組換え) ……905
注射用テセロイキン(遺伝子組換え) ……910
テトラカイン塩酸塩 ……911

テトラサイクリン塩酸塩 …… 911
デヒドロコール酸 …… 912
精製デヒドロコール酸 …… 913
デヒドロコール酸注射液 …… 913
デフェロキサミンメシル酸塩 …… 914
テプレノン …… 915
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩 …… 916
テモカプリル塩酸塩 …… 917
テモカプリル塩酸塩錠 …… 918
テルビナフィン塩酸塩 …… 919
テルビナフィン塩酸塩液 …… 920
テルビナフィン塩酸塩クリーム …… 921
テルビナフィン塩酸塩スプレー …… 921
テルブタリン硫酸塩 …… 922
テレビン油 …… 923
コムギデンプン …… 923
コメデンプン …… 924
トウモロコシデンプン …… 925
バレイショデンプン …… 926
デンプングリコール酸ナトリウム …… 927

ト

乾燥痘そうワクチン …… 928
乾燥細胞培養痘そうワクチン …… 928
トウモロコシ油 …… 928
ドキサゾシンメシル酸塩 …… 929
ドキサゾシンメシル酸塩錠 …… 929
ドキサプラム塩酸塩水和物 …… 930
ドキシサイクリン塩酸塩水和物 …… 931
ドキシフルリジン …… 933
ドキシフルリジンカプセル …… 933
ドキソルビシン塩酸塩 …… 934
注射用ドキソルビシン塩酸塩 …… 935
トコフェロール …… 936
トコフェロールコハク酸エステルカルシウム …… 937
トコフェロール酢酸エステル …… 938
トコフェロールニコチン酸エステル …… 939
トスフロキサシントシル酸塩水和物 …… 940
トスフロキサシントシル酸塩錠 …… 941
トドララジン塩酸塩水和物 …… 942
ドネペジル塩酸塩 …… 943
ドネペジル塩酸塩細粒 …… 944
ドネペジル塩酸塩錠 …… 945
ドパミン塩酸塩 …… 946
ドパミン塩酸塩注射液 …… 947
トフィソパム …… 947
ドブタミン塩酸塩 …… 948
トブラマイシン …… 949
トブラマイシン注射液 …… 950
トラザミド …… 950
トラネキサム酸 …… 951
トラネキサム酸カプセル …… 952
トラネキサム酸錠 …… 953
トラネキサム酸注射液 …… 953
トラピジル …… 954
トリアムシノロン …… 954
トリアムシノロンアセトニド …… 955
トリアムテレン …… 956
歯科用トリオジンクパスタ …… 957
トリクロホスナトリウム …… 957
トリクロホスナトリウムシロップ …… 958
トリクロルメチアジド …… 958
トリクロルメチアジド錠 …… 960
トリコマイシン …… 962
L－トリプトファン …… 963
トリヘキシフェニジル塩酸塩 …… 963
トリヘキシフェニジル塩酸塩錠 …… 964
トリメタジオン …… 965
トリメタジオン錠 …… 965
トリメタジジン塩酸塩 …… 966
トリメタジジン塩酸塩錠 …… 967
トリメトキノール塩酸塩水和物 …… 968
トリメブチンマレイン酸塩 …… 969
トルナフタート …… 970
トルナフタート液 …… 970
トルブタミド …… 971
トルブタミド錠 …… 971
トルペリゾン塩酸塩 …… 972
L－トレオニン …… 972
トレハロース水和物 …… 973
トレピブトン …… 974
ドロキシドパ …… 975
ドロキシドパカプセル …… 976
ドロキシドパ細粒 …… 976
トロキシピド …… 977
トロキシピド細粒 …… 978
トロキシピド錠 …… 979
トロピカミド …… 979
ドロペリドール …… 980
トロンビン …… 981
豚脂 …… 981
ドンペリドン …… 982

ナ

ナイスタチン …… 982
ナタネ油 …… 983
ナテグリニド …… 983
ナテグリニド錠 …… 984
ナドロール …… 985
ナファゾリン塩酸塩 …… 986
ナファゾリン硝酸塩 …… 987
ナファゾリン・クロルフェニラミン液 …… 987
ナファモスタットメシル酸塩 …… 988
ナブメトン …… 989
ナブメトン錠 …… 990
ナプロキセン …… 991

ナリジクス酸 …… 991
ナロキソン塩酸塩 …… 992
白色軟膏 …… 993

ニ

ニカルジピン塩酸塩 …… 993
ニカルジピン塩酸塩注射液 …… 994
ニコチン酸 …… 995
ニコチン酸注射液 …… 995
ニコチン酸アミド …… 996
ニコモール …… 997
ニコモール錠 …… 997
ニコランジル …… 998
ニザチジン …… 999
ニザチジンカプセル …… 1000
二酸化炭素 …… 1000
ニセリトロール …… 1001
ニセルゴリン …… 1002
ニセルゴリン散 …… 1003
ニセルゴリン錠 …… 1004
ニトラゼパム …… 1005
ニトレンジピン …… 1006
ニトレンジピン錠 …… 1006
ニトログリセリン錠 …… 1008
ニフェジピン …… 1009
日本脳炎ワクチン …… 1009
乾燥日本脳炎ワクチン …… 1009
乳酸 …… 1010
L－乳酸 …… 1010
乳酸カルシウム水和物 …… 1011
L－乳酸ナトリウム液 …… 1012
無水乳糖 …… 1013
乳糖水和物 …… 1014
尿素 …… 1014
ニルバジピン …… 1015
ニルバジピン錠 …… 1016

ネ

ネオスチグミンメチル硫酸塩 …… 1017
ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液 …… 1018

ノ

ノスカピン …… 1018
ノスカピン塩酸塩水和物 …… 1019
ノルアドレナリン …… 1019
ノルアドレナリン注射液 …… 1020
ノルエチステロン …… 1020
ノルゲストレル …… 1021
ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠 …… 1021
ノルトリプチリン塩酸塩 …… 1023
ノルフロキサシン …… 1024

ハ

バカンピシリン塩酸塩 …… 1024
白糖 …… 1025
精製白糖 …… 1026
バクロフェン …… 1028
バクロフェン錠 …… 1028
バシトラシン …… 1029
乾燥破傷風ウマ抗毒素 …… 1030
沈降破傷風トキソイド …… 1030
バソプレシン注射液 …… 1030
パニペネム …… 1032
パパベリン塩酸塩 …… 1033
パパベリン塩酸塩注射液 …… 1034
乾燥はぶウマ抗毒素 …… 1034
沈降はぶトキソイド …… 1034
バメタン硫酸塩 …… 1035
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物 …… 1035
パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒 …… 1036
パラオキシ安息香酸エチル …… 1037
パラオキシ安息香酸ブチル …… 1037
パラオキシ安息香酸プロピル …… 1038
パラオキシ安息香酸メチル …… 1038
パラフィン …… 1039
流動パラフィン …… 1039
軽質流動パラフィン …… 1040
パラホルムアルデヒド …… 1041
歯科用パラホルムパスタ …… 1041
L－バリン …… 1042
パルナパリンナトリウム …… 1042
バルビタール …… 1044
バルプロ酸ナトリウム …… 1045
バルプロ酸ナトリウム錠 …… 1045
バルプロ酸ナトリウムシロップ …… 1046
ハロキサゾラム …… 1047
ハロタン …… 1048
ハロペリドール …… 1049
ハロペリドール細粒 …… 1050
ハロペリドール錠 …… 1051
パンクレアチン …… 1051
パンクロニウム臭化物 …… 1052
バンコマイシン塩酸塩 …… 1053
注射用バンコマイシン塩酸塩 …… 1054
パンテチン …… 1055
パントテン酸カルシウム …… 1055

ヒ

精製ヒアルロン酸ナトリウム …… 1056
沈降B型肝炎ワクチン …… 1057
ピオグリタゾン塩酸塩 …… 1057
ピオグリタゾン塩酸塩錠 …… 1058
ビオチン …… 1059

ピコスルファートナトリウム水和物 …… 1060
ビサコジル …… 1061
ビサコジル坐剤 …… 1061
乾燥BCGワクチン …… 1062
L－ヒスチジン …… 1062
L－ヒスチジン塩酸塩水和物 …… 1063
ビソプロロールフマル酸塩 …… 1064
ビソプロロールフマル酸塩錠 …… 1064
ビタミンA油 …… 1065
ビタミンA油カプセル …… 1066
複方ビタミンB散 …… 1066
人全血液 …… 1067
人免疫グロブリン …… 1067
ヒドララジン塩酸塩 …… 1067
ヒドララジン塩酸塩散 …… 1068
ヒドララジン塩酸塩錠 …… 1068
注射用ヒドララジン塩酸塩 …… 1068
ヒドロキシジン塩酸塩 …… 1069
ヒドロキシジンパモ酸塩 …… 1069
ヒドロキシプロピルセルロース …… 1070
低置換度ヒドロキシプロピルセルロース …… 1071
ヒドロキソコバラミン酢酸塩 …… 1072
ヒドロクロロチアジド …… 1073
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 …… 1074
ヒドロコルチゾン …… 1075
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル …… 1075
ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム …… 1076
ヒドロコルチゾン酢酸エステル …… 1077
ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏 …… 1078
ヒドロコルチゾン酪酸エステル …… 1079
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム …… 1079
ピブメシリナム塩酸塩 …… 1081
ピブメシリナム塩酸塩錠 …… 1081
ヒプロメロース …… 1082
ヒプロメロースフタル酸エステル …… 1084
ピペミド酸水和物 …… 1085
ピペラシリン水和物 …… 1085
ピペラシリンナトリウム …… 1087
注射用ピペラシリンナトリウム …… 1088
ピペラジンアジピン酸塩 …… 1089
ピペラジンリン酸塩水和物 …… 1089
ピペラジンリン酸塩錠 …… 1090
ビペリデン塩酸塩 …… 1090
ビホナゾール …… 1091
ヒマシ油 …… 1091
加香ヒマシ油 …… 1092
ピマリシン …… 1092
ヒメクロモン …… 1093
ピモジド …… 1094
沈降精製百日せきワクチン …… 1095
沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン …… 1095
ピラジナミド …… 1095
ピラルビシン …… 1095
ピランテルパモ酸塩 …… 1096
ピリドキシン塩酸塩 …… 1097
ピリドキシン塩酸塩注射液 …… 1098
ピリドスチグミン臭化物 …… 1099
ピレノキシン …… 1099
ピレンゼピン塩酸塩水和物 …… 1100
ピロ亜硫酸ナトリウム …… 1101
ピロカルピン塩酸塩 …… 1102
ピロキシカム …… 1102
ピロキシリン …… 1103
ピロールニトリン …… 1103
ビンクリスチン硫酸塩 …… 1104
ピンドロール …… 1105
ビンブラスチン硫酸塩 …… 1106
注射用ビンブラスチン硫酸塩 …… 1107

フ

ファモチジン …… 1108
ファモチジン散 …… 1108
ファモチジン錠 …… 1109
ファモチジン注射液 …… 1110
注射用ファモチジン …… 1111
ファロペネムナトリウム水和物 …… 1112
ファロペネムナトリウム錠 …… 1113
シロップ用ファロペネムナトリウム …… 1114
フィトナジオン …… 1115
乾燥弱毒生風しんワクチン …… 1116
フェキソフェナジン塩酸塩 …… 1116
フェニトイン …… 1117
フェニトイン散 …… 1118
フェニトイン錠 …… 1118
注射用フェニトインナトリウム …… 1119
L－フェニルアラニン …… 1120
フェニルブタゾン …… 1120
フェニレフリン塩酸塩 …… 1121
フェネチシリンカリウム …… 1122
フェノバルビタール …… 1123
フェノバルビタール散10% …… 1123
フェノール …… 1124
液状フェノール …… 1125
消毒用フェノール …… 1125
フェノール水 …… 1125
消毒用フェノール水 …… 1126
フェノール・亜鉛華リニメント …… 1126
歯科用フェノール・カンフル …… 1126
フェノールスルホンフタレイン …… 1127
フェノールスルホンフタレイン注射液 …… 1127
フェルビナク …… 1128
フェンタニルクエン酸塩 …… 1128
フェンブフェン …… 1129
ブクモロール塩酸塩 …… 1129
フシジン酸ナトリウム …… 1130
ブシラミン …… 1131
ブシラミン錠 …… 1131

ブスルファン …… 1132
ブチルスコポラミン臭化物 …… 1133
ブテナフィン塩酸塩 …… 1134
ブテナフィン塩酸塩液 …… 1135
ブテナフィン塩酸塩クリーム …… 1135
ブテナフィン塩酸塩スプレー …… 1136
ブドウ酒 …… 1136
ブドウ糖 …… 1138
ブドウ糖注射液 …… 1139
ブトロピウム臭化物 …… 1139
ブナゾシン塩酸塩 …… 1140
ブフェトロール塩酸塩 …… 1141
ブプラノロール塩酸塩 …… 1141
ブプレノルフィン塩酸塩 …… 1142
ブホルミン塩酸塩 …… 1143
ブホルミン塩酸塩錠 …… 1144
ブホルミン塩酸塩腸溶錠 …… 1144
ブメタニド …… 1146
フラジオマイシン硫酸塩 …… 1147
プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物 …… 1148
プラゼパム …… 1148
プラゼパム錠 …… 1149
プラゾシン塩酸塩 …… 1150
プラノプロフェン …… 1151
プラバスタチンナトリウム …… 1152
プラバスタチンナトリウム液 …… 1153
プラバスタチンナトリウム細粒 …… 1154
プラバスタチンナトリウム錠 …… 1155
フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム …… 1157
フラボキサート塩酸塩 …… 1158
プリミドン …… 1159
フルオキシメステロン …… 1160
フルオシノニド …… 1161
フルオシノロンアセトニド …… 1161
フルオレセインナトリウム …… 1163
フルオロウラシル …… 1163
フルオロメトロン …… 1164
フルコナゾール …… 1165
フルジアゼパム …… 1166
フルシトシン …… 1166
フルスルチアミン塩酸塩 …… 1167
フルタミド …… 1168
フルトプラゼパム …… 1169
フルトプラゼパム錠 …… 1170
フルドロコルチゾン酢酸エステル …… 1171
フルニトラゼパム …… 1172
フルフェナジンエナント酸エステル …… 1172
フルボキサミンマレイン酸塩 …… 1173
フルボキサミンマレイン酸塩錠 …… 1174
フルラゼパム …… 1175
フルラゼパムカプセル …… 1176
フルラゼパム塩酸塩 …… 1176
プルラン …… 1177
フルルビプロフェン …… 1178
ブレオマイシン塩酸塩 …… 1179
ブレオマイシン硫酸塩 …… 1181
フレカイニド酢酸塩 …… 1182
フレカイニド酢酸塩錠 …… 1183
プレドニゾロン …… 1184
プレドニゾロン錠 …… 1185
プレドニゾロンコハク酸エステル …… 1186
注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム …… 1187
プレドニゾロン酢酸エステル …… 1188
プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム …… 1188
プロカイン塩酸塩 …… 1190
プロカイン塩酸塩注射液 …… 1190
プロカインアミド塩酸塩 …… 1191
プロカインアミド塩酸塩錠 …… 1192
プロカインアミド塩酸塩注射液 …… 1193
プロカテロール塩酸塩水和物 …… 1193
プロカルバジン塩酸塩 …… 1194
プログルミド …… 1195
プロクロルペラジンマレイン酸塩 …… 1195
プロクロルペラジンマレイン酸塩錠 …… 1196
プロゲステロン …… 1197
プロゲステロン注射液 …… 1198
フロセミド …… 1198
フロセミド錠 …… 1199
フロセミド注射液 …… 1200
プロタミン硫酸塩 …… 1201
プロタミン硫酸塩注射液 …… 1201
プロチオナミド …… 1202
プロチレリン …… 1203
プロチレリン酒石酸塩水和物 …… 1203
プロテイン銀 …… 1204
プロテイン銀液 …… 1204
プロパフェノン塩酸塩 …… 1205
プロパフェノン塩酸塩錠 …… 1206
プロパンテリン臭化物 …… 1207
プロピベリン塩酸塩 …… 1207
プロピベリン塩酸塩錠 …… 1208
プロピルチオウラシル …… 1210
プロピルチオウラシル錠 …… 1210
プロピレングリコール …… 1211
プロブコール …… 1211
プロブコール細粒 …… 1212
プロブコール錠 …… 1213
プロプラノロール塩酸塩 …… 1214
プロプラノロール塩酸塩錠 …… 1214
フロプロピオン …… 1215
フロプロピオンカプセル …… 1216
プロベネシド …… 1217
プロベネシド錠 …… 1217
ブロマゼパム …… 1218
ブロムヘキシン塩酸塩 …… 1219
プロメタジン塩酸塩 …… 1220
フロモキセフナトリウム …… 1220
注射用フロモキセフナトリウム …… 1222

ブロモクリプチンメシル酸塩 …… 1222
ブロモバレリル尿素 …… 1223
L－プロリン …… 1224

へ

ベカナマイシン硫酸塩 …… 1225
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル …… 1226
ベザフィブラート …… 1227
ベザフィブラート徐放錠 …… 1228
ベタキソロール塩酸塩 …… 1229
ベタネコール塩化物 …… 1230
ベタヒスチンメシル酸塩 …… 1230
ベタヒスチンメシル酸塩錠 …… 1231
ベタミプロン …… 1232
ベタメタゾン …… 1233
ベタメタゾン錠 …… 1234
ベタメタゾン吉草酸エステル …… 1235
ベタメタゾン吉草酸エステル・
　　ゲンタマイシン硫酸塩クリーム …… 1236
ベタメタゾン吉草酸エステル・
　　ゲンタマイシン硫酸塩軟膏 …… 1237
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル …… 1238
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム …… 1239
ペチジン塩酸塩 …… 1241
ペチジン塩酸塩注射液 …… 1241
ベニジピン塩酸塩 …… 1242
ベニジピン塩酸塩錠 …… 1243
ヘパリンカルシウム …… 1244
ヘパリンナトリウム …… 1247
ヘパリンナトリウム注射液 …… 1249
ペプロマイシン硫酸塩 …… 1250
注射用ペプロマイシン硫酸塩 …… 1251
ペミロラストカリウム …… 1252
ペミロラストカリウム錠 …… 1253
シロップ用ペミロラストカリウム …… 1253
ベラパミル塩酸塩 …… 1254
ベラパミル塩酸塩錠 …… 1254
ベラプロストナトリウム …… 1255
ベラプロストナトリウム錠 …… 1256
ペルフェナジン …… 1257
ペルフェナジン錠 …… 1258
ペルフェナジンマレイン酸塩 …… 1259
ペルフェナジンマレイン酸塩錠 …… 1260
ベルベリン塩化物水和物 …… 1261
ベンザルコニウム塩化物 …… 1262
ベンザルコニウム塩化物液 …… 1262
濃ベンザルコニウム塩化物液50 …… 1263
ベンジルアルコール …… 1263
ベンジルペニシリンカリウム …… 1265
注射用ベンジルペニシリンカリウム …… 1266
ベンジルペニシリンベンザチン水和物 …… 1266
ベンズブロマロン …… 1268
ベンゼトニウム塩化物 …… 1269
ベンゼトニウム塩化物液 …… 1269
ベンセラジド塩酸塩 …… 1270
ペンタゾシン …… 1270
ペントキシベリンクエン酸塩 …… 1271
ベントナイト …… 1271
ペントバルビタールカルシウム …… 1272
ペンブトロール硫酸塩 …… 1273

ホ

ホウ酸 …… 1274
ホウ砂 …… 1274
抱水クロラール …… 1274
ボグリボース …… 1275
ボグリボース錠 …… 1276
ホスホマイシンカルシウム水和物 …… 1277
ホスホマイシンナトリウム …… 1278
注射用ホスホマイシンナトリウム …… 1279
乾燥ボツリヌスウマ抗毒素 …… 1279
ポビドン …… 1280
ポビドンヨード …… 1281
ホマトロピン臭化水素酸塩 …… 1282
ホモクロルシクリジン塩酸塩 …… 1282
経口生ポリオワクチン …… 1283
ポリスチレンスルホン酸カルシウム …… 1283
ポリスチレンスルホン酸ナトリウム …… 1285
ポリソルベート80 …… 1286
ホリナートカルシウム …… 1286
ポリミキシンB硫酸塩 …… 1287
ホルマリン …… 1288
ホルマリン水 …… 1288
ホルモテロールフマル酸塩水和物 …… 1289

マ

マイトマイシンC …… 1289
注射用マイトマイシンC …… 1290
マーキュロクロム …… 1291
マーキュロクロム液 …… 1292
マクロゴール400 …… 1292
マクロゴール1500 …… 1293
マクロゴール4000 …… 1293
マクロゴール6000 …… 1294
マクロゴール20000 …… 1294
マクロゴール軟膏 …… 1295
乾燥弱毒生麻しんワクチン …… 1295
マニジピン塩酸塩 …… 1295
マニジピン塩酸塩錠 …… 1296
マプロチリン塩酸塩 …… 1297
乾燥まむしウマ抗毒素 …… 1298
マルトース水和物 …… 1298
D－マンニトール …… 1299
D－マンニトール注射液 …… 1300

ミ

ミグレニン …… 1300
ミクロノマイシン硫酸塩 …… 1301
ミコナゾール …… 1302
ミコナゾール硝酸塩 …… 1302
ミゾリビン …… 1303
ミゾリビン錠 …… 1304
ミツロウ …… 1305
サラシミツロウ …… 1305
ミデカマイシン …… 1306
ミデカマイシン酢酸エステル …… 1306
ミノサイクリン塩酸塩 …… 1307
ミノサイクリン塩酸塩錠 …… 1308
注射用ミノサイクリン塩酸塩 …… 1309
ミョウバン水 …… 1309

ム

ムピロシンカルシウム水和物 …… 1310
ムピロシンカルシウム軟膏 …… 1311

メ

メキシレチン塩酸塩 …… 1312
メキタジン …… 1313
メグルミン …… 1313
メクロフェノキサート塩酸塩 …… 1314
メコバラミン …… 1315
メストラノール …… 1316
メダゼパム …… 1316
メタンフェタミン塩酸塩 …… 1317
L－メチオニン …… 1318
メチクラン …… 1318
メチラポン …… 1319
dl－メチルエフェドリン塩酸塩 …… 1320
dl－メチルエフェドリン塩酸塩散10% …… 1321
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 …… 1321
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠 …… 1322
メチルジゴキシン …… 1323
メチルセルロース …… 1324
メチルテストステロン …… 1326
メチルテストステロン錠 …… 1326
メチルドパ水和物 …… 1327
メチルドパ錠 …… 1328
メチルプレドニゾロン …… 1329
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル …… 1330
メチルベナクチジウム臭化物 …… 1331
メチルロザニリン塩化物 …… 1331
メテノロンエナント酸エステル …… 1332
メテノロンエナント酸エステル注射液 …… 1332
メテノロン酢酸エステル …… 1333
メトキサレン …… 1334
メトクロプラミド …… 1334
メトクロプラミド錠 …… 1335
メトトレキサート …… 1336
メトトレキサートカプセル …… 1336
メトプロロール酒石酸塩 …… 1337
メトプロロール酒石酸塩錠 …… 1338
メトホルミン塩酸塩 …… 1339
メトホルミン塩酸塩錠 …… 1340
メトロニダゾール …… 1340
メトロニダゾール錠 …… 1341
メナテトレノン …… 1342
メピチオスタン …… 1343
メピバカイン塩酸塩 …… 1344
メピバカイン塩酸塩注射液 …… 1345
メフェナム酸 …… 1345
メフルシド …… 1346
メフルシド錠 …… 1347
メフロキン塩酸塩 …… 1347
メペンゾラート臭化物 …… 1348
メルカプトプリン水和物 …… 1349
メルファラン …… 1350
メロペネム水和物 …… 1350
注射用メロペネム …… 1351
dl－メントール …… 1352
l－メントール …… 1352

モ

モサプリドクエン酸塩水和物 …… 1353
モサプリドクエン酸塩散 …… 1354
モサプリドクエン酸塩錠 …… 1355
モノステアリン酸アルミニウム …… 1356
モノステアリン酸グリセリン …… 1357
モルヒネ塩酸塩水和物 …… 1357
モルヒネ塩酸塩錠 …… 1358
モルヒネ塩酸塩注射液 …… 1359
モルヒネ・アトロピン注射液 …… 1360

ヤ

薬用石ケン …… 1361
薬用炭 …… 1361
ヤシ油 …… 1362

ユ

ユーカリ油 …… 1362
ユビデカレノン …… 1363

ヨ

ヨウ化カリウム …… 1363
ヨウ化ナトリウム …… 1364
ヨウ化ナトリウム(^{123}I)カプセル …… 1365

ヨウ化ナトリウム(131I)液 …… 1365
ヨウ化ナトリウム(131I)カプセル …… 1365
ヨウ化人血清アルブミン(131I)注射液 …… 1365
ヨウ化ヒプル酸ナトリウム(131I)注射液 …… 1365
葉酸 …… 1365
葉酸錠 …… 1366
葉酸注射液 …… 1367
ヨウ素 …… 1367
ヨーダミド …… 1368
ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液 …… 1368
ヨードチンキ …… 1369
希ヨードチンキ …… 1370
歯科用ヨード・グリセリン …… 1370
複方ヨード・グリセリン …… 1371
ヨード・サリチル酸・フェノール精 …… 1372
ヨードホルム …… 1373

ラ

ラウリル硫酸ナトリウム …… 1374
ラウロマクロゴール …… 1374
ラクツロース …… 1375
ラタモキセフナトリウム …… 1375
ラッカセイ油 …… 1377
ラナトシドC …… 1377
ラナトシドC錠 …… 1378
ラニチジン塩酸塩 …… 1379
加水ラノリン …… 1380
精製ラノリン …… 1381
ラベタロール塩酸塩 …… 1381
ラベタロール塩酸塩錠 …… 1382
ラベプラゾールナトリウム …… 1383

リ

リオチロニンナトリウム …… 1384
リオチロニンナトリウム錠 …… 1385
リシノプリル水和物 …… 1386
リシノプリル錠 …… 1387
L－リシン塩酸塩 …… 1388
L－リシン酢酸塩 …… 1389
リスペリドン …… 1390
リスペリドン細粒 …… 1391
リスペリドン錠 …… 1392
リスペリドン内服液 …… 1393
リセドロン酸ナトリウム水和物 …… 1394
リセドロン酸ナトリウム錠 …… 1396
リゾチーム塩酸塩 …… 1397
リドカイン …… 1398
リドカイン注射液 …… 1398
リトドリン塩酸塩 …… 1399
リトドリン塩酸塩錠 …… 1400
リファンピシン …… 1401
リファンピシンカプセル …… 1402
リボスタマイシン硫酸塩 …… 1404
リボフラビン …… 1405
リボフラビン散 …… 1405
リボフラビン酪酸エステル …… 1406
リボフラビンリン酸エステルナトリウム …… 1407
リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液 …… 1408
リマプロスト　アルファデクス …… 1408
硫酸亜鉛水和物 …… 1409
硫酸亜鉛点眼液 …… 1410
乾燥硫酸アルミニウムカリウム …… 1410
硫酸アルミニウムカリウム水和物 …… 1410
硫酸カリウム …… 1411
硫酸鉄水和物 …… 1411
硫酸バリウム …… 1412
硫酸マグネシウム水和物 …… 1412
硫酸マグネシウム水 …… 1413
硫酸マグネシウム注射液 …… 1413
リンゲル液 …… 1413
リンコマイシン塩酸塩水和物 …… 1414
リンコマイシン塩酸塩注射液 …… 1415
無水リン酸水素カルシウム …… 1415
リン酸水素カルシウム水和物 …… 1416
リン酸水素ナトリウム水和物 …… 1416
リン酸二水素カルシウム水和物 …… 1417

レ

レセルピン …… 1418
レセルピン散0.1% …… 1419
レセルピン錠 …… 1419
レセルピン注射液 …… 1420
レチノール酢酸エステル …… 1420
レチノールパルミチン酸エステル …… 1421
レナンピシリン塩酸塩 …… 1421
レバミピド …… 1423
レバミピド錠 …… 1424
レバロルファン酒石酸塩 …… 1425
レバロルファン酒石酸塩注射液 …… 1426
レボチロキシンナトリウム水和物 …… 1427
レボチロキシンナトリウム錠 …… 1427
レボドパ …… 1428
レボフロキサシン水和物 …… 1429
レボメプロマジンマレイン酸塩 …… 1430

ロ

L－ロイシン …… 1431
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩 …… 1431
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル …… 1432
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放錠 …… 1433
注射用ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩 …… 1434
ロキシスロマイシン …… 1435
ロキソプロフェンナトリウム水和物 …… 1436
ロキタマイシン …… 1437

ロキタマイシン錠 …… *1438*
ロサルタンカリウム …… *1439*
ロラゼパム …… *1440*

ワ

ワイル病秋やみ混合ワクチン …… *1441*
黄色ワセリン …… *1441*
白色ワセリン …… *1441*
親水ワセリン …… *1442*
ワルファリンカリウム …… *1442*
ワルファリンカリウム錠 …… *1443*

第十六改正日本薬局方

医薬品各条　生薬等目次

ア

アカメガシワ …… 1445
アセンヤク …… 1445
アセンヤク末 …… 1445
アヘン・トコン散 …… 1445
アマチャ …… 1446
アマチャ末 …… 1446
アラビアゴム …… 1446
アラビアゴム末 …… 1447
アロエ …… 1447
アロエ末 …… 1448
アンソッコウ …… 1449
アンモニア・ウイキョウ精 …… 1449

イ

イレイセン …… 1449
インチンコウ …… 1450
インヨウカク …… 1450

ウ

ウイキョウ …… 1451
ウイキョウ末 …… 1451
ウイキョウ油 …… 1451
ウコン …… 1452
ウコン末 …… 1452
ウヤク …… 1453
ウワウルシ …… 1454
ウワウルシ流エキス …… 1454

エ

エイジツ …… 1455
エイジツ末 …… 1455
エンゴサク …… 1455
エンゴサク末 …… 1456

オ

オウギ …… 1457
オウゴン …… 1457
オウゴン末 …… 1458
オウセイ …… 1459
オウバク …… 1459
オウバク末 …… 1460
パップ用複方オウバク散 …… 1461
オウバク・タンナルビン・ビスマス散 …… 1461
オウレン …… 1462
オウレン末 …… 1462
黄連解毒湯エキス …… 1463
オンジ …… 1465
オンジ末 …… 1465

カ

カゴソウ …… 1466
カシュウ …… 1466
ガジュツ …… 1466
カッコウ …… 1467
カッコン …… 1467
葛根湯エキス …… 1468
カッセキ …… 1470
カノコソウ …… 1470
カノコソウ末 …… 1471
加味逍遙散エキス …… 1471
カロコン …… 1474
カンキョウ …… 1474
カンゾウ …… 1474
カンゾウ末 …… 1475
カンゾウエキス …… 1476
カンゾウ粗エキス …… 1476
カンテン …… 1477
カンテン末 …… 1477

キ

キキョウ …… 1478
キキョウ末 …… 1478
キキョウ流エキス …… 1478
キクカ …… 1478
キササゲ …… 1479
キジツ …… 1479
キョウカツ …… 1479
キョウニン …… 1480
キョウニン水 …… 1481

ク

クコシ …… 1481
クジン …… 1481
クジン末 …… 1482
苦味チンキ …… 1482

ケ

ケイガイ …… 1482
桂枝茯苓丸エキス …… 1483

ケイヒ …… 1484
ケイヒ末 …… 1485
ケイヒ油 …… 1485
ケツメイシ …… 1486
ケンゴシ …… 1486
ゲンチアナ …… 1486
ゲンチアナ末 …… 1486
ゲンチアナ・重曹散 …… 1487
ゲンノショウコ …… 1487
ゲンノショウコ末 …… 1487

コ

コウイ …… 1488
コウカ …… 1488
コウジン …… 1488
コウブシ …… 1490
コウブシ末 …… 1490
コウベイ …… 1490
コウボク …… 1490
コウボク末 …… 1491
ゴオウ …… 1492
ゴシツ …… 1492
牛車腎気丸エキス …… 1492
ゴシュユ …… 1496
ゴボウシ …… 1496
ゴマ …… 1496
ゴミシ …… 1497
コロンボ …… 1497
コロンボ末 …… 1497
コンズランゴ …… 1497
コンズランゴ流エキス …… 1498

サ

サイコ …… 1498
柴胡桂枝湯エキス …… 1499
サイシン …… 1501
柴朴湯エキス …… 1502
柴苓湯エキス …… 1504
サフラン …… 1507
サンキライ …… 1507
サンキライ末 …… 1507
サンザシ …… 1507
サンシシ …… 1508
サンシシ末 …… 1509
サンシュユ …… 1509
サンショウ …… 1510
サンショウ末 …… 1511
サンソウニン …… 1511
サンヤク …… 1511
サンヤク末 …… 1511

シ

ジオウ …… 1512
シゴカ …… 1512
ジコッピ …… 1513
シコン …… 1513
シツリシ …… 1513
シャクヤク …… 1514
シャクヤク末 …… 1515
芍薬甘草湯エキス …… 1515
ジャショウシ …… 1516
シャゼンシ …… 1517
シャゼンソウ …… 1517
十全大補湯エキス …… 1517
苦味重曹水 …… 1520
ジュウヤク …… 1520
シュクシャ …… 1521
シュクシャ末 …… 1521
ショウキョウ …… 1521
ショウキョウ末 …… 1521
小柴胡湯エキス …… 1522
ショウズク …… 1524
小青竜湯エキス …… 1524
ショウマ …… 1526
シンイ …… 1527
真武湯エキス …… 1527

セ

セッコウ …… 1529
焼セッコウ …… 1530
セネガ …… 1530
セネガ末 …… 1530
セネガシロップ …… 1531
センキュウ …… 1531
センキュウ末 …… 1531
ゼンコ …… 1532
センコツ …… 1532
センソ …… 1532
センナ …… 1533
センナ末 …… 1534
センブリ …… 1535
センブリ末 …… 1536
センブリ・重曹散 …… 1537

ソ

ソウジュツ …… 1537
ソウジュツ末 …… 1537
ソウハクヒ …… 1538
ソボク …… 1538
ソヨウ …… 1538

タ

ダイオウ …… 1539
ダイオウ末 …… 1540
複方ダイオウ・センナ散 …… 1541
大黄甘草湯エキス …… 1541
無コウイ大建中湯エキス …… 1542
タイソウ …… 1543
タクシャ …… 1544
タクシャ末 …… 1544

チ

チクセツニンジン …… 1544
チクセツニンジン末 …… 1544
チモ …… 1545
チョウジ …… 1545
チョウジ末 …… 1546
チョウジ油 …… 1546
チョウトウコウ …… 1546
釣藤散エキス …… 1547
チョレイ …… 1550
チョレイ末 …… 1550
チンピ …… 1550

テ

テンマ …… 1551
テンモンドウ …… 1551

ト

トウガシ …… 1551
トウガラシ …… 1552
トウガラシ末 …… 1553
トウガラシチンキ …… 1553
トウガラシ・サリチル酸精 …… 1554
トウキ …… 1554
トウキ末 …… 1555
トウニン …… 1555
トウニン末 …… 1556
トウヒ …… 1556
トウヒシロップ …… 1557
トウヒチンキ …… 1557
ドクカツ …… 1557
トコン …… 1558
トコン末 …… 1558
トコンシロップ …… 1559
トチュウ …… 1560
トラガント …… 1560
トラガント末 …… 1560

ニ

ニガキ …… 1560
ニガキ末 …… 1561
ニクズク …… 1561
ニンジン …… 1561
ニンジン末 …… 1562
ニンドウ …… 1563

ハ

バイモ …… 1564
バクモンドウ …… 1564
麦門冬湯エキス …… 1564
八味地黄丸エキス …… 1566
ハチミツ …… 1569
ハッカ …… 1569
ハッカ水 …… 1570
ハッカ油 …… 1570
ハマボウフウ …… 1570
ハンゲ …… 1571
半夏厚朴湯エキス …… 1571

ヒ

ビャクゴウ …… 1572
ビャクシ …… 1573
ビャクジュツ …… 1573
ビャクジュツ末 …… 1574
ビワヨウ …… 1574
ビンロウジ …… 1575

フ

ブクリョウ …… 1575
ブクリョウ末 …… 1575
ブシ …… 1576
ブシ末 …… 1577

ヘ

ベラドンナコン …… 1578
ベラドンナエキス …… 1579
ヘンズ …… 1580

ホ

ボウイ …… 1580
ボウコン …… 1580
ボウフウ …… 1581
ボクソク …… 1581
ボタンピ …… 1581
ボタンピ末 …… 1582

補中益気湯エキス …… 1583
ホミカ …… 1586
ホミカエキス …… 1586
ホミカエキス散 …… 1587
ホミカチンキ …… 1587
ボレイ …… 1588
ボレイ末 …… 1588

マ

マオウ …… 1589
マクリ …… 1589
マシニン …… 1590

モ

モクツウ …… 1590
モッコウ …… 1590

ヤ

ヤクチ …… 1591
ヤクモソウ …… 1591

ユ

ユウタン …… 1591

ヨ

ヨクイニン …… 1592
ヨクイニン末 …… 1592

リ

六君子湯エキス …… 1592
リュウガンニク …… 1594
リュウコツ …… 1594
リュウコツ末 …… 1595
リュウタン …… 1595
リュウタン末 …… 1596
リョウキョウ …… 1596
苓桂朮甘湯エキス …… 1596

レ

レンギョウ …… 1598
レンニク …… 1598

ロ

ロジン …… 1599
ロートコン …… 1599
ロートエキス …… 1600
ロートエキス散 …… 1600
ロートエキス・アネスタミン散 …… 1601
ロートエキス・カーボン散 …… 1602
複方ロートエキス・ジアスターゼ散 …… 1602
ロートエキス・タンニン坐剤 …… 1602
ロートエキス・パパベリン・アネスタミン散 …… 1603
ローヤルゼリー …… 1603

第十六改正日本薬局方

日本薬局方沿革略記

日本薬局方の制定は明治13年10月衛生局長長與專齋の建議に基づいて内務卿松方正義が太政官に伺書を提出したことによっている．その伺書の大要は「第一，本邦未た藥局方の律書あらす處方製劑に一定の標準なく，英局方の用量に從て獨局方の製劑を与ふるか如き危險の誤謬を生し易し．第二，製藥をなす者各國各異の藥局方に據りて便宜製煉するを以て其名均しくして其質同しからす其性同しけれとも其稱異なる物市場に紛聚するの弊害を續出せり，第三，輸入藥品の検査に際し我に其良否を判決すへき一定の憑據なきを以て各輸出國の局方に據りて特別の試驗を要するか如き當事者其煩雑に堪へす．加之近今製劑業者我藥局方の制なきに乗し外國局方中原質廉價の物を撰抜して調製の用に充て名實紊亂射利相競ふの風日を逐て滋ゝ甚しとす．而して此等の諸弊を防遏するの途一に日本藥局方の制を定むるに在るのみ因て之か選定編纂の事を擧て中央衛生會に委任あらんことを請ふ」とある．明治13年11月，太政官から中央衛生会に日本薬局方の選定を委任し，明治14年1月，日本薬局方編集総裁及び委員の任命があり，総裁は元老院幹事細川潤次郎，委員は陸軍軍医総監松本順，同軍医監林紀，海軍軍医総監戸塚文海，一等侍医ドクトル池田謙齋，内務省衛生局長長與專齋，東京大学医学部教授三宅秀，海軍中医監高木兼寛，陸軍二等薬剤正兼二等軍医正永松東海，柴田承桂，東京司薬場教師オランダ人ドクトルエーキマン，横浜司薬場教師オランダ人ドクトルゲールツ，東京大学医学部教師ドイツ人ドクトルベルツ及びドクトルランガルト，オランダ人ドクトルブッケマンであった．

明治14年1月日本薬局方編集委員会を開始し，その第1回において，まず薬局方の通則，体例及び詳略の程度を定める件並びに明治10年中内務省から司薬場教師ゲールツ及びドワルスに嘱して仮に編述したオランダ文及び邦文薬局方稿本をもって原案に供する件を議決した．そののち，明治10年編述の旧稿によらず，別にドイツ文をもって日本薬局方稿本を起草することを議決し，まず収載すべき薬品及び附表の品目を定め，続いて明治15年から薬局方稿本の編集及びその成案に対する審議を進行した．

明治16年7月，陸軍軍医監石黒忠悳，陸軍軍医監兼薬剤監緒方維準が日本薬局方編集委員に任命され，明治17年4月，元老院幹事細川潤次郎が日本薬局方編集総裁を解かれ，内務大輔土方久元が代わって任命された．同年9月，東京大学医学部教師ドイツ人ドクトルスクリバを，同年10月，オランダ人ドクトルファンデルヘーデンをそれぞれ委員とした．明治18年7月，参事院議官子爵土方久元が日本薬局方編集総裁を解かれ，内務大輔芳川顯正がこれに代わった．明治18年10月13日，日本薬局方を全部完成し，総裁はこれを内務卿に具申し，同年12月，総裁及び委員はことごとくその任を解かれた．こうして明治19年6月25日，内務省令をもって，初めて日本薬局方を発布し，明治20年7月1日からこれを施行した．

この第一版日本薬局方に収載した薬品数は，468，終わりに製剤の通則，試薬，定規液及び常貯薬以下の6表を附け，また全部ラテン語の訳本を作って内務省から発行した．こうして薬局方の基礎となったドイツ語稿本の起草は最初ゲールツ及びランガルトが分担し，そののち，エーキマンが主として担当した．明治23年になって内務省衛生局は，エーキマンの起稿に係る第一版日本薬局方註釈を発行した．また，委員のほか，薬局方編集に参与したのは横浜司薬場長辻岡精輔，東京大学医学部助教授下山順一郎，同丹波敬三，同丹羽藤吉郎，内務省御用掛林洞海及び内務一等技手大中太一郎であった．

明治21年4月，第一版日本薬局方を改正するため帝国大学医科大学教授ドクトル長井長義，同高橋順太郎，同ドクトル下山順一郎，同ドクトル丹波敬三，同樫村清徳，内務三等技師辻岡精輔，同四等技師田原良純，同五等技師櫻井小平太，内務一等技手島田耕一及び柴田承桂を日本薬局方編集委員とし，同年5月，内務省衛生局長長與專齋を日本薬局方調査委員長，海軍軍医大監實吉安純を同委員とした．

日本薬局方調査委員はまず当時の薬局方の追加すべき薬品の品目を議し，塩酸コカイン及びアンチフェブリンの2品を採り，その稿案を議定し，明治21年9月内務省令をもってこれを発布した．そののち，委員は改正に急を要するところを調査したが，その条項が非常に多く，これを追加で発布することは通覧する上に不便があり，むしろ全面的に修正し，改正薬局方をもって現行薬局方に変更する方が優れていると認め，すみやかに改正の業を完成することに決めた．よって明治21年9月から，改正薬局方稿案の起草に着手し，明治23年10月に至るまで順次成案について審議し，明治24年3月全部の改正稿案を完成し，これを内務大臣に具申し，内務大臣は中央衛生会に諮問して同年5月内務省令をもって，改正日本薬局方を発布し，明治25年1月1日からこれを施行した．

第二版日本薬局方が発行されてから，ほとんど10年，医学及び薬学の進歩に伴って，再度の改正を必要とするようになり，明治33年3月勅令第80号をもって，日本薬局方調査会官制が発布され，同年4月内務省衛生局長長谷川泰を日本薬局方調査会長に，東京帝国大学医科大学教授理学博士薬学博士長井長義，同薬学博士下山順一郎，同薬学博士丹波敬三，同医学博士高橋順太郎，同医学博士青

山胤通，衛生試験所技師薬学博士田原良純，同辻岡精輔，同島田耕一，宮内省薬剤師長山田董，陸軍軍医監医学博士小池正直，同薬剤監平山増之助，海軍軍医大監木村壯介，同薬剤監高橋秀松，警視庁技師池口慶三及び医学博士樫村清徳を同委員に内務技師宮入慶之助を同幹事に，同年 6 月陸軍三等軍医正平井政遒を同委員に任命した．明治 34 年 5 月，医学博士青山胤通委員を解かれ，東京帝国大学教授医学博士入澤達吉が代わって任命された．明治 35 年 3 月，幹事宮入慶之助退官のため，内務技師栗本庸勝がこれに代わった．同年 7 月，長谷川泰会長を解かれ，陸軍軍医総監男爵石黒忠悳が代わって任命された．同月，委員医学博士樫村清徳死去し，同年 10 月，佐藤佐が代わって任命され，同年 12 月幹事栗本庸勝転任のため，内務省参事官小原新三がこれに代わった．明治 36 年 4 月，幹事小原新三転任し，内務省衛生局長森田茂吉が代わって任命された．同年 9 月幹事森田茂吉転任し，後任に衛生局長窪田静太郎が代わって任命された．同年 12 月，医学博士小池正直委員を解かれ，明治 37 年 2 月，東京帝国大学医科大学助教授薬学博士丹羽藤吉郎が代わって任命された．同年 6 月，委員辻岡精輔死去し，同年 7 月，衛生試験所技師齋藤寛猛が代わって任命された．

委員は明治 33 年 5 月，内務省において初回の会議を開き，調査の順序を定め，かつ，現行薬局方はその収載の薬品品目が比較的少数のため，実際上不便があるのでその範囲を拡張することを議決した．しかし，大改正することは長時日を要するので，全部の改正に先だち，新薬その他の薬品で当時広く使用されていたもの，すなわち没食子酸ほか 32 品，次にヂフテリア血清ほか 2 品，次に消毒用石灰酸水ほか 1 品を現行薬局方に追加することを決め，順次その稿本を議定した．すなわち，明治 33 年 11 月内務省令第 48 号，明治 36 年 6 月内務省令第 3 号及び明治 37 年 5 月内務省令第 8 号で発布したものがこれである．こうして明治 39 年 3 月に至り，全編の改正を完了し，これを内務大臣に具申し，内務大臣は明治 39 年 7 月内務省令第 21 号をもってこれを発布し，明治 40 年 1 月 1 日より施行した．第三改正日本薬局方がこれである．

日本薬局方の調査はこれを継続する必要があり，日本薬局方調査会を常設することとし，明治 39 年 3 月勅令第 53 号をもって次の官制が発布された．

日本薬局方調査会官制　（明治三十九年三月勅令第五十三号大正十年四月勅令第百号改正）

第一条　日本薬局方調査会は内務大臣の監督に属し日本薬局方改正に関する事項を調査す

第二条　日本薬局方調査会は会長一人委員十六人以内を以て之を組織す

臨時必要の場合に於ては前項定員の外臨時委員を命することを得

第三条　会長，委員及臨時委員は内務大臣の奏請に依り内閣に於て之を命す

会長及委員の任期は四箇年とす但し必要ある場合に於ては任期中解任することを妨けす（削除）

第四条　日本薬局方調査会に幹事一人を置き内務省高等官を以て之に充つ

第五条　日本薬局方調査会に主査委員を置くことを得

主査委員は内務大臣委員中より之を命す

第六条　会長は会務及議事を整理し其決議を内務大臣に具申す

第七条　会長事故あるときは内務大臣の指定したる委員其事務を代理す

第八条　幹事は会長の指揮を承け庶務を整理す

第九条　日本薬局方調査会は議事規則を議定し内務大臣の認可を受くへし

第十条　会長，委員及幹事は一箇年五百円以内臨時委員には事件の軽重に応し其都度相当の手当を給することを得（削除）

第十一条　日本薬局方調査会に書記を置き内務省判任官を以て之に充つ

書記は会長及幹事の指揮を承け庶務に従事す

第十二条　書記には一箇年百円以内の手当を給することを得（削除）

附　則

本令は明治三十九年四月一日より之を施行す

本令施行の際現に会長，委員，幹事及書記たる者は別に辞令を用ひす其任を解かれたるものとす

明治 39 年 4 月，職員の任命を行い，以来調査を続行し，その結果として次の諸令の発布を見ることとなった．

明治 40 年 7 月内務省令第 18 号，防疫用石炭酸追加の件ほか 4 件．明治 41 年 12 月内務省令第 21 号，バクチ水の条項改正の件ほか 4 件．明治 42 年 11 月内務省令第 22 号，硼酸の条中改正の件ほか 34 件．明治 43 年 5 月内務省令第 21 号，阿片の条中改正の件．明治 44 年 12 月内務省令第 20 号，タンニン酸の条項改正の件ほか 11 件．明治 45 年 5 月内務省令第 4 号，ヨードホルム綿の条中改正の件ほか 5 件．大正 2 年 3 月内務省令第 2 号，アセトアニリードの条中改正の件ほか 33 件．大正 2 年 12 月内務省令第 20 号，含水ラノリンの条項改正の件ほか 8 件．

第三改正日本薬局方が発行されたのち，その間，数次の改正を行ったとはいえ，医学及び薬学の進歩に伴い，ことに欧州戦乱の影響によって大改正の必要を認め，大正 4 年 3 月日本薬局方第四次改正を議決し，同年 4 月より調査に着手したが，全部の終了には長時日を要するので，急を要するものはそのたびごとにその発布を具申した．すなわち大正 4 年 10 月内務省令第 11 号，ヂフテリア血清の条項改正の件ほか 1 件，大正 5 年 1 月内務省令第 1 号乳酸の条中改正の件がこれである．こうして大正 9 年 5 月全部の調査を完了し，新たに収載したもの 73 品，削除されたもの 94 品で，その間，5 年 2 箇月を要した．大正 9 年 12 月内務省令第 44 号をもって発布された第四改正日本薬局方がこれである．その調査に従事した職員の氏名は薬学博士長井長義（会長），医学博士文学博士 森 林太郎，薬学博士丹波敬三，木村壯介，医学博士高橋順太郎，医学博士本多忠夫，医学博士三浦謹之助，薬学博士田原良純，薬学博士池口慶三，鶴田禎次郎，薬学博士高橋三郎，薬学博士丹羽藤吉郎，薬学博士山田董，医学博士林春雄，医学博士宇野朗，薬学博士渡邊又治郎，薬学博士磯野周平，薬学博士朝比奈泰彦，佐藤佐（以上委員），薬学博士西崎弘太郎，高橋増次郎，理学博士柴田桂太（以上臨時委員），内務書記官山田準次郎，内務書記官湯澤三千男（以上幹事）であった．

薬局方調査会官制中第 3 条第 2 項，第 10 条及び第 12 条は大正 10 年 4 月勅令第 100 号をもって削除された．

第四改正日本薬局方が発布されたのち，改正されたものは次のとおりである．

大正 12 年 10 月内務省令第 43 号，クレゾール石鹸液の貯法改正の件．大正 14 年 12 月内務省令第 27 号，凡例中改正の件並びにアセトアニリードの条中改正の件ほか 72 件及び試薬燐酸のほか 2 件追加の件．昭和 2 年 5 月内務省令第 29 号，コパイババルサムの条中ほか 1 件改正の件及び試薬メチルロート溶液追加の件．昭和 3 年 11 月内務省令第 41 号，アヘンエキスの条項改正の件ほか 3 件条中改正の件．

第四改正日本薬局方が発行されてから 10 年，その間に前後 5 回にわたり 100 余種数十項についての改正を行ったが，学術の進歩に伴い新薬新製剤の製出は益々多くなり薬局方の根本的改正を促進する結果となった．そこで昭和 4 年 4 月日本薬局方第五次改正を行うこととなり，同年 9 月第 1 回本会議を開き，大改正の調査に関する全般の方針を定め，同年 10 月より主査委員は各担当の科目について調査に着手し，全部の改正に先だち緊急を要するものはその都度その発布を具申した．昭和 5 年 10 月内務省令第 31 号，クレゾール石鹸液の条中改正の件及びほか 1 件条項改正の件並びに海人草ほか 3 件追加の件，昭和 5 年 12 月内務省令第 35 号，バクチ水削除の件ほか杏仁水の条中改正の件及び葡萄糖ほか 6 件追加の件がこれである．また昭和 6 年 12 月から委員中特に編集委員を選定した．こうして昭和 4 年 9 月改版に着手してから昭和 6 年 12 月に至る 2 年 3 箇月間に，主査委員会 64 回，本会議 28 回を開催し，全編の改正を完了し内務大臣に具申した．この改正において新たに収載した薬品 46 品，削除した薬品 85 品，実験及び調査により改正又は加除したもの 900 余件，その他字句文章の改訂はほとんど全部にわたり行った．

昭和 7 年 6 月内務省令第 21 号でこれを発布し，同年 10 月 1 日から施行した．すなわち第五改正日本薬局方がこれである．その調査に従事した職員の氏名は薬学博士池口慶三（会長），医学博士三浦謹之助，鶴田禎次郎，栗本庸勝，医学博士林春雄，薬学博士西崎弘太郎，薬学博士近藤平三郎，薬学博士渡邊又治郎，医学博士島薗順次郎，薬学博士高橋三郎，薬学博士慶松勝左衛門，薬学博士朝比奈泰彦，薬学博士磯野周平，医学博士北島多一，医学博士西野忠次郎，薬学博士服部健三，薬学博士緒方章（以上委員），理学博士柴田桂太，薬学博士刈米達夫，今野運治，薬学博士杉井善雄，薬学博士瀧野勇（以上臨時委員），内務書記官白松喜久代（幹事）であった．

日本薬局方調査会官制は昭和 10 年 9 月勅令第 274 号をもって新たに改正公布され，同時に明治 39 年勅令第 53 号日本薬局方調査会官制は廃止された．

日本薬局方調査会官制　　（昭和十年九月二十日勅令第二百七十四号）

第一条　日本薬局方調査会は内務大臣の監督に属し其の諮問に応し日本薬局方の改正及衛生試験の方法に関する事項を調査審議す

第二条　調査会は会長一人及委員十六人以内を以て組織す

特別の事項を調査審議するため必要あるときは臨時委員を置くことを得

第三条　会長は内務大臣の奏請に依り内閣に於て之を命す

委員及臨時委員は内務大臣の奏請に依り関係各庁高等官及学識経験のある者の中より内閣に於て之を命す

会長竝に学識経験ある者の中より命せられたる委員及臨時委員の任期は四年とす

但し会長及委員は特別の事由ある場合に於て，臨時委員は特別の事由ある場合又は当該特別事項の調査審議終了したる場合に於て任期中之を解任することを妨けす

第四条　会長は会務を総理す

会長事故あるときは内務大臣の指名する委員其の職務を代理す

第五条　調査会に幹事を置く内務大臣の奏請に依り内閣に於て之を命す

幹事は会長の指揮を承け庶務を整理し臨時命を受け第一条に掲くる事項の調査に従事す

第六条　調査会に書記を置く内務大臣之を命す

書記は上司の指揮を承け庶務に従事す

附　則

本令は公布の日より之を施行す

明治三十九年勅令第五十三号日本薬局方官制は之を廃止す

諸調査会等の職員旅費支給規則中日本薬局方調査会の職員に関する規定は本令に依る日本薬局方調査会に関する規定とす

昭和 13 年 1 月厚生省が新設され，日本薬局方調査会は内務大臣から厚生大臣の監督に属することになった．昭和 23 年 7 月に法律第 197 号をもって薬事法が新たに改正公布され，同法第 61 条によって，昭和 10 年勅令第 274 号日本薬局方調査会官制は廃止され，同法に基づいて薬事委員会を設立し同委員会内に公定書小委員会が設置され，公定書すなわち日本薬局方及び国民医薬品集並びにそれらの追補に関する原案を厚生大臣に提出する機関として新たに発足することになった．また同法第 30 条に基づき，ここに厚生大臣は公定書を発行し公布することになった．

第五改正日本薬局方を発布したのち，改正されたものは次のとおりである．

昭和 7 年 10 月内務省令第 34 号，試薬稀硝酸中改正の件．昭和 8 年 12 月内務省令第 50 号，一般試験法中改正の件並びに葛澱粉の条中改正の件ほか 4 件及び定規液十分定規チオ硫酸ソーダ液中改正の件．昭和 11 年 7 月内務省令第 18 号，ベタナフトールの条中改正の件及び劇薬表中改正の件．昭和 12 年 5 月内務省令第 20 号，乳酸の条中改正の件ほか 21 件．昭和 13 年 6 月厚生省令第 9 号，ホルマリン石鹸液の条中改正の件ほか 5 件．昭和 14 年 8 月厚生省令第 27 号，一般試験法中改正の件並びにアセトンの条中改正の件ほか 103 件，常備薬表，毒薬表及び劇薬表中改正の件，アセタルゾールほか 63 件追加の件及びキナ酒ほか 1 件削除の件．昭和 16 年 12 月厚生省令第 55 号，凡例中 5 項目追加の件，一般試験法中改正の件並びにアセトアニリードの条中改正の件ほか 166 件及び劇薬表中改正の件，甘藷澱粉ほか 4 件追加の件及びゲンチアナエキス削除の件．昭和 17 年 11 月厚生省令第 57 号，凡例中改正の件並びにクレゾールの条中改正の件外 14 件及び常備薬表中改正の件，アセトスルファミンほか 4 件追加の件及びクレゾールほか 3 件削除の件．昭和 18 年 11 月厚生省令第 49 号，白糖の条中改正の件ほか 1 件．昭和 19 年 4 月厚生省令第 15 号，凡例中改正の件，一般試験法中改正の件並びにアセタルゾールの条中改正の件ほか 84 件及び試薬中改正の件，玉蜀黍澱粉ほか 25 件追加の件及び塩酸キニーネ丸ほか 3 件削除の件．昭和 19 年 9 月厚生省令第 32 号，塩化カルシウムの条中改正の件ほか 2 件，硫酸コデインほか 2 件追加の件，ルゴール液削除の件及びアミノ安息香酸エチルほか 23 件別名追加の件．昭和 20 年 3 月厚生省令第 8 号，イヒチオール坐剤の条中改正の件ほか 10 件及び消毒用アルコールほか 1 件追加の件．昭和 21 年 3 月厚生省令第 13 号，ビタミン C 末の条中改正の件ほか 3 件及びヅルチン追加の件．昭和 21 年 6 月厚生省令第 27 号，常備薬表中改正の件．昭和 21 年 10 月厚生省令第 44 号，ビタミン B1 注射液の条中改正の件．昭和 22 年 1 月厚生省令第 3 号，リゾールの条中改正の件ほか 2 件．昭和 23 年 5 月厚生省令第 15 号，ビタミン B1 液の条中改正の件ほか 8 件．

昭和 10 年 9 月日本薬局方調査会官制の改正公布に伴い会長池口慶三はその任を解かれ，慶松勝左衛門が代わって会長に命ぜられた．委員も相当の変動があり，また，以後委員は沈滞を更新するために現職主義を採用した．昭和 22 年 5 月会長慶松勝左衛門はその任を解かれ，昭和 22 年 10 月緒方章が代わって会長に任命された．昭和 23 年 10 月日本薬局方調査会が廃止され，新たに薬事委員会内に公定書小委員会が設立され委員長に緒方章が推挙された．

昭和 7 年 6 月第五改正日本薬局方を発布したのち，昭和 23 年 10 月に日本薬局方調査会を廃止するまでにその調査に従事した職員氏名は次のとおりである．

会　長	池口慶三	慶松勝左衛門	緒方　章	
委　員	淺野三千三	朝比奈泰彦	東　龍太郎	石館守三
	磯野周平	岡田文秀	落合英二	柿沼昊作
	勝俣　稔	加藤於兎丸	神林　浩	亀山孝一
	刈米達夫	北島多一	衣笠　豊	栗本庸勝
	小泉親彦	近藤平三郎	小林芳人	坂口康蔵
	澤　重民	柴田桂太	島薗順次郎	清水寅次
	菅澤重彦	高木誠司	高橋三郎	高橋新一郎
	高橋酉蔵	田口文太	田中肥後太郎	田宮猛雄
	田村憲造	鶴田禎次郎	中野太郎	灘尾弘吉
	西崎弘太郎	西野忠次郎	狭間　茂	畑　忠三
	服部健三	林　信夫	林　春雄	藤田直市
	保利信明	町口英三	松尾　仁	三浦謹之助
	三木良英	三田村篤志郎	宮川米次	山口誠太郎

	渡邊又治郎			
臨時委員	阿部勝馬	池田文治	石尾正文	落合亀太郎
	今野運治	佐々木隆興	篠田淳三	清水藤太郎
	杉井善雄	村山義温	湯淺武孫	
幹事	井川俊一	石福覺治	伊藤幹愛	江本龍雄
	大岡増二郎	小川俊太郎	掛見喜一郎	加藤貞武
	神谷秀夫	上尾庄次郎	川崎近太郎	木村忠二郎
	熊谷洋	黒野吾市	慶松一郎	酒井威
	坂上米次	清水辰太	白松喜久代	白松篤樹
	椙山庸吉	田邊左門	寺田安一	長澤佳熊
	野間正秋	原一郎	日南田義治	福地言一郎
	宮田為益	村原正直	百瀬勉	森喜一
	山口一孝	米田喜一郎		

昭和 7 年 6 月に公布した第五改正日本薬局方は発布以来実に 18 年を経過し，前述のとおりこの間に前後 16 回の改正が行われた．その間，薬局方の全面的改正の必要があったが，当時戦時下の国情は到底実現の困難なものであった．従って昭和 14 年及び昭和 19 年に行われた改正は，収載医薬品も 658 品から 758 品に増加され，改正の事項もはなはだ多岐にわたり，本質的には改版に等しいものであった．その後の科学の進歩発達，新医薬品の発見発明は治療界に画期的な影響を与え，昭和 20 年第二次世界大戦の終結とともに，わが国においても急速に医薬品の変貌を見るに至ったので，これに応じてわが国の薬局方も全面的改正の必要に迫られた．ことにわが国に重大な関係のあるアメリカ合衆国薬局方は，1947 年に改正されたので，昭和 22 年 5 月日本薬局方調査会は第六次改正を行うことを議決し，同年 7 月この新薬局方を範として調査に関する全般の大方針を決定するに至った．また組織についても広く知識を結集して調査の万全を期する目的で，総括，有機，無機，生薬，製剤，血清ワクチン及び試薬の各部会を設置し，有機，無機，生薬及び製剤の各部会は更に第一部会（東京）及び第二部会（関西）に分けて結成し，部会長及び部員の任命を行い，これを運営する大綱を定め，直ちに具体的調査に着手した．このようにして昭和 22 年 7 月改版に従事してから昭和 25 年 8 月に至るまで 3 年 1 箇月の間，委員会 5 回，総合連絡会 4 回，総括部会 116 回，有機第一部会 42 回，有機第二部会 51 回，無機第一部会 21 回，無機第二部会 37 回，生薬第一部会 41 回，生薬第二部会 65 回，製剤第一部会 56 回，製剤第二部会 39 回，血清ワクチン部会 20 回及び試薬部会 20 回を開催し全編の改正を終了した．これより先，厚生省設置法の施行に伴う関係法令の整理に関する法律（昭和 24 年法律第 154 号）により，薬事法の一部を改正し，薬事委員会は薬事審議会と改め，緒方章引き続き会長の任に当たり，公定書小委員会は公定書小審議会と改称して引き続き調査に従事し，昭和 25 年 10 月薬事審議会の議決を経て原案を厚生大臣に提出した．厚生大臣は昭和 26 年 3 月厚生省告示第 31 号をもって，第六改正日本薬局方として公布した．この改正において新たに収載したもの 141 品，削除したもの 243 品，収載品目は 634 品であった．

第六改正日本薬局方に従事した者は次のとおりである．

公定書小審議会

委員長	緒方章			
委員	東龍太郎	阿部勝馬	石館守三	大塚一矩
	落合英二	尾隠山秀雄	柿沼昊作	柿沼三郎
	刈米達夫	木村康一	木村雄四郎	桑田智
	慶松一郎	小島三郎	小林芳人	近藤龍
	清水藤太郎	菅澤重彦	高木誠司	高橋酉蔵
	竹内甲子二	辰濃尚次郎	田中丑雄	田宮猛雄
	中村敬三	西野忠次郎	野口敬身	畑忠三
	福地言一郎	不破龍登代	松尾仁	村山義温
	矢野潔			
部会長	入江七平	柿沼三郎	刈米達夫	木村康一
	木村雄四郎	桑田智	小島三郎	近藤龍
	清水藤太郎	高木誠司	畑忠三	
部員	青木大	石井基一	石川正雄	石津一貫

石福覺治	石正茂太郎	市川重春	伊藤四十二
今井統雄	上尾庄次郎	植田高三	上田武雄
浮田忠之進	歌橋均也	宇野豊三	梅澤濱夫
江本龍雄	大岡増二郎	大島寅彦	岡崎文二
小川俊太郎	尾隠山秀雄	掛見喜一郎	笠木顯治
加藤貞武	鐘ヶ江久	川崎近太郎	熊谷洋
栗原廣三	黒田辰一郎	慶松一郎	河内善一郎
木島正夫	小林勘次郎	西海枝東雄	酒井威
坂上米次	坂口武一	櫻井喜一	澤田弘
柴田承二	嶋田玄彌	嶋野武	下澤剛
下村孟	椙山庸吉	鈴木友二	関沢剛
千秋三郎	高木敬次郎	高橋眞太郎	竹内甲子二
田中穣	田邊尚文	田邊普	塚元久雄
津田恭介	筒井清	恒松不二雄	富樫英一
富本苞	長澤佳熊	長瀬雄三	中野勇
中村敬三	中村多蔵	長友浪夫	西大路隆憲
丹羽貴知蔵	野上壽	橋本昶	原一郎
日南田義治	桧山實	平山久雄	福沢壽
福地言一郎	福見秀雄	藤田宇三郎	藤田路一
不破龍登代	星野誠	堀井善一	三堀三郎
百瀬勉	矢追秀武	柳生正見	山本克己
山岸晃	山口一孝	山本隆一	和氣勤
渡邊厚	渡邊武		

第六改正日本薬局方公布後，追補をもって，改正及び追加されたものは次のとおりである．

昭和 26 年 12 月厚生省告示第 281 号，緒言中改正の件，通則中改正の件及び通則第 49 項追加の件，亜鉛華の条中改正の件ほか 167 件，製剤総則中改正の件，一般試験法中改正の件，1949 年万国原子量表中改正の件，INDEX NOMINUM 中改正の件並びに日本名英名対照表中改正の件．昭和 27 年 8 月厚生省告示第 223 号，常水基準及びブドウ酒基準追加の件並びに一般試験法中試薬及び容量分析用標準液に一部追加の件．昭和 28 年 10 月厚生省告示第 319 号，安息香酸ナトリウムの条中改正の件ほか 22 件及び常水基準中改正の件．昭和 30 年 3 月厚生省告示第 64 号，通則中改正の件，アヘン末の条中改正の件ほか 37 件，塩酸オキシテトラサイクリンの条ほか 3 条追加の件，塩酸ストレプトマイシンの条ほか 10 条削除の件，ブドウ酒基準中改正の件，製剤総則中改正の件及びエリキシル剤の項ほか 2 項目追加の件並びに一般試験法中改正の件，吸光度測定法の項ほか 6 項目及び試薬，試液，指示薬，容量分析用指示薬試液，容量分析用標準液に一部追加の件．昭和 30 年 12 月厚生省告示第 392 号，通則中改正の件，インシュリン注射液の条中改正の件，製剤総則中改正の件及び一般試験法中改正の件．昭和 31 年 12 月厚生省告示第 379 号，アセタルゾールの条中改正の件ほか 25 件，注射用アルゼノベンゾールナトリウムの条ほか 4 条追加の件，常水基準中改正の件，製剤総則中改正の件並びに一般試験法中改正の件及び試薬，試液に一部追加の件．昭和 33 年 5 月厚生省告示第 143 号，アルコールの条中改正の件ほか 16 件，ジキタリス末の条追加の件及び一般試験法中改正の件．昭和 34 年 11 月厚生省告示第 339 号，カオリンの条中改正の件ほか 10 件，製剤総則中改正の件及び一般試験法中改正の件．

この間，薬事審議会は，審議会等の整理等のための厚生省設置法等の一部を改正する法律（昭和 26 年法律第 174 号）により，薬事法の一部を改正し，公定書小審議会は公定書部会に改められ，緒方章が引き続き部会長の任に当たった．さらに，新たに薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）の制定に伴い，薬事審議会は中央薬事審議会と改め，公定書部会は日本薬局方部会と改称し，部会長緒方章が引き続きこの任に当たった．また，同法附則第 8 条の規定により，第六改正日本薬局方及び第二改正国民医薬品集はそれぞれ日本薬局方第一部及び日本薬局方第二部とみなすこととなった．

第六改正日本薬局方を昭和 26 年 3 月公布したのち，医薬品の急激な進歩，試験法の発達などの情勢に伴い，日本薬局方の全面的改正の必要を生じ，薬事法第 30 条（昭和 23 年法律第 197 号）の規定により，薬事審議会は厚生大臣の諮問に応じて第七次改正日本薬局方の作成に着手することになった．しかし，当時，追補及び第二改正国民医薬品集の作成にもっぱら当たっていたので，昭和 30 年 3 月第二改正国民医薬品集の改正終了とともに，引き続き直ちに第七次改正日本薬局方の調査に着手した．まず，同年 9 月組織及びその改正の方針を決定した．組織については大改正の調査に万全を期する目的で，東西連絡会，関東総括部会，関西総括部会，関東及び関

西の生薬部会，同じく製剤部会の各専門部会を順次結成し，さらに特殊専門部会として，分析小委員会及び薬用量小委員会を設け，それぞれ部会長及び調査員を委嘱した．こうして昭和 30 年に改正に着手してから昭和 36 年 3 月までの間，公定書部会 4 回，東西連絡会 4 回，関東総括部会 58 回，関西総括部会 35 回，関東生薬部会 49 回，関西生薬部会 38 回，関東製剤部会 36 回，関西製剤部会 37 回，分析小委員会 70 回，薬用量小委員会 9 回を開催し，全編の調査を終了した．なお，原案の作成については東京医薬品工業協会技術委員会及び大阪医薬品協会技術研究委員会の協力を得た．この間，薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）の制定により，同法第 41 条の規定に従って第六改正日本薬局方及び第二改正国民医薬品集はそれぞれ日本薬局方第一部及び日本薬局方第二部とみなされることとなった．これにより本改正は第七改正日本薬局方第一部として，昭和 36 年 3 月 23 日薬事審議会の議決を経て，原案を厚生大臣に答申した．厚生大臣は昭和 36 年 4 月 1 日厚生省告示第 76 号をもって，第七改正日本薬局方として公布した．この改正において新たに収載したもの 177 品，改正前の日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 379 品，改正前の日本薬局方第二部から転載したもの 207 品で全収載品目数は 763 品である．なお，改正前の日本薬局方第一部から日本薬局方第二部に移したものは 195 品で，また，削除したもの（日本薬局方外医薬品となったもの）は 74 品である．

第七改正日本薬局方第一部の調査改正に従事した者は次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	緒方　章			
委員	秋谷七郎	阿部勝馬	石館守三	一丁田健一
	伊藤四十二	牛丸義留	大岡増二郎	大久保義夫
	大塚一矩	掛見喜一郎	刈米達夫	木村雄四郎
	熊谷　洋	小林芳人	菰田太郎	清水藤太郎
	高木誠司	高田浩運	高田正己	長澤佳熊
	中村敬三	野上　壽	畑　忠三	日南田義治
	福地言一郎	不破龍登代	美甘義夫	森本　潔
	山本展由			
臨時委員	上尾庄次郎	加藤貞武	木村康一	桑田　智
	中野　勇			

日本薬局方調査会

部会長	青木　大	掛見喜一郎	木村康一	木村雄四郎
	酒井　威	長澤佳熊	不破龍登代	
調査員	青木　大	朝比奈晴世	朝比奈正人	天野栄三
	石川正雄	池田良雄	市川重春	板井孝信
	井上康治	井上隆夫	今関和泉	岩田泰宏
	印藤元一	上尾庄次郎	植田卯太郎	植田高三
	上田栄一	上田武雄	宇野豊三	梅澤濱夫
	江本龍雄	近江岸隆太郎	緒方　章	小川俊太郎
	奥田拓男	奥田　治	太田健郎	掛見喜一郎
	勝井五一郎	加藤貞武	加藤保孝	鎌田　勝
	刈米達夫	川畑秀信	北野　茂	木村康一
	木村雄四郎	木本頼三郎	桑田　智	小泉聿郎
	河内善一郎	郡　定之	小島三郎	木島正夫
	小林幸衛	菰田太郎	坂井節雄	酒井　威
	櫻井喜一	櫻井欽夫	佐野恒一	沢田　弘
	澤田義人	清水藤太郎	嶋田玄彌	下澤　剛
	下村　孟	柴田承二	椙山庸吉	鈴木友二
	高木敬次郎	高木誠司	高橋眞太郎	高村　豊
	滝戸道夫	田久保敬男	武田健一	武田義道

田島博明	田中穣	田村善蔵	辻智道
恒松不二夫	高樫英一	富本苞	長澤佳熊
長瀬雄三	中野勇	中村正夫	野上壽
野崎泰彦	能登武治	橋本庸平	秦清之
畑忠三	桧山実	福沢壽	福地言一郎
藤井正道	藤田路一	藤永善作	古谷力
不破龍登代	星野誠	松岡敏郎	松本郁男
水谷清	水沼清	宮崎順一	森島迪
森川利秋	諸江辰男	八木弥助	山岡静三郎
山本展由	山口一孝	横山復次	吉川俊夫
吉田英寛	吉田正信	渡辺厚	渡辺武
和田義晶			

第七改正日本薬局方第二部は薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条の規定に基づき，昭和 36 年 4 月厚生省告示第 76 号をもって公布されたが，同法第 41 条第 2 項に「第二部には，主として混合製剤及びその原薬たる医薬品を収める」と規定されているので，その趣旨に従い第六改正日本薬局方から 195 品，第二改正国民医薬品集から 269 品計 464 品が選定された．しかしながら当時は薬事法の公布に伴い日本薬局方第一部の制定に専念していたため，その改定はのちに行うこととし，とりあえず品目の選定だけが行われた．従って同じ日本薬局方でありながら第一部と第二部では表現の方法が異なるほか，通則，製剤総則，一般試験法が異なるという矛盾が生じたため，早急にこれらを統一する必要がおきたのである．このような状況から昭和 36 年 12 月厚生大臣は中央薬事審議会に対し，第二部改定の可否に関する諮問を行い，同審議会は同年 12 月 18 日，日本薬局方部会を開催して改定を行うべきことを議決し，これらを調査審議するための組織及び改定方針の決定を行った．改定方針としてはまず表現方法を第一部に統一することとし，内容については必要やむを得ない事項のみを改定することとした．次にこれらを審議する組織としては常任調査部会，化学薬品調査部会，生薬調査部会，製剤調査部会及び特殊専門調査部会の 5 調査部会が設けられた．その後 35 回におよぶ調査部会の審議を経て原案が厚生大臣に答申され，昭和 37 年 12 月厚生省告示第 416 号をもって第二部を改定公示したが，この改定において削除したものは日本ケイ皮及びショウキョウシロップの 2 品，新たに収載したものはイクタモール軟膏，オレイン酸，石ケン・カンフルリニメント及び炭酸水素カリウムの 4 品で，計 466 品が収載されたのである．

しかるに以上の改定においてはその改定方針にも示されているように表現方法を第一部に統一することに止め，品目の改廃をほとんど行わなかったため，日進月歩の医薬品業界の実態に沿うような新しい第二部の作成が強く望まれたのである．

このような事情から昭和 38 年 2 月 22 日，日本薬局方部会で，昭和 40 年度に第二部の全面的な改定を行うべきことが議決され，さらに日本薬局方調査会総合調査部会（常任調査部会を改称）において改定方針が審議された．すなわち，その収載基準は薬事法第 41 条第 2 項の規定に従うことは勿論であるが，これが参考に資するため，現行第二部に収載している医薬品の使用頻度調査及び削除あるいは新たに収載を希望する品目の調査を行うこと，また命名小委員会を設置して正名の検討を行うことが議決された．

昭和 38 年 12 月厚生省は日本公定書協会に対し第二部収載医薬品の使用頻度調査の実施方を依頼し，同協会は病院 2,099 件，薬局 2,165 件，医薬品製造業者 910 件，生薬取扱業者 94 件を対象とし，昭和 37 年 1～12 月を調査対象期間としてこの調査を実施した．さらに同協会は，使用頻度調査と併行して日本医師会等関係諸団体の品目改廃と新収載希望品目の調査を実施し，それらの結果が昭和 39 年 3 月厚生省薬務局長に報告があった．その結果を参考とし，3 回におよぶ総合調査部会で検討されたのち，収載予定品目を選定，引き続き昭和 40 年 2 月 17 日中央薬事審議会日本薬局方部会，同年 3 月 23 日同常任部会に上程，審議議決されて収載全品目が厚生大臣に答申された．

この答申に基づき各調査部会では原案作成の審議が開始され，化学薬品調査部会 60 回，製剤調査部会 14 回，生薬調査部会 48 回が開催され，その間必要の都度特殊専門調査部会の調査員が出席して油類等の検討が行われるとともに，命名小委員会で名称の統一が行われるなど，ここに収載全品目の調査審議が終了したのである．

その後，総合調査部会における総括審議を経て，昭和 40 年 12 月 18 日，中央薬事審議会日本薬局方部会，昭和 41 年 2 月 7 日，常任部会に上程，審議議決されて原案が厚生大臣に答申された．

この答申に基づき旧第二部から継続収載されたもの 270 品，削除されたもの 196 品，新たに収載されたもの 103 品で，計 373 品が収載された．

第七改正日本薬局方第二部の調査改正に従事した者は次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	刈米達夫			
委員	秋谷七郎	阿部勝馬	伊藤四十二	石館守三
	板井孝信	大久保義夫	大塚一矩	掛見喜一郎
	春日正隆	熊谷洋	鈴木誠太郎	杉山不二
	中村敬三	野上壽	不破龍登代	山本展由
臨時委員	一丁田健一	服部順五	福地言一郎	

日本薬局方調査会

部会長	刈米達夫	櫻井喜一	下村孟	山本展由
調査員	青木大	池田良雄	板井孝信	井上康治
	井上隆夫	井上哲男	今関和泉	印藤元一
	上野高正	宇野豊三	江島昭	榎本栄司
	掛見喜一郎	刈米達夫	木村康一	久保文苗
	桑野重昭	河内善一郎	郡定之	木島正夫
	櫻井喜一	櫻井寛	澤田弘	清水藤太郎
	下村孟	鈴木郁生	鈴木誠太郎	高橋眞太郎
	谷村顕雄	田村善蔵	辻章夫	都筑新太郎
	長瀬雄三	中山巌	永山芳男	名取信策
	西本和光	野上壽	長谷川淳	服部順五
	福地言一郎	不破龍登代	松井宣也	山口一孝
	山本展由	吉田文三	吉村淳	

第七改正日本薬局方第一部公布後，改正及び追加されたものは，次のとおりである．

昭和 37 年 12 月 1 日厚生省告示第 416 号，リン酸リボフラビンの条中改正の件及び一般試験法中改正の件．昭和 38 年 4 月 6 日厚生省告示第 176 号，アセチルサリチル酸の条中改正の件ほか 5 件，一般試験法中改正の件及び試薬，試液，容量分析用標準液中追加の件．昭和 38 年 11 月 29 日厚生省告示第 540 号，アセチルサリチル酸の条中改正の件ほか 35 件，一般試験法中改正の件及び試薬，試液中追加の件．昭和 40 年 5 月 28 日厚生省告示第 295 号，アセチルサリチル酸の条中改正の件ほか 30 件，一般試験法中改正の件及び容量分析用標準液中追加の件．昭和 44 年 8 月 11 日厚生省告示第 276 号，エリスロマイシンの条中改正の件ほか 29 件及び硫酸コリスチンの条ほか 1 条追加の件．昭和 44 年 12 月 20 日厚生省告示第 403 号，カンフルの条中改正の件ほか 3 件改正の件．

昭和 41 年 4 月 1 日厚生省告示第 163 号をもって第七改正日本薬局方第二部が改正されたが，第二部改正の終了時には，既に第七改正日本薬局方の全面改正を検討すべき時期を迎えており，昭和 41 年 4 月厚生大臣は薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 3 項の規定に基づき，日本薬局方の改定について中央薬事審議会に諮問した．同審議会は同年 9 月日本薬局方部会を開催し，改正作業を円滑に行うため，年度別の審議日程及び収載基準などの基本的改正方針並びに調査組織として総合調査部会，化学薬品調査部会，生薬等調査部会，製剤調査部会，特殊専門調査部会，収載品目検討小委員会，標準品小委員会，命名小委員会，一般試験法小委員会，手引小委員会の 5 調査部会，5 小委員会からなる日本薬局方調査会の設置を決定した．

一方において同部会は，日本薬局方の改正について昭和 42 年 5 月とりあえず次のような意見書を作成し，同年 6 月常任部会に上程，審議議決を経て，厚生大臣に答申した．

日本薬局方の改定についての意見

近年の急激な医薬品の進歩，試験方法の発達する情勢に対処し，また諸外国の薬局方に見られるように，日本薬局方を時代に即応したものとするため，抜本的な改革を実施するよう，下記の意見を答申する．

記

1．日本薬局方は医薬品の試験規格にとどまらず，医薬品全般にわたっての参考事項も収載し，医師，歯科医師，薬剤師，獣医師等医薬関係者に広く活用できるよう配慮されること．

2．日本薬局方の改定にあたって，その円滑化と実用面の便宜化を考慮し，第一部，第二部の改定が同時に行なえるよう配慮される

こと.

3. 日本薬局方の改定期間について，近代の医学，薬学の急速な進歩に対応させる改定が必要であるので，その改定期間を少なくとも5年をめどとすること.

4. 日本薬局方の改定を円滑適切に実施できるようにするため，予算，人員等の確保による改定体制の整備を図られること.

付記　将来の日本薬局方の制定方式については，権威ある団体において作成したものを，厚生大臣が日本薬局方として承認する制度を検討されたい.

日本薬局方調査会は，まず薬局方記載の手引を作成するとともに収載品目の選定を行い，順次，総則関係，医薬品各条へと審議を進めた．その後，更に審議の円滑化を促進するため，調査会組織を改組し，一般試験法小委員会に標準品小委員会を含めて通則・一般試験法調査部会と改称し，その他の小委員会をすべて調査部会と改称し，化学薬品調査部会を有機無機調査部会，ビタミン・酵素等調査部会，麻薬調査部会のそれぞれ独立した調査部会とし，またホルモン調査部会，常用量等調査部会を新設し，計 13 の調査部会に編成した．このようにして昭和46年1月までに総合調査部会8回，手引調査部会7回，収載品目検討調査部会16回，命名調査部会8回，通則・一般試験法調査部会76回，製剤調査部会54回，有機無機調査部会309回，ビタミン・酵素等調査部会126回，麻薬調査部会16回，生薬等調査部会29回，ホルモン調査部会19回，常用量等調査部会10回，特殊専門調査部会12回を開催し，原案を完成した．なお，この原案の作成に当たっては日本公定書協会，東京医薬品工業協会技術委員会及び大阪医薬品協会技術研究委員会の協力を得た．また収載品目の選定及び常用量，極量の審議に際しては日本公定書協会が行った使用頻度調査及び常用量調査の結果を参考とした．

第八改正日本薬局方第二部の同時改正については，さきに中央薬事審議会の答申においても要望されており，昭和43年8月日本薬局方調査会において，これを実施することを決定し，混合製剤の試験法の追加，試験方法の改正及び記載内容の統一を行う等の改正についての基本方針を定め，直ちに作業に着手した．このようにして第二部についての審議も第一部と並行して進められ，前記の調査部会のうち総合調査部会1回，通則・一般試験法調査部会1回，収載品目検討調査部会3回，生薬等調査部会7回，有機無機調査部会4回，特殊専門調査部会11回をこれにあてた．

この調査会原案は昭和45年11月及び昭和46年1月に開催された日本薬局方部会で審議，同年3月常任部会において可決したのち，厚生大臣に答申された．厚生大臣は昭和46年4月1日厚生省告示第73号をもって第八改正日本薬局方として公布した．

この間中央薬事審議会は昭和42年11月任期満了に伴う委員の改選を行い，刈米達夫が日本薬局方部会長の任を解かれ，石館守三が代わって部会長に互選された．昭和44年11月にも任期満了に伴う委員の改選があり，引き続き石館守三が部会長の任に当たったが，昭和45年11月石館守三が委員を辞任したため，以後，長瀬雄三が部会長を代行した．

この改正の結果，第八改正日本薬局方第一部には735品を収載し，このうち第七改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの625品（うち6品は改正前の3品をそれぞれ2品ずつに分割収載した），新たに収載したもの110品であり，第八改正日本薬局方第二部には396品を収載し，このうち第七改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの23品，同第二部から引き続き収載したもの364品，新たに収載したもの9品である．削除したものは第一部120品，第二部9品である．

第八改正日本薬局方の調査改正に従事した者は次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	石館守三	刈米達夫		
委員	秋谷七郎	阿部勝馬	池田三義	石館守三
	板井孝信	伊藤四十二	宇野豊三	大久保義夫
	大塚一矩	掛見喜一郎	春日正隆	刈米達夫
	川城巌	熊谷洋	久保文苗	小宮義孝
	小堀進	櫻井喜一	柴田承二	下村孟
	杉山不二	鈴木誠太郎	高木敬次郎	田中穣
	富田真雄	中村敬三	長瀬雄三	野上壽
	美甘義夫	不破龍登代	山本展由	柳沢謙
臨時委員	一丁田健一	川畑秀信	喜谷市郎右衛門	久万楽也
	鈴木郁生	豊田勤治	服部順五	福地言一郎

日本薬局方調査会

部会長	朝比奈晴世	朝比奈正人	板井孝信	井上哲男
	江本龍雄	櫻井喜一	下村孟	鈴木郁生
	名取信策	新延信吉	不破龍登代	山本展由
調査員	青木大	赤須通美	朝比奈晴世	朝比奈正人
	池田良雄	石井輝司	板井孝信	井上康治
	井上哲男	岩永方一	岩原繁雄	印藤元一
	上野高正	宇野豊三	浦久保五郎	榎本敦
	江本龍雄	遠藤浩良	大塚英夫	大場琢磨
	大森義仁	小野真市	小村忠之	掛見喜一郎
	勝井五一郎	加藤壽吉	河村太郎	菅野三郎
	北島尚	久保文苗	久万楽也	黒須英二
	河内敬朝	幸保文治	郡定之	木島正夫
	佐子茂	斎藤義雄	櫻井喜一	櫻井寛
	佐藤和男	澤田弘	清水藤太郎	下村孟
	杉下和夫	鈴木郁生	鈴木誠太郎	高橋眞太郎
	高松一夫	竹内節弥	竹屋康光	田部克己
	田村善蔵	辻正男	土肥忠博	豊田勤治
	名尾良憲	永井吉澄	長瀬雄三	中山巌
	名取信策	新延信吉	野上壽	橋爪六郎
	服部順五	花野学	平岡栄一	福地言一郎
	不破龍登代	穂積啓一郎	真泉平治	松井宣也
	水谷清	山本展由	山本隆一	世一義隆
	吉田文三	吉村四郎	和田俊洋	
幹事	伊東宏	江島昭	神谷庄造	川村次良
	柴崎利雄	立沢政義	谷村顕雄	西本和光
	吉村淳			

第八改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

昭和 46 年 7 月 17 日厚生省告示第 269 号，インフルエンザワクチンの条ほか 11 条の改正の件．昭和 47 年 9 月 21 日厚生省告示第 301 号，製剤総則の注射剤の項，アクリノールの条ほか 4 条及び一般試験法の改正の件．昭和 48 年 12 月 20 日厚生省告示第 330 号，アセトンの条ほか 7 条の改正の件．昭和 50 年 12 月 1 日厚生省告示第 338 号，テストステロン水性懸濁注射液の条の削減の件．

第八改正日本薬局方は，昭和 46 年 4 月 1 日厚生省告示第 73 号をもって公布されたが，近年の医薬品のめざましい発展，試験方法の急速な進歩などに対処し，日本薬局方を時代に即応したものとするため，昭和 46 年 5 月厚生大臣は薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 3 項の規定に基づき，日本薬局方の改定について中央薬事審議会に諮問した．同審議会は同年 5 月日本薬局方部会を開催し，次回改正について審議した結果，まず日本薬局方の改定の基本方針を確立するため日本薬局方調査会の一環として小委員会を設けて検討することとした．

その後，同部会は前記小委員会の策定した日本薬局方の改定方針案につき審議を重ね，日本薬局方の性格，収載品目選定の原則，収載基準，改定の時期及び改定事項並びに日本薬局方調査会の組織を内容とする日本薬局方の改定方針を作成した．

日本薬局方調査会の組織としては，前記小委員会を改称した改定方針委員会，収載品目委員会及び化学薬品委員会の 3 委員会を当初に設置したが，日本薬局方部会では更に審議の円滑化を促進するため，新たに生薬等委員会，製剤委員会，一般試験法委員会，常用量・極量委員会及び通則等委員会の 5 委員会を加え計 8 委員会を編成して改定に当たった．

また，第九改正日本薬局方の改定時期は昭和 47 年 6 月に開催の日本薬局方部会において，昭和 51 年 4 月を目標とすることが定められ，各調査会では直ちに原案作成を開始した．

このようにして昭和 51 年 1 月までに，改定方針委員会 11 回，収載品目委員会 20 回，化学薬品委員会 55 回，生薬等委員会 24 回，製剤委員会 12 回，一般試験法委員会 18 回，常用量・極量委員会 11 回，通則等委員会 4 回を開催し，原案を完成した．なお，原案の作成に当たっては日本公定書協会，東京医薬品工業協会技術委員会，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京生薬協会，大阪生薬協会等

の協力を得た．また，収載品目の選定並びに常用量及び極量の審議に際しては日本公定書協会及び日本病院薬剤師会が行った使用頻度調査及び常用量調査の結果を参考とした．

この調査会原案は，昭和 50 年 7 月及び昭和 51 年 2 月に開催された日本薬局方部会で審議，同年 3 月常任部会に上程，審議可決した後，厚生大臣に答申され，厚生大臣は昭和 51 年 4 月 1 日厚生省告示第 44 号をもって第九改正日本薬局方として公布した．

この間中央薬事審議会は昭和 46 年 11 月任期満了に伴う委員の改選を行い，長瀬雄三が部会長に互選された．その後，昭和 48 年 11 月及び昭和 50 年 11 月にも任期満了に伴う委員の改選があり，引き続き長瀬雄三が部会長の任に当たった．

この改正の結果，第九改正日本薬局方第一部には 531 品を収載し，このうち第八改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 422 品，同第二部から引き続き収載したもの 21 品，新たに収載したもの 88 品であり，第九改正日本薬局方第二部には 515 品を収載し，このうち第八改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 172 品，同第二部から引き続き収載したもの 305 品，新たに収載したもの 38 品である．削除したものは第一部 140 品，第二部 70 品である．

第九改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	長瀬雄三			
委員	秋谷七郎	板井孝信	井上哲男	上野高正
	宇野豊三	川城巌	熊谷洋	小堀進
	櫻井喜一	下村孟	鈴木郁生	関根永滋
	高木敬次郎	津田恭介	長瀬雄三	美甘義夫
	柳沢謙	米村壽男		
臨時委員	一丁田健一	河村俊	喜谷市郎右衛門	久万楽也
	田村善蔵	服部順五		

日本薬局方調査会

委員長	井上哲男	上野高正	川村次良	木島正夫
	櫻井喜一	下村孟	鈴木郁生	名取信策
調査員	朝比奈正人	荒森岩樹	一丁田健一	井上哲男
	今関和泉	岩崎由雄	岩永方一	印藤元一
	上野高正	宇野豊三	梅澤修	浦久保五郎
	江島昭	江本龍雄	太田長世	大場琢磨
	大森義仁	勝井五一郎	川田裕溢	川村次良
	河村太郎	北島尚	久万楽也	倉田浩
	幸保文治	木島正夫	小松曼耆	斎藤義雄
	櫻井喜一	佐子茂	佐藤和男	柴崎利雄
	下村孟	杉下和夫	鈴木郁生	瀬崎仁
	滝谷昭司	田村善蔵	名尾良憲	仲井由宣
	永井吉澄	永田耕一	名取信策	西川洋一
	西崎笹夫	花野学	堀岡正義	増川健二
	松井宣也	松本茂	水谷清	村山智
	持田研秀	米田該典		
幹事	石関忠一	大野昌子	木村俊夫	立沢政義
	西本和光			

第九改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

昭和 51 年 11 月 9 日厚生省告示第 292 号，アミノフィリンの条ほか 24 条の改正の件及び塩酸モロキシジンの条の削除の件．昭和 52 年 8 月 1 日厚生省告示第 198 号，スルファメトキサゾールの条ほか 12 条及び一般試験法の改正の件並びにホモスルファミン・ケイ酸アルミ散の条の削除の件．昭和 53 年 5 月 2 日厚生省告示第 92 号，アセトヘキサミドほか 15 条の改正の件．昭和 54 年 3 月 13 日厚生省告示第 26 号，アミノピリン及びピラビタールの条の改正の件並びにピラビタール錠の条ほか 5 条の削除の件．昭和 54 年 8 月 1 日厚

生省告示第 139 号，一般試験法の改正の件．昭和 55 年 6 月 10 日厚生省告示第 102 号，塩酸パパベリンほか 3 条の改正の件．

第九改正日本薬局方は，昭和 51 年 4 月 1 日厚生省告示第 44 号をもって公布されたが，医薬品の急速な進歩及び試験法の発達する情勢に対処し，日本薬局方を時代に即したものとするため，検討にかなりの期間を要することを考慮して，第九改正日本薬局方の公布直後である昭和 51 年 6 月 1 日，厚生大臣は薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 3 項の規定に基づき，日本薬局方の改定について中央薬事審議会に諮問した．同審議会は同年 7 月日本薬局方部会を開催し，次回改正について審議した結果，日本薬局方の性格，収載品目選定の原則，収載基準，改定の時期及び改定事項並びに日本薬局方調査会の組織を内容とする日本薬局方の改定方針を決定した．

日本薬局方調査会の組織としては，総合調査部会，収載品目調査部会，化学薬品調査部会，生薬等調査部会，製剤調査部会，一般試験法調査部会，常用量・極量調査部会及び名称等調査部会の 8 調査部会が設置された．また，第十改正日本薬局方の改定時期は昭和 56 年 4 月を目標とすることが定められ，各調査部会では直ちに原案作成を開始した．

その後，昭和 54 年 10 月の薬事法の一部改正により，日本薬局方医薬品についても承認制が導入されたことに伴い，常用量の取扱いについて昭和 55 年 2 月に開催された日本薬局方部会において審議した結果，第十改正日本薬局方においては，常用量の項目を削除することを決定した．

このようにして昭和 56 年 1 月までに，総合調査部会 14 回，収載品目調査部会 13 回，化学薬品調査部会 48 回，生薬等調査部会 16 回，製剤調査部会 19 回，一般試験法調査部会 22 回，名称等調査部会 6 回，常用量・極量調査部会 6 回を開催し，原案を完成した．なお，原案の作成に当たっては日本公定書協会，東京医薬品工業協会技術委員会，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京生薬協会，日本生薬連合会等の協力を得た．また，収載品目の選定及び極量の審議に際しては日本公定書協会及び日本病院薬剤師会の協力を得た．

この調査会原案は，昭和 56 年 1 月に開催された日本薬局方部会で審議，同年 2 月常任部会に上程，審議可決した後，厚生大臣に答申された．

この間中央薬事審議会は昭和 52 年 1 月長瀬雄三が委員を辞任したため，下村孟が部会長を代行した．昭和 52 年 11 月任期満了に伴う委員の改選を行い，下村孟が部会長に互選され，昭和 54 年 11 月にも任期満了に伴う委員の改選があったが，引き続き下村孟が部会長の任に当たった．

この改正の結果，第十改正日本薬局方第一部には 539 品を収載し，このうち第九改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 490 品，新たに収載したもの 49 品であり，第十改正日本薬局方第二部には，477 品を収載し，このうち第九改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 1 品，同第二部から引き続き収載したもの 465 品，新たに収載したもの 11 品である．削除したものは第一部 38 品，第二部 44 品である．

第十改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	下村　孟	長瀬雄三		
委員	板井孝信	井上哲男	上野高正	宇野豊三
	江島　昭	大森義仁	川村次良	熊谷　洋
	幸保文治	小堀　進	櫻井喜一	下村　孟
	鈴木郁生	瀬崎　仁	高木敬次郎	田村善蔵
	鶴藤　丞	名尾良憲	長瀬雄三	名取信策
	福見秀雄	村田良介	美甘義夫	柳沢　謙
	米村壽男			
臨時委員	淺井康宏	杉下和夫	永瀬一郎	西本和光

日本薬局方調査会

委員長	井上哲男	江島　昭	大森義仁	川村次良
	鈴木郁生	名取信策	西本和光	
調査員	淺井康宏	阿部千一	井上哲男	岩崎由雄
	印藤元一	梅澤　修	浦久保五郎	江島　昭
	江本龍雄	大場琢磨	大森義仁	岡田　稔
	勝井五一郎	神谷庄造	川村次良	河村太郎
	北島　尚	倉田　浩	幸保文治	佐子　茂

	斎藤義雄	櫻井　寛	鮫島政義	柴崎利雄
	清水直容	下村裕子	杉浦　衛	杉下和夫
	鈴木郁生	瀬崎　仁	滝谷昭司	田窪栄一
	谷村愈徳	田村善蔵	永井吉澄	中島栄一
	永瀬一郎	永田耕一	名取信策	西川洋一
	西本和光	花野　学	原田宏吉	穂積啓一郎
	松井宣也	村山　智	持田研秀	米田該典
幹　事	石関忠一	大野昌子	木村俊夫	鯉淵昌信
	佐竹元吉	立沢政義	義平邦利	

第十改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

昭和 57 年 12 月 15 日厚生省告示第 209 号，アモキシシリンの条ほか 19 条の改正の件，インスリン亜鉛水性懸濁注射液の条ほか 2 条の改正の件及びメピリゾールの条の改正の件．昭和 59 年 6 月 28 日厚生省告示第 101 号，注射用コルチコトロピンの条ほか 2 条の削除の件．昭和 60 年 8 月 22 日厚生省告示第 131 号，ホウ酸・亜鉛華軟膏の条ほか 3 条の削除の件．

第十改正日本薬局方は昭和 56 年 4 月 1 日厚生省告示第 49 号をもって公布されたが，近年の医学･薬学の著しい進歩に対応するため，公布直後の同年 6 月 2 日，厚生大臣は薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 3 項の規定に基づき，日本薬局方の改定について中央薬事審議会に諮問した．同審議会はこれに基づき，同年 7 月に日本薬局方部会を開催し，審議の結果第十一改正日本薬局方の性格，収載品目選定の原則，改正事項及び改正の時期並びに日本薬局方調査会の組織を内容とする改定方針を決定した．

収載品目選定の原則は医療上の必要性，繁用度及び使用経験等から検討し，医療上重要と認められる医薬品であり，かつ，性状，品質が規定できるものとされ，改定の時期は昭和 61 年 4 月を目標とすることとされた．また，日本薬局方調査会の組織は総合委員会，収載品目委員会，化学薬品委員会，生薬等委員会，製剤委員会，一般試験法委員会，名称等委員会及び極量委員会の 8 委員会とし，必要に応じ，生薬等委員会に生薬等小委員会を設置することとされた．

各委員会は改定方針に基づき，収載品目，製剤総則，試験法，極量等について改正の審議を開始した．昭和 58 年 2 月に収載品目を選定するため，使用頻度に関する調査を，また，昭和 60 年 4 月に収載品目の極量を設定するため，投与量に関する調査を全国の主要な医療機関を対象に実施し，この結果を審議の基礎資料とした．

昭和 61 年 1 月までに，日本薬局方調査会は総合委員会 5 回，収載品目委員会 10 回，化学薬品委員会 41 回，生薬等委員会 24 回，製剤委員会 12 回，一般試験法委員会 12 回，名称等委員会 4 回，極量委員会 3 回，生薬等小委員会 2 回を開催し，改正原案を完成した．なお，改正原案の作成に当たっては，東京医薬品工業協会技術委員会，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京生薬協会，日本生薬連合会，日本病院薬剤師会等の協力を得た．

この調査会の改正原案は，昭和 61 年 1 月に日本薬局方部会で審議，同年 3 月に常任部会に上程，審議可決した後，厚生大臣に答申された．

この間，中央薬事審議会は昭和 56 年 11 月任期満了に伴う委員の改選を行い，下村孟が日本薬局方部会長の任を解かれ，鈴木郁生が代わって部会長に互選された．その後も 2 年毎に任期満了に伴う委員の改選が行われ，昭和 58 年 11 月の改選で梅澤修が，昭和 60 年 11 月の改選で内山充が部会長に互選され，部会長の任に当たった．

この改正の結果，第十一改正日本薬局方第一部には 585 品を収載し，このうち第十改正日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 516 品，同第二部から引き続き収載したもの 1 品，新たに収載したもの 68 品であり，第十一改正日本薬局方第二部には 481 品を収載し，このうち第十改正日本薬局方第二部から引き続き収載したもの 467 品，同第一部から引き続き収載したもの 1 品，新たに収載したもの 13 品である．削除したものは第一部 20 品，第二部 4 品である．

第十一改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	内山　充	梅澤　修	下村　孟	鈴木郁生
委　員	井上哲男	内山　充	梅澤　修	浦川紀元
	江島　昭	大森義仁	金井興美	金久保好男
	川村次良	幸保文治	小堀　進	宍戸　亮
	下村　孟	鈴木郁生	瀬崎　仁	田村善蔵
	鶴藤　丞	名尾良憲	名取信策	野田亮二
	原田正敏	福田英臣	堀　了平	本橋信夫

	村田良介			
臨時委員	淺井康宏	井上　昇	宇野豊三	浦川紀元
	神谷庄造	杉浦　衛	杉下和夫	辻　昭治郎
	寺尾允男	永瀬一郎	西本和光	花野　学
	山本皓一	米村壽男		

日本薬局方調査会

委員長	内山　充	梅澤　修	江島　昭	大森義仁
	神谷庄造	川村次良	鈴木郁生	原田正敏
	福田英臣	山羽　力		
調査委員	秋山和幸	淺井康宏	井上哲男	井上　昇
	岩崎由雄	内山　充	梅澤　修	江島　昭
	江本龍雄	大森義仁	緒方宏泰	金久保好男
	加納晴三郎	神谷庄造	河村太郎	川村次良
	木下俊夫	葛谷　健	倉田　浩	幸保文治
	佐竹元吉	柴崎利雄	清水直容	杉下和夫
	杉原正恭	鈴木郁生	鈴木徳治	下村裕子
	瀬崎　仁	曽我部博文	滝谷昭司	竹中祐典
	寺尾允男	朝長文彌	内藤周幸	仲井由宣
	中村晃忠	名取信策	西川洋一	西本和光
	花野　学	原田裕文	原田正敏	平賀敬夫
	福田英臣	穂積啓一郎	堀　了平	水野睦郎
	村山　智	持田研秀	本橋信夫	山羽　力
	山本皓一	義平邦利		
幹　事	石関忠一	大野昌子	木村俊夫	末吉祥子
	武田　寧	立沢政義	野口　衛	早川尭夫

第十一改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

昭和 63 年 10 月 1 日厚生省告示第 250 号，製剤総則及び一般試験法並びに亜酸化窒素の条ほか 151 条の改正の件（第十一改正日本薬局方追補）．平成元年 4 月 1 日厚生省告示第 89 号，乳酸プレニラミンの条ほか 2 条の削除の件．

第十一改正日本薬局方は昭和 61 年 3 月 28 日厚生省告示第 58 号をもって公布され，同年 4 月 1 日から施行されたが，医学・薬学の急速な進歩に対応するため，公布後の同年 5 月 21 日に厚生大臣は薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 3 項の規定に基づき，日本薬局方の改定について中央薬事審議会に諮問した．同審議会はこれに基づき，同年 6 月に日本薬局方部会を開催し，第十二改正日本薬局方の性格，収載品目選定の原則及び改定の時期並びに日本薬局方調査会の組織を内容とする改定方針を決定した．

日本薬局方の性格は，医療上重要と一般に認められている医薬品の性状及び品質等についての規格書であるとされ，収載品目選定の原則は，医療上の必要性，繁用度又は使用経験等から検討のうえ，医療上重要と認められる医薬品であって，性状，品質が規定できるものとされた．改定の時期は昭和 66 年（改元により平成 3 年）4 月を目標とすることとされた．

日本薬局方調査会の組織は，当初，総合委員会，収載品目委員会，化学薬品委員会，一般試験法委員会，製剤委員会，生薬等委員会，名称等委員会及び極量委員会の 8 委員会とされた．その後，平成元年 2 月開催の日本薬局方部会において，適当な時期に化学薬品委員会を二分割することとされ，同年 11 月より実施されて 9 委員会とされた．

また，5 年ごとの改定では，学問水準の進歩に対応しきれないことが考えられるため，必要に応じて部分改正を行うこと（追補発行）が認められた．さらに，従来，製剤総則に収載される剤形及び一般試験法に収載される試験法は医薬品各条にあるもののみに限定していたのを改め，医薬品各条にない剤形及び試験法も収載できることとした．

各委員会は改定方針に基づき，各委員会は収載品目の選定及び通則，製剤総則，一般試験法，医薬品各条等について改正の審議を開始した．昭和 61 年 10 月には，医薬品の使用頻度に関する調査を日本病院薬剤師会の協力のもとに行い，収載品目選定の基礎資料とした．

平成 2 年 11 月までに，総合委員会 5 回，収載品目委員会 9 回，化学薬品委員会及び第一化学薬品委員会 41 回，第二化学薬品委員会

13 回，一般試験法委員会 24 回，製剤委員会 14 回，生薬等委員会 21 回，名称等委員会 28 回，極量委員会 1 回を開催し，改正原案を完成した．なお，改正原案の作成に当たっては，東京医薬品工業協会技術委員会，大阪医薬品協会技術研究委員会，高分子膜分離技術振興協会，東京生薬協会，日本医療ガス協会，日本生薬連合会，日本油脂協会，日本香料工業会，日本病院薬剤師会等の協力を得た．

この調査会の改正原案は，平成 2 年 11 月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年 12 月に常任部会に上程，審議可決した後，厚生大臣に答申された．

この間，中央薬事審議会は昭和 62 年 11 月及び平成元年 11 月に，任期満了に伴う委員の改選を行い，いずれも内山充が部会長に互選され，その任に当たった．

この改正の結果，第十二改正日本薬局方第一部には 750 品を収載した．このうち第十一改正日本薬局方第一部から引き続き収載したものが 580 品，新たに収載したものが 170 品である．また，第十二改正日本薬局方第二部には 471 品を収載した．そのすべてが第十一改正日本薬局方第二部から引き続き収載したものである．なお，削除したものは第一部 3 品，第二部 9 品である．

第十二改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	内山　充			
委員	井上哲男	内山　充	梅澤　修	大森義仁
	大谷　明	金井興美	金久保好男	下村裕子
	杉原正恭	仲井由宣	野田亮二	原田正敏
	福田英臣	星野邦夫	堀　了平	
臨時委員	青山敏信	淺井康宏	井上　昇	浦川紀元
	神谷庄造	唐木英明	辻　昭治郎	寺尾允男
	花野　学	山本皓一		

日本薬局方調査会

青柳伸男	青山敏信	秋山和幸	淺井康宏
石関忠一	石橋無味雄	井上哲男	井上　昇
今井文人	岩佐　曜	岩崎由雄	内山　充
梅澤　修	岡田敏史	岡田　稔	緒方宏泰
荻野　尚	奥田秀毅	柿本年雄	加納晴三郎
神谷庄造	川崎浩之進	河村太郎	木下俊夫
木村俊夫	葛谷　健	国広靖之	倉重満雄
合田幸広	小林敏之	齋藤　洋	坂下　隆
佐竹元吉	鮫島政義	柴崎利雄	清水禮治
下村裕子	末吉祥子	杉原正恭	鈴木徳治
鈴木英世	赤　輝也	曽我部博文	滝谷昭司
武田　寧	竹中祐典	田中　彰	田中文彦
谷本　剛	綱川延孝	寺尾允男	徳永裕司
外岡弘道	朝長文彌	永井保嵩	仲井由宣
中舘正弘	中原　毅	中原雄二	中村晃忠
西川洋一	野口　衛	花野　学	早川堯夫
林　輝明	原田正敏	平賀敬夫	福田秀男
福田英臣	藤田昌彦	藤森貞吉	麓　大三
穂積啓一郎	堀　了平	松尾賢明	松倉　迅
水野睦郎	宮田直樹	村木　繁	村田忠行
村山　普	森本雍憲	森本行洋	矢敷孝司
安田　勉	矢谷幸三	山崎　壮	山本皓一
吉岡澄江	義平邦利	米田該典	

第十二改正日本薬局方公布後，追補をもって改正及び追加並びに削除されたものは，次のとおりである．

平成5年10月1日厚生省告示第215号による第十二改正日本薬局方第一追補をもって改正及び追加されたものは，次のとおりである．

（1）　第一部にアジマリン錠のほか6条に溶出試験の項の追加による改正及び第二部に人全血液の条の日本名の変更による改正の件．

（2）　第一部にエノキサシンの条のほか31条追加及び第一部にエノキサシンの条のほか19条の参照赤外吸収スペクトルの項の追加の件．

（3）　通則中医薬品の適否の判定の項の改正の件．

（4）　製剤総則中顆粒剤の項の改正の件．

（5）　一般試験法中赤外吸収スペクトルの項の改正及び消化力試験法の項のほか2項目の追加，標準品中塩酸ドブタミンのほか2品の追加，試薬・試液中アジマリン，定量用のほか31試薬・試液並びに標準液中鉛標準原液ほか1標準液の追加の件．

平成6年12月15日厚生省告示第384号による第十二改正日本薬局方第二追補をもって改正及び追加並びに削除されたものは，次のとおりである．

（1）　第一部に塩酸アミトリプチリン錠のほか4条に溶出試験の項の追加による改正及び第二部にステアリン酸マグネシウムのほか2条に微生物限度の項の追加による改正を含む，第一部にアジマリンのほか29条及び第二部に含糖ペプシンほか7条の改正並びに第二部にポリビニルピロリドンK25のほか2条を包括して改正してポビドンの条として追加及び第二部のポビドンの包括に係るポリビニルピロリドンK25のほか2条の削除の件．

（2）　第一部にアモキサピンの条のほか24条及び第二部に無水乳糖の条の追加並びに第一部にアモキサピンの条のほか21条及び第二部に乳糖の条のほか2条の参照赤外吸収スペクトルの項の追加の件．

（3）　通則中医薬品の容器に係る5項目の改正の件．

（4）　一般試験法中吸光度測定法の項のほか5項目の改正及び微生物限度試験法の項の追加，標準品中塩酸フルスルチアミンのほか7品の追加，試薬・試液中塩酸パパベリン，定量用の改正及び亜硝酸ビスマス・インジケーターほか68試薬・試液の追加，容量分析用標準品中0.1Mエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムほか2容量分析用標準品の追加，波長及び透過率校正用光学フィルターの項の追加並びに計量器・容器の項の改正の件．

第十三改正日本薬局方の基本方針として，保健医療上重要な医薬品の全面的収載による充実化，機器分析の積極的導入による質的向上並びに試験項目等の合理化，日本薬局方改正案の公開等による日本薬局方改正に係る透明性の確保，国際的調和への配慮，及び医薬品情報の提供等日本薬局方に係る情報伝達方策の整備の「5本の柱」が打ち立てられた．

日本薬局方の性格は，医療上重要であると一般的に認められている医薬品の性状及び品質等についての基準を定めたものであるとされた．また，日本薬局方の役割は，日本薬局方に収載されている医薬品の品質基準を示すのみならず，医薬品全般にわたる品質の水準と試験法の標準を示すと同時に，医薬品の品質に係る国際的整合性の確保に資するとされた．

収載品目選定の原則は，医療上の必要性，繁用度又は使用経験等を指標に，保健医療上重要な医薬品であって，性状，品質が規定できるものとされ，特に，再審査終了又は今回改正施行時点までに再審査が終了予定の医薬品については，汎用性が低いものを除いて原則として収載することとされた．また収載品目の選定にあたっては，適宜医療関係団体等の意見を徴することとされた．

なお，改正の時期は平成8年4月を目標とすることとされた．

日本薬局方調査会の組織は，当初，総合委員会，収載委員会，第一化学薬品委員会，第二化学薬品委員会，一般試験法委員会，製剤委員会，生薬等委員会，名称等委員会及び医薬品添加剤委員会の9委員会とされた．その後，平成6年11月開催の日本薬局方部会において，新たに物性試験法委員会及び生物薬品委員会が設置されることとなり，同年11月より実施されて11委員会とされた．審議事項のうち，通則，製剤総則，生薬総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成6年9月から平成7年9月までの期間に，調査会審議終了分を第十三改正日本薬局方の改正原案としてとりまとめることとし，平成7年11月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年12月に常任部会に上程され，審議可決された後，厚生大臣に答申された．

この期間に日本薬局方調査会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会4回，第一化学薬品委員会10回，第二化学薬品委員会9回，一般試験法委員会8回，製剤委員会6回，名称等委員会11回，生薬等委員会9回，収載品目委員会2回，医薬品添加剤委員会9回，物性試験法委員会6回，生物薬品委員会6回である．

さらに，この改正の原案作成にあたっては，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京医薬品工業協会技術委員会，東京生薬協会，日本漢方生薬製剤協会，日本香料工業会，日本生薬連合会，日本製薬工業協会，日本病院薬剤師会，日本薬剤師会，日本油脂協会等の協力を得た．

第十二改正日本薬局方施行後，中央薬事審議会は平成3年11月任期満了に伴う委員の改選を行い，内山充が日本薬局方部会長の任を解かれ，寺尾允男が代わって部会長に互選された．その後も2年毎に任期満了に伴う委員の改選が行われ，平成5年11月の改選で

寺尾允男が日本薬局方部会長の任を解かれ，内山充が代わって部会長に互選され，平成 7 年 11 月の改選で引き続き内山充が部会長に互選され，部会長の任に当たった．

第十三改正日本薬局方における改正の結果，第十三改正日本薬局方第一部には，824 品を収載した．このうち第十二改正日本薬局方第一部から引き続き収載したものが 804 品，新たに収載したものが 20 品である．また，第十三改正日本薬局方第二部には 468 品を収載した．このうち第十二改正日本薬局方第二部から引き続き収載したものが 458 品，新たに収載したものが 10 品である．削除したものは第一部 2 品，第二部 11 品である．

医薬品各条以外の条において改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1） 通則中，日本薬局方の英名の規定の項の追加，国際単位系との整合のため等による改正ほか 2 項目の改正の件．

（2） 製剤総則中，カプセル剤の項ほか 2 項目の改正の件．

（3） 生薬総則中生薬総則の適用範囲の項ほか 2 項目の改正の件．

（4） 一般試験法中粉末 X 線回折測定法の項の追加，液体クロマトグラフ法の項のほか 12 項目の改正の件．11 品目の標準品の追加の件．

第十三改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会及び日本薬局方調査会

青柳健太郎	青柳伸男	青山敏信	秋山和幸
有富治郎	池田勝	石川達也	石関忠一
石橋襄一	石橋無味雄	石原行雄	板井茂
伊藤裕二	井上顕信	井上昇	今井文人
◎内山充	大本敏昭	岡田敏史	岡田稔
緒方宏泰	小川義之	荻野尚	奥田秀毅
小田容三	唐木英明	神谷庄造	川嵜敏祐
川崎浩之進	木下俊夫	木全心一	清原孝雄
倉重満雄	黒川雄二	合田幸広	小清水敏昌
小島章生	小嶋茂雄	小長谷昌功	齋藤洋
酒井喜代志	相楽和彦	佐々木次雄	佐竹元吉
重実桂助	柴川雅彦	清水直樹	白井國雄
末吉祥子	○杉原正恭	杉本圭一	鈴木徳治
鈴木英世	砂田久一	関川富士夫	滝谷昭司
武田寧	武田明治	田中彰	田中文彦
谷本剛	檀浦國夫	茅野文利	柘植英哉
綱川延孝	◎寺尾允男	徳永徹	外岡弘道
富岡清	冨澤達	朝長文彌	永井吉澄
中川照眞	中舘正弘	中村晃忠	中村幹雄
西山辰美	延原正弘	長谷川隆一	早川順子
早川堯夫	疋田興造	人見信之	平賀敬夫
藤田昌彦	藤森貞吉	星登	星野邦夫
堀内幸生	米谷民雄	牧田浩和	松尾賢明
松田芳久	真弓忠範	水野睦郎	三瀬勝利
宮田直樹	村木繁	村山普	森美和子
森川馨	森次保雄	森本和滋	森本雍憲
安田勉	山口照英	山崎壮	山本皓一
吉岡澄江	義平邦利	米田該典	

◎日本薬局方部会長　○日本薬局方部会長代理

第十三改正日本薬局方公布後，追補をもって改正及び追加並びに削除されたものは，次のとおりである．

平成9年12月26日厚生省告示第254号による第十三改正日本薬局方第一追補をもって改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1）　第一部に 2 品の追加の件．第二部に 1 品の追加の件．
（2）　第一部に 29 品の改正及び第二部に 36 品の改正の件．
（3）　通則中，直接の容器又は直接の被包に記載する規定の項の改正の件．
（4）　製剤総則中，製剤通則の項ほか 24 項目の改正，硬膏剤 1 項目の削除の件．
（5）　一般試験法中ふるいわけ法の項のほか 4 項目の追加，吸光度測定法の項のほか 5 項目の改正の件．

平成 11 年 12 月 21 日厚生省告示第 248 号による第十三改正日本薬局方第二追補をもって改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1）　第一部に 25 品の追加，12 品の削除の件．第二部に 1 品の削除の件．
（2）　第一部に 93 品の改正及び第二部に 36 品の改正の件．
（3）　通則中，出荷時の試験の省略に関する規定の項の追加の件．
（4）　製剤総則中，顆粒剤の項ほか 6 項目の改正の件．
（5）　一般試験法中，エンドトキシン試験法の項のほか 8 項目の改正，ふるい分け法の項の削除の件．

第十三改正日本薬局方の際に示された基本方針，日本薬局方の性格及び収載品目選定の原則に基づき，引き続き第十四改正日本薬局方の改正が行われ，改正の時期としては平成 13 年 4 月を目標とすることとされた．

日本薬局方調査会の組織は，当初，総合委員会，収載品目委員会，第一化学薬品委員会，第二化学薬品委員会，物性試験法委員会，生物試験法委員会，理化学試験法委員会，製剤委員会，生薬等委員会，名称等委員会，医薬品添加剤委員会及び生物薬品委員会の 12 委員会とされた．また，2 つの小委員会が新たに設けられた．その後，平成 11 年 11 月の中央薬事審議会の組織改編に伴い，上記委員会のうち名称等委員会及び医薬品添加剤委員会は，それぞれ医薬品名称調査会局方名称分科会及び医薬品添加物調査会に改変された．審議事項のうち，通則，製剤総則，生薬総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成 11 年 1 月から平成 12 年 5 月までの期間に，調査会審議終了分を第十四改正日本薬局方の調査会原案としてとりまとめることとし，平成 12 年 10 月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年 12 月に常任部会に上程され，審議可決された後，厚生大臣に答申された．

この期間に日本薬局方調査会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会 6 回，第一化学薬品委員会 12 回，第二化学薬品委員会 16 回，物性試験法委員会 7 回，生物試験法委員会 6 回，理化学試験法委員会 8 回，製剤委員会 5 回，名称等委員会 4 回，生薬等委員会 6 回，医薬品添加剤委員会 5 回，生物薬品委員会 7 回，総合第一小委員会 14 回，生薬等第一小委員会 6 回である．他の調査会の開催回数は，医薬品名称調査会局方名称分科会 4 回，医薬品添加物調査会 3 回である．

なお，この改正の原案作成に当たっては，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京医薬品工業協会技術委員会，東京生薬協会，日本医薬品添加剤協会，日本漢方生薬製剤協会，日本抗生物質学術協議会，日本香料工業会，日本生薬連合会，日本製薬工業協会，日本病院薬剤師会，日本薬剤師会，日本油脂協会等の協力を得た．

日本薬局方部会長については，平成 7 年 7 月から平成 9 年 10 月まで内山充が，平成 9 年 11 月から平成 12 年 12 月まで寺尾允男が，その任に当たった．

平成 13 年 1 月，省庁再編（厚生労働省設置法「平成十一年法律第九十七号」）に伴い，厚生省から厚生労働省への組織再編が行われ，日本薬局方部会（及び日本薬局方調査会等）については，厚生労働大臣の監督に属することとなった．同年 1 月，日本薬局方部会の上位組織の中央薬事審議会についても，薬事・食品衛生審議会への組織改編が行われ，日本薬局方部会長の任には，内山充が当たることとされた．

第十四改正日本薬局方における改正の結果，第十四改正日本薬局方第一部には，859 品目を収載した．このうち改正により新たに収載したものが 37 品目，削除した品目は 17 品目である．また，第十四改正日本薬局方第二部の収載品は，469 品目である．このうち改正により新たに収載したものは 1 品目である．

医薬品各条以外の条において改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1）　通則中，医薬品各条の試験において「別に規定する」とあり，日本薬局方にその規定が定められていない場合の取扱いの項の追加，原子量表の改正ほか 5 項目の改正の件．
（2）　製剤総則中，製剤通則の項のほか 1 項目の改正の件．
（3）　一般試験法中，抗生物質の微生物学的力価試験法の項のほか 1 項目の追加，液体クロマトグラフ法の項のほか 8 項目の改正の件．72 品目の標準品の追加の件．

第十四改正日本薬局方の作成に従事した者は，次のとおりである．

相　見　則　郎　　青　柳　健太郎　　青　柳　伸　男　　○青　山　敏　信

秋山和幸
石関忠一
板井茂
乾賢一
今成登志男
◎内山充
大塚雅巳
大本敏昭
小川義之
甲斐明美
鹿庭なほ子
川崎浩之進
菅家甫子
清原孝雄
倉重満雄
小久保宏恭
小長谷昌功
相楽和彦
柴川雅彦
清水直樹
新長文敏
鈴木専二
関川富士夫
○武田寧
棚元憲一
柘植英哉
◎寺尾允男
徳永徹
朝長文彌
中川知秀
中西昭雄
中村幹雄
野方良彦
羽根一輝
東敏郎
平山総良
藤原博
米谷民雄
松尾賢明
松田芳久
水野睦郎
宮田直樹
森美和子
森本和滋
安田勉
山本啓一
吉岡澄江

有富治郎
石橋襄一
一瀬充範
井上顕信
岩上正蔵
大内正
大坪徹也
岡田敏史
荻野尚
加藤三典
神谷庄造
川島嘉明
木嶋敬二
楠文代
倉田毅
小清水敏昌
近藤誠三
佐々木次雄
嶋田康男
白井國雄
末吉祥子
鈴木徳治
関田節子
田中彰
谷本剛
綱川延孝
寺嶋広司
富岡清
豊島聰
中澤裕之
中野達也
西島功二
延原正弘
早川順子
疋田興造
藤田邦弘
星登
前田昌子
松木滋
松原俊彦
三瀬勝利
三輪昭
森川馨
森本雍憲
山口照英
山本恵一
吉川一正

有本恵子
石橋無味雄
伊藤喬
井上昇
上原至雅
大久保恒夫
大野勝
岡田稔
奥田秀毅
加藤喜昭
唐木英明
川西徹
木下俊夫
国定孝夫
黒川雄二
小島章生
齋藤洋
佐竹元吉
清水袈裟光
志村恭子
○杉原正恭
鈴木英世
滝谷昭司
田中俊弘
檀浦國夫
津曲喜雍
寺林進
冨澤達
永井吉澄
中島恵美
中村晃忠
西島基弘
長谷川紘司
早川堯夫
人見信之
藤田昌彦
星野邦夫
牧田浩和
松木則夫
真弓忠範
南茂
武藤泰明
森田收
八木澤守正
山崎憲一
山本恵司
吉田仁夫

石川達也
石原行雄
伊藤裕二
今井文人
内田恵理子
大谷正一
大野泰雄
緒方宏泰
小田容三
香取典子
川嵜敏祐
川西利昭
木全心一
熊倉秀樹
合田幸広
小嶋茂雄
酒井喜代志
重実桂助
清水孝雄
首藤紘一
杉本圭一
砂田久一
武田明治
田渕幸男
茅野文利
手島邦和
外岡弘道
富田基郎
中川照眞
中舘正弘
中村洋
西山辰美
長谷川隆一
林正弘
平賀敬夫
藤森貞吉
堀内幸生
政岡俊夫
松倉迅
水柿道直
箕浦修介
村木繁
森次保雄
矢島毅彦
山崎壮
山本皓一
吉野節

義　平　邦　利　　米　田　該　典　　米　村　嘉　郎　　和　田　　稔

◎日本薬局方部会長　　○日本薬局方部会長代理

第十四改正日本薬局方公布後，追補等をもって改正及び追加並びに削除されたものは，次のとおりである．

平成14年3月29日厚生労働省告示第151号による第十四改正日本薬局方の一部改正をもって追加及び削除されたものは次のとおりである．

（1）　通則中，動物由来の原料に関する規定の項の追加の件．

（2）　第一部医薬品のうち1品目の削除の件．

平成14年12月27日厚生労働省告示第395号による第十四改正日本薬局方第一追補をもって改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1）　通則中，単位に関する規定の項のほか1項目の改正の件．

（2）　製剤総則中，注射剤の項の改正の件．

（3）　一般試験法中，かさ密度及びタップ密度測定法の項のほか1項目の追加，強熱残分試験法の項のほか2項目の改正の件．81品目の標準品の追加の件．

（4）　第一部に31品の追加の件，第二部に15品の追加の件．

（5）　第一部に163品の改正の件，第二部に46品の改正の件．

平成16年12月28日厚生労働省告示第461号による第十四改正日本薬局方第二追補をもって改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1）　一般試験法中，粉体の粒子密度測定法の項の追加，エンドトキシン試験法の項のほか5項目の改正の件．9品目の標準品の追加の件．

（2）　第一部に27品の追加の件，第二部に12品の追加の件．

（3）　第一部に53品の改正の件，第二部に22品の改正の件．

平成17年7月21日厚生労働省告示第344号による第十四改正日本薬局方の一部改正をもって改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1）　通則中，日本，欧州，米国の三薬局方の調和合意に基づき規定した一般試験法等の記載に関する規定の項の追加の件．

（2）　製剤総則中，注射剤の項の改正の件．

（3）　一般試験法中，注射剤の採取容量試験法の項の追加の件．

（4）　第一部に7品の改正の件．

近年の医学・薬学の進歩に対応するため，平成13年11月に日本薬局方部会が開催され，第十五改正に向けての具体的な方策，施行時期，日本薬局方調査会の組織に関する事項を内容とする作成基本方針が決定され，改正の時期は平成18年4月を目標とすることとされた．

日本薬局方調査会は引き続き審議を行い，審議事項のうち，通則，生薬総則，製剤総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成16年1月から平成17年8月までの期間に，調査会審議終了分を第十五改正日本薬局方の調査会原案としてとりまとめることとされ，平成17年10月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年12月に薬事・食品衛生審議会に上程され，審議可決された後，厚生労働大臣に答申された．

この期間に日本薬局方調査会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会2回，医薬品名称調査会2回，医薬品添加物調査会3回，理化学試験法委員会6回，化学薬品委員会17回(ワーキンググループを含む.)，生物薬品委員会3回，生物試験法委員会2回，抗生物質委員会6回，生薬等委員会6回，PDG関連調整会議2回，製薬用水委員会2回，日局標準品委員会2回である．また，平成16年4月の独立行政法人医薬品医療機器総合機構(以下「機構」とする.)設立に伴い，日本薬局方作成審議組織の一部は審議組織の改編に伴い機構にて行う事とされ，平成16年7月から改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会6回，国際調和検討委員会3回，製薬用水委員会7回，日局標準品委員会4回，理化学試験法委員会6回，製剤委員会7回，物性試験法委員会9回，化学薬品委員会32回(ワーキンググループを含む.)，生物薬品委員会6回，生物試験法委員会6回，抗生物質委員会9回，生物薬品委員会6回，生薬等委員会12回，医薬品名称委員会8回，医薬品添加物委員会7回である．

なお，この改正の原案作成に当たっては，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京医薬品工業協会技術委員会，東京生薬協会，日本医薬品添加剤協会，日本漢方生薬製剤協会，日本抗生物質学術協議会，日本香料工業会，日本生薬連合会，日本製薬工業協会，日本病院薬剤師会，日本薬剤師会，日本植物油協会等の協力を得た．

日本薬局方部会長については，平成13年1月から平成14年12月まで内山充が，平成15年1月から平成15年6月まで寺尾允男が，

平成 15 年 7 月から平成 18 年 3 月まで早川堯夫が，その任に当たった．

第十五改正日本薬局方における改正の結果，収載品目数は，1483 品目となった．このうち改正により新たに収載したものが 102 品，削除した品目は 8 品である．

医薬品各条以外の条において改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1） 通則中，薬事法が改正され日本薬局方における構成にかかる規定が削除されたことに伴う医薬品各条の構成についての規定の追加，適否の判定基準として性状の項の取扱いの整理ほか 5 項目の改正の件．

（2） 製剤総則中，製剤通則の条のほか 7 項目の改正の件．

（3） 生薬総則中，生薬の適否の判定基準に関する規定の改定の件．

（4） 一般試験法中，質量偏差試験法と含量均一性試験法を合わせ，製剤均一性試験法と改めた件．アンモニウム試験法のほか 13 項目の改正，エタノール中の揮発性混在物試験法ほか 3 項目の削除の件．24 品目の標準品の追加，10 品目の標準品の削除の件．

第十五改正日本薬局方の作成に従事した者は，次のとおりである．

相見則郎	青木光夫	阿曽幸男	青貫喜一
○青柳伸男	芦澤一英	麻生伸一郎	荒川宣親
有本恵子	井越伸和	井崎正夫	石橋無味雄
板井茂	市川隆徳	伊豆津健一	伊藤喬
伊藤三男	伊藤裕二	乾賢一	今成登志男
岩上正蔵	上原至雅	内田恵理子	◎内山充
海野隆	梅本和一	江村誠	大内正
大久保恒夫	大谷淑郎	大谷正一	大塚雅巳
大野勝	大野泰雄	岡崎公哉	○岡田敏史
岡田稔	緒方宏泰	小川義之	奥田晴宏
甲斐明美	掛樋一晃	加藤三典	加藤喜昭
香取典子	鹿庭なほ子	神谷庄造	川嵜敏祐
川崎ナナ	川島嘉明	川西徹	川西利昭
川原信夫	菅家甫子	木内文之	木嶋敬二
清原孝雄	楠文代	楠山久美子	熊倉秀樹
倉重満雄	倉田毅	国定孝夫	栗原正明
栗山晴夫	外記義晴	合田幸広	小久江栄一
小久保宏恭	小嶋茂雄	小長谷昌功	小林東洋彦
古林隆司	小松かつ子	小村昭夫	近田俊文
近藤誠三	相楽和彦	佐々木次雄	佐々木秀樹
酒井英二	佐藤明啓	佐藤恭子	坂本知昭
嶋田康男	清水袈裟光	佐竹元吉	首藤紘一
代田修	新長文敏	志村恭子	菅谷真二
鈴木専二	鈴木英世	砂田久一	末吉祥子
関口道子	関田節子	園部尚	高橋良和
竹田忠紘	田中晴雄	田邊豊重	○武田寧
田中俊弘	田渕幸男	棚元憲一	谷本剛
柘植英哉	都司洋介	津曲喜雍	勅使河原正文
寺岡麗子	寺嶋広司	寺林進	手島邦和
◎寺尾允男	冨澤達	富田基郎	徳永祐司
豊岡清	永重裕紹	中島恵美	中野達也
猶塚正明	中澤裕之	中村高敏	中村洋
那須正夫	新見伸吾	西島功二	西島基弘
西山辰美	野本貴史	長谷川紘司	長谷川隆一
波多野理香	花尻瑠理	浜島守男	◎早川堯夫

林　正弘	樋口賢治	檜山行雄	平松勝太
平山総良	藤倉茂行	藤田邦弘	藤原　博
渕野裕之	船本剛朗	古川明弘	堀田國元
松木　滋	米谷民雄	前田昌子	牧田みどり
政岡俊夫	松原俊彦	松木則夫	松倉　迅
松田芳久	円山圭一	三上栄一	水柿道直
水田泰一	三瀬勝利	美濃部　敏	宮田直樹
宮本公人	室井正志	村井敏美	村木　繁
森川　馨	森田　收	森田隆司	八木澤守正
安原眞人	矢島毅彦	山口照英	山崎憲一
山崎　壮	山本恵一	山本恵司	山本藤輔
吉岡澄江	吉川一正	吉田仁夫	余田　光
四方田千佳子	渡邉治雄		

◎日本薬局方部会長　○日本薬局方部会長代理

第十五改正日本薬局方公布後，追補等をもって改正及び追加並びに削除されたものは，次のとおりである．

平成19年9月28日厚生労働省告示第316号による第十五改正日本薬局方第一追補をもって改正および追加されたものは次のとおりである．

（1）　通則中，日本薬局方における主な単位の改正の件．

（2）　製剤総則中，エキス剤の条ほか4項目の改正の件．

（3）　一般試験法中，点眼剤の不溶性異物検査法の追加，定性反応のほか9項目の改正の件．12品目の標準品の追加の件，6品目の標準品の削除の件．

（4）　医薬品各条中，90品目の追加，170品目の改正，6品目の削除の件．

平成20年2月21日厚生労働省告示第32号による第十五改正日本薬局方の一部改正をもって改正および追加されたものは次のとおりである．

（1）　医薬品各条中，2品目の改正の件．

平成20年7月31日厚生労働省告示第417号による第十五改正日本薬局方の一部改正をもって改正および追加されたものは次のとおりである．

（1）　一般試験法中，1品目の標準品の追加の件．

（2）　医薬品各条中，1品目の改正の件．

平成21年3月31日厚生労働省告示第190号による第十五改正日本薬局方の一部改正をもって改正および追加されたものは次のとおりである．

（1）　生薬総則中，1の条において1品目の追加の件．

（2）　一般試験法中，微生物限度試験法のほか3項目の改正の件．

（3）　医薬品各条中，1品目の追加の件，1品目の改正の件．

平成21年9月30日厚生労働省告示第425号による第十五改正日本薬局方第二追補をもって改正および追加されたものは次のとおりである．

（1）　生薬総則中，1の条において5品目の追加，1品目の削除の件．

（2）　一般試験法中，たん白質のアミノ酸分析法の追加，重金属試験法のほか9項目の改正の件．22品目の標準品の追加の件，18品目の標準品の改正の件．

（3）　医薬品各条中，106品目の追加，122品目の改正，1品目の削除の件．

平成22年7月30日厚生労働省告示第322号による第十五改正日本薬局方の一部改正をもって改正および追加されたものは次のとおりである．

（1）　一般試験法中，溶出試験法の改正．1品目の標準品の追加の件．8品目の試薬・試液の追加の件．

（2）　医薬品各条中，2品目の改正の件．

ま え が き

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

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

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

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

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

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

なお，第十六改正の時期は平成 23 年 4 月を目標とすることとされた.

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

日本薬局方部会長については，平成 15 年 7 月から平成 22 年 12 月まで早川堯夫が，平成 23 年 1 月から平成 23 年 3 月まで橋田充がその任に当たった.

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

この改正方針に基づき，各委員会は収載品目の選定及び通則，生薬総則，製剤総則，一般試験法，医薬品各条等について改正の審議を開始した.

審議事項のうち，通則，生薬総則，製剤総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成 17 年 9 月から平成 19 年 3 月までの期間に，原案審議委員会審議終了分を第十五改正日本薬局方の一部改正としてとりまとめることとし，この一部改正の原案は平成 19 年 4 月に日本薬局方部会で審議の上，同年 6 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された.

この一部改正は，平成 19 年 9 月 28 日厚生労働省告示第 316 号公布，同年 10 月 1 日施行され，「第十五改正日本薬局方第一追補」と称することとされた.

この期間に日本薬局方原案審議委員会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会 7 回，総合小委員会 6 回，化学薬品委員会 33 回（ワーキンググループを含む.），抗生物質委員会 9 回，生物薬品委員会 8 回，生薬等委員会 17 回，医薬品添加物委員会 7 回，理化学試験法委員会 12 回，製剤委員会 10 回，物性試験法委員会 8 回，生物試験法委員会 7 回，医薬品名称委員会 9 回，国際調和検討委員会 2 回，製薬用水委員会 7 回である.

なお，この改正の原案作成に当たっては，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京医薬品工業協会局方委員会，東京生薬協会，日本医薬品添加剤協会，日本漢方生薬製剤協会，日本香料工業会，日本生薬連合会，日本製薬工業協会，日本植物油協会等の協力を得た.

この改正の結果，第十五改正日本薬局方の収載は 1567 品目となった．このうち改正により新たに収載したものが 90 品，削除した品目は 6 品である.

その後，引き続き審議を行い，審議事項のうち，医薬品各条グリセリンの条及び濃グリセリンの条において，純度試験の項を改正し，「ジエチレングリコール及び類縁物質」に係る規定を追加することについて，平成 19 年 9 月に日本薬局方部会で審議の上，同年 10 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された.

この一部改正は，平成 20 年 2 月 21 日厚生労働省告示第 32 号をもって公布，施行された.

その後，引き続き審議を行い，審議事項のうち，医薬品各条ヘパリンナトリウムの条において，純度試験の項を改正し，過硫酸化コンドロイチン硫酸に係る規定を追加し，これに伴い，一般試験法の標準品の条を改正し，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品を追加することについて，平成 20 年 7 月に日本薬局方部会で審議の上，同年 10 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された.

この一部改正は，平成 20 年 7 月 31 日厚生労働省告示第 417 号をもって公布，施行された．

その後，引き続き審議を行い，審議事項のうち，日本薬局方，欧州薬局方，米国薬局方の三薬局方での国際調和に関連した事項等の一般試験法等の見直し，また，生薬総則において生薬総則を適用する生薬として，リュウコツ末を追加するとともに，医薬品各条にリュウコツ末の条を新規収載し，医薬品各条のリュウコツの規格を改正することについて，平成 20 年 12 月に日本薬局方部会で審議の上，平成 21 年 3 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された．

この一部改正は，平成 21 年 3 月 31 日厚生労働省告示第 190 号をもって公布，施行された．

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

この一部改正は，平成 21 年 9 月 30 日厚生労働省告示第 425 号公布，同年 10 月 1 日施行され，「第十五改正日本薬局方第二追補」と称することとされた．

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

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

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

その後，引き続き審議を行い，審議事項のうち，日本薬局方，欧州薬局方，米国薬局方の三薬局方での国際調和に関連した事項等の一般試験法等の見直し，また，医薬品各条のヘパリンカルシウムの条，及びヘパリンナトリウムの条において，確認試験の追加，純度試験の項の改正等を行い，一般試験法の標準品の条，および試薬・試液の条に関連品を追加することについて，平成 21 年 8 月に日本薬局方部会で審議の上，同年 9 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された．

この一部改正は，平成 22 年 7 月 30 日厚生労働省告示第 322 号をもって公布，施行された．

その後，引き続き審議を行い，審議事項のうち，通則，生薬総則，製剤総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成 21 年 4 月から平成 22 年 3 月までの期間に，原案審議委員会審議終了分を第十六改正日本薬局方の原案としてとりまとめることとし，平成 22 年 9 月に日本薬局方部会で審議の上，同年 10 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，審議可決された後，厚生労働大臣に答申された．

この期間に日本薬局方原案審議委員会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会 3 回，化学薬品委員会 20 回，抗生物質委員会 5 回，生物薬品委員会 2 回，生薬等委員会 10 回，医薬品添加物委員会 5 回，理化学試験法委員会 10 回（ワーキンググループを含む），製剤委員会 10 回（ワーキンググループを含む），物性試験法委員会 8 回，生物試験法委員会 9 回（ワーキンググループを含む），医薬品名称委員会 3 回，国際調和検討委員会 1 回，製薬用水委員会 4 回である．

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

この改正の結果，第十六改正日本薬局方の収載は 1764 品目となった．このうち改正により新たに収載したものが 106 品，削除した品目は 15 品である．

本改正の記載法の原則と改正の要旨は次のとおりである．

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

2．薬品名，試薬名は原則として常用漢字及びかたかな書きとした．

3．収載の順序は，告示，目次，まえがきに続いて，生薬総則，一般試験法，医薬品各条の順とし，更に医薬品各条の参照紫外可視吸収スペクトル，参照赤外吸収スペクトルを付し，終わりに参考情報，附録として原子量表，索引を付した．

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

5．医薬品各条中の記載順序は，次によったが，必要のない項目は除いてある．

(1) 日本名
(2) 英名
(3) ラテン名(生薬関係品目についてのみ記載する．)
(4) 日本名別名
(5) 構造式
(6) 分子式及び分子量(組成式及び式量)
(7) 化学名
(8) ケミカル･アブストラクツ・サービス(CAS)登録番号
(9) 基原
(10) 成分の含量規定
(11) 表示規定
(12) 製法
(13) 性状(生薬の性状)

(14) 確認試験
(15) 示性値
(16) 純度試験
(17) 乾燥減量，強熱減量又は水分
(18) 強熱残分，灰分又は酸不溶性灰分
(19) 製剤試験及びその他の特殊試験
(20) 異性体比
(21) 定量法又は成分の含量
(22) 貯法
(23) 有効期限
(24) その他

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

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

7．確認試験の記載の順序は，原則として次によった．

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

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

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

9．通則中，改正したものは次のとおりである．

(1) 通則 3 の項において，製剤総則の改正に伴い，散を細粒に読みかえることができる旨を削除した．
(2) 通則 4 の項において，医薬品各条の収載実態に合わせ，例示する剤形名を改正した．
(3) 通則 8 の項において，日本薬局方に用いる原子量表を 2010 年のものに改めた．
(4) 通則 9 の項において，使用頻度の高い 2 つの単位（$\mu S \cdot cm^{-1}$，CFU）を追加した．
(5) 通則 16 の項において，通則 20 の医薬品の試験に用いる水の定義改正に伴い，器具の校正に用いる水の記載を改正した．
(6) 通則 20 の項において，医薬品各条「精製水」の改正に伴い，医薬品の試験に用いる水の定義を改正した．
(7) その他記載の整備等を行った．

10. 生薬総則中，1 の条において新たに収載した品目は次のとおりである．

(1) カッセキ
(2) コウイ
(3) コウベイ
(4) ゴマ

11. 製剤総則中，改正した事項は次のとおりである．

製剤総則に規定されていない剤形の追加，投与経路・適用部位に基づく剤形分類，及び各剤形の定義と適用すべき試験の規定を整理する等，全般的に改正した．

12. 一般試験中，改正した試験法は次のとおりである．

(1) 2.01 液体クロマトグラフィー
(2) 2.46 残留溶媒試験法
(3) 2.51 導電率測定法
(4) 2.54 pH 測定法
(5) 2.58 粉末 X 線回折測定法
(6) 3.01 かさ密度及びタップ密度測定法
(7) 4.01 エンドトキシン試験法
(8) 4.05 微生物限度試験法
(9) 4.06 無菌試験法
(10) 5.02 生薬の微生物限度試験法
(11) 6.03 製剤の粒度の試験法
(12) 6.07 注射剤の不溶性微粒子試験法
(13) 6.08 点眼剤の不溶性微粒子試験法
(14) 7.02 プラスチック製医薬品容器試験法
(15) 8.01 滅菌法及び無菌操作法

13. 一般試験法中，名称変更を行った試験法は次のとおりである．

(1) 8.01 滅菌法及び無菌操作法

14. 一般試験法中，新たに追加する標準品は次のとおりである．

(1) アトルバスタチンカルシウム標準品
(2) アレンドロン酸ナトリウム標準品
(3) グリメピリド標準品
(4) サルポグレラート塩酸塩標準品
(5) ドネペジル塩酸塩標準品
(6) トレハロース標準品
(7) ナテグリニド標準品
(8) フェキソフェナジン塩酸塩標準品
(9) フルボキサミンマレイン酸塩標準品
(10) プロピベリン塩酸塩標準品
(11) ペミロラストカリウム標準品
(12) ラベプラゾールナトリウム標準品
(13) リセドロン酸標準品

15. 一般試験法中，名称変更を行った標準品は次のとおりである．

(1) チロシン標準品

16. 一般試験法中，削除した標準品は次のとおりである．

(1) アストロマイシン硫酸塩標準品
(2) インスリン標準品
(3) シソマイシン硫酸塩標準品
(4) セファピリンナトリウム標準品
(5) セフロキシムナトリウム標準品
(6) ネチルマイシン硫酸塩標準品

17. 一般試験法中，標準品の用途記載を廃止した．

18. 一般試験法中，試薬・試液の名称を整備した．

19. 一般試験法中，各試験法に章節番号を付与した．

20. 医薬品各条中，新たに収載した品目は次のとおりである．

(1) アシクロビルシロップ
(2) アシクロビル注射液
(3) シロップ用アシクロビル
(4) アセチルシステイン
(5) アトルバスタチンカルシウム水和物
(6) アトルバスタチンカルシウム錠
(7) 注射用アミカシン硫酸塩
(8) アレンドロン酸ナトリウム水和物
(9) アレンドロン酸ナトリウム錠
(10) アレンドロン酸ナトリウム注射液
(11) イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒
(12) エバスチン
(13) エバスチン錠
(14) エバスチン口腔内崩壊錠
(15) カルベジロール
(16) カルベジロール錠
(17) カンデサルタン　シレキセチル
(18) カンデサルタン　シレキセチル錠
(19) キナプリル塩酸塩
(20) キナプリル塩酸塩錠
(21) グリメピリド
(22) グリメピリド錠
(23) L－グルタミン酸
(24) サルポグレラート塩酸塩
(25) サルポグレラート塩酸塩細粒
(26) サルポグレラート塩酸塩錠
(27) ジアゼパム錠
(28) 精製水(容器入り)
(29) 注射用水(容器入り)
(30) スピロノラクトン錠
(31) ゾルピデム酒石酸塩錠
(32) タムスロシン塩酸塩徐放錠
(33) タモキシフェンクエン酸塩
(34) 沈降炭酸カルシウム細粒
(35) 沈降炭酸カルシウム錠
(36) テモカプリル塩酸塩
(37) テモカプリル塩酸塩錠
(38) テルビナフィン塩酸塩
(39) テルビナフィン塩酸塩液
(40) テルビナフィン塩酸塩クリーム
(41) テルビナフィン塩酸塩スプレー
(42) ドキサゾシンメシル酸塩錠
(43) ドネペジル塩酸塩
(44) ドネペジル塩酸塩細粒
(45) ドネペジル塩酸塩錠
(46) トレハロース水和物
(47) ナテグリニド
(48) ナテグリニド錠
(49) L－乳酸
(50) L－乳酸ナトリウム液
(51) ハロペリドール細粒
(52) ピオグリタゾン塩酸塩錠
(53) L－ヒスチジン
(54) L－ヒスチジン塩酸塩水和物
(55) ファモチジン注射液
(56) フェキソフェナジン塩酸塩
(57) ブテナフィン塩酸塩
(58) ブテナフィン塩酸塩液
(59) ブテナフィン塩酸塩クリーム
(60) ブテナフィン塩酸塩スプレー
(61) プラバスタチンナトリウム液
(62) プラバスタチンナトリウム細粒
(63) プラバスタチンナトリウム錠
(64) フルコナゾール
(65) フルボキサミンマレイン酸塩
(66) フルボキサミンマレイン酸塩錠
(67) フレカイニド酢酸塩
(68) フレカイニド酢酸塩錠
(69) プロピベリン塩酸塩
(70) プロピベリン塩酸塩錠
(71) プロブコール細粒
(72) プロブコール錠
(73) L－プロリン
(74) ベタミプロン
(75) ペミロラストカリウム
(76) ペミロラストカリウム錠
(77) シロップ用ペミロラストカリウム
(78) ベラプロストナトリウム
(79) ベラプロストナトリウム錠
(80) ムピロシンカルシウム軟膏
(81) メトトレキサートカプセル
(82) モサプリドクエン酸塩散
(83) ラベプラゾールナトリウム
(84) リスペリドン
(85) リスペリドン細粒
(86) リスペリドン錠
(87) リスペリドン内服液
(88) リセドロン酸ナトリウム水和物
(89) リセドロン酸ナトリウム錠
(90) ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放錠
(91) 注射用ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩
(92) 黄連解毒湯エキス
(93) カッセキ
(94) コウイ
(95) コウベイ
(96) ゴマ
(97) 柴胡桂枝湯エキス
(98) 柴朴湯エキス
(99) 芍薬甘草湯エキス
(100) 十全大補湯エキス
(101) 小柴胡湯エキス
(102) 小青竜湯エキス
(103) 無コウイ大建中湯エキス
(104) 釣藤散エキス
(105) 麦門冬湯エキス
(106) 六君子湯エキス

21. 医薬品各条中，改正した品目は次のとおりである．

(1) 亜鉛華軟膏
(2) アジマリン錠
(3) アスコルビン酸散
(4) アスコルビン酸注射液
(5) アスピリン錠
(6) 注射用アセチルコリン塩化物
(7) アゼラスチン塩酸塩顆粒
(8) アドレナリン
(9) アドレナリン液
(10) アヘンチンキ
(11) アヘンアルカロイド塩酸塩注射液
(12) アヘンアルカロイド・アトロピン注射液
(13) アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液
(14) 弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液
(15) アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液
(16) アミトリプチリン塩酸塩錠
(17) アミノフィリン注射液
(18) L－アラニン
(19) L－アルギニン塩酸塩注射液
(20) アロプリノール
(21) イオウ・カンフルローション
(22) イオタラム酸ナトリウム注射液
(23) イオタラム酸メグルミン注射液
(24) イソニアジド錠
(25) イソニアジド注射液
(26) イドクスウリジン点眼液
(27) イミプラミン塩酸塩
(28) イルソグラジンマレイン酸塩細粒
(29) インジゴカルミン注射液
(30) ヒトインスリン(遺伝子組換え)
(31) インドメタシンカプセル
(32) インドメタシン坐剤
(33) ウルソデオキシコール酸顆粒
(34) エカベトナトリウム顆粒
(35) エストラジオール安息香酸エステル注射液
(36) エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液
(37) エストリオール錠
(38) エストリオール水性懸濁注射液
(39) エタクリン酸錠
(40) 消毒用エタノール
(41) エチゾラム細粒
(42) エチニルエストラジオール
(43) エチニルエストラジオール錠
(44) エチレフリン塩酸塩錠
(45) エドロホニウム塩化物注射液
(46) エフェドリン塩酸塩散 10%
(47) エフェドリン塩酸塩錠
(48) エフェドリン塩酸塩注射液
(49) エルゴメトリンマレイン酸塩錠
(50) エルゴメトリンマレイン酸塩注射液
(51) 10%塩化ナトリウム注射液
(52) 塩酸リモナーデ
(53) 複方オキシコドン注射液
(54) 複方オキシコドン・アトロピン注射液
(55) 果糖注射液
(56) カリ石ケン
(57) カルメロース
(58) カルメロースカルシウム
(59) カルメロースナトリウム
(60) キシリトール注射液
(61) 診断用クエン酸ナトリウム液
(62) 輸血用クエン酸ナトリウム注射液
(63) グリセリンカリ液
(64) 吸水クリーム
(65) 親水クリーム
(66) クリンダマイシン塩酸塩
(67) クレゾール水
(68) クレゾール石ケン液
(69) クロフィブラートカプセル
(70) クロミフェンクエン酸塩錠
(71) クロルジアゼポキシド散
(72) クロルジアゼポキシド錠
(73) クロルフェニラミンマレイン酸塩散
(74) クロルフェニラミンマレイン酸塩錠
(75) クロルプロパミド錠
(76) クロルプロマジン塩酸塩注射液
(77) ケトコナゾール液
(78) ケトコナゾールクリーム
(79) コデインリン酸塩散 1%
(80) コデインリン酸塩錠
(81) 複方サリチル酸精
(82) 酸素
(83) ジアゼパム
(84) ジギトキシン錠
(85) ジクロフェナミド錠
(86) ジスチグミン臭化物錠
(87) ジドロゲステロン錠
(88) ジノスタチン　スチマラマー
(89) ジヒドロコデインリン酸塩散 1%
(90) ジメンヒドリナート錠
(91) 硝酸銀点眼液
(92) 常水
(93) 精製水
(94) 滅菌精製水(容器入り)
(95) 注射用水
(96) 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒
(97) スキサメトニウム塩化物注射液
(98) 注射用スキサメトニウム塩化物
(99) スピロノラクトン
(100) スルピリン注射液
(101) スルホブロモフタレインナトリウム注射液
(102) 生理食塩液
(103) セファクロル
(104) セファクロル複合顆粒
(105) セファクロル細粒
(106) セファゾリンナトリウム水和物
(107) シロップ用セファトリジンプロピレングリコール
(108) セファレキシン
(109) シロップ用セファレキシン
(110) セファロチンナトリウム
(111) セフィキシム水和物
(112) セフェピム塩酸塩水和物
(113) セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物
(114) セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒
(115) セフジトレン　ピボキシル細粒
(116) セフジニル細粒
(117) セフチブテン水和物
(118) セフテラム　ピボキシル細粒
(119) セフポドキシム　プロキセチル
(120) シロップ用セフロキサジン
(121) セボフルラン
(122) D－ソルビトール液
(123) タクロリムス水和物
(124) タルク
(125) 炭酸水素ナトリウム注射液
(126) 単シロップ
(127) チアマゾール錠
(128) チアミン塩化物塩酸塩散
(129) チアミン塩化物塩酸塩注射液
(130) 注射用チオペンタールナトリウム
(131) チオ硫酸ナトリウム注射液
(132) 窒素
(133) チペピジンヒベンズ酸塩錠
(134) L－チロシン
(135) テストステロンエナント酸エステル注射液
(136) デスラノシド注射液
(137) デヒドロコール酸注射液
(138) ドパミン塩酸塩注射液
(139) トリクロホスナトリウムシロップ
(140) トリヘキシフェニジル塩酸塩錠
(141) トリメタジオン錠
(142) トルナフタート液

(143) トルブタミド錠
(144) ドロキシドパ細粒
(145) トロキシピド細粒
(146) ナタネ油
(147) ナファゾリン・クロルフェニラミン液
(148) ニカルジピン塩酸塩注射液
(149) ニコチン酸注射液
(150) ニコモール錠
(151) 二酸化炭素
(152) ニセルゴリン散
(153) ニトログリセリン錠
(154) ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液
(155) ノルアドレナリン注射液
(156) ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠
(157) バクロフェン錠
(158) パパベリン塩酸塩注射液
(159) パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒
(160) ビサコジル坐剤
(161) ヒドララジン塩酸塩散
(162) ヒドララジン塩酸塩錠
(163) 注射用ヒドララジン塩酸塩
(164) ピペラジンリン酸塩錠
(165) ファモチジン散
(166) シロップ用ファロペネムナトリウム
(167) フェニトイン散
(168) フェニトイン錠
(169) フェノバルビタール
(170) フェノバルビタール散 10%
(171) 液状フェノール
(172) フェノール水
(173) 消毒用フェノール水
(174) フェノール・亜鉛華リニメント
(175) フェノールスルホンフタレイン注射液
(176) ブドウ糖注射液
(177) プラゼパム錠
(178) フルラゼパムカプセル
(179) プレドニゾロン錠
(180) 注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム
(181) プロカイン塩酸塩注射液
(182) プロクロルペラジンマレイン酸塩錠
(183) プロピルチオウラシル錠
(184) フロプロピオンカプセル
(185) プロベネシド
(186) プロベネシド錠
(187) フロモキセフナトリウム
(188) ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム
(189) ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム
(190) ペチジン塩酸塩注射液
(191) ペルフェナジン錠
(192) ペルフェナジンマレイン酸塩錠
(193) ベンザルコニウム塩化物液
(194) ベンジルアルコール
(195) ベンゼトニウム塩化物液
(196) ホルマリン水
(197) マーキュロクロム液
(198) D－マンニトール注射液
(199) ミツロウ
(200) ミノサイクリン塩酸塩
(201) ミノサイクリン塩酸塩錠
(202) 注射用ミノサイクリン塩酸塩
(203) ミョウバン水
(204) *dl*－メチルエフェドリン塩酸塩散 10%
(205) メチルテストステロン錠
(206) メチルドパ錠
(207) メテノロンエナント酸エステル注射液
(208) メトロニダゾール錠
(209) メピバカイン塩酸塩
(210) メフルシド錠
(211) メロペネム水和物
(212) モルヒネ塩酸塩錠
(213) モルヒネ塩酸塩注射液
(214) モルヒネ・アトロピン注射液
(215) 葉酸錠
(216) 葉酸注射液
(217) ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液
(218) ヨードチンキ
(219) 希ヨードチンキ
(220) 歯科用ヨード・グリセリン
(221) 複方ヨード・グリセリン
(222) ヨード・サリチル酸・フェノール精
(223) ラタモキセフナトリウム
(224) ラナトシド C 錠
(225) リオチロニンナトリウム錠
(226) L－リシン塩酸塩
(227) L－リシン酢酸塩
(228) リドカイン注射液
(229) リファンピシンカプセル
(230) リボフラビン散
(231) リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液
(232) 硫酸亜鉛点眼液
(233) 硫酸マグネシウム水
(234) 硫酸マグネシウム注射液
(235) リンゲル液
(236) リン酸水素ナトリウム水和物
(237) レセルピン錠
(238) レセルピン注射液
(239) レバロルファン酒石酸塩注射液
(240) レボチロキシンナトリウム錠
(241) アマチャ
(242) アロエ
(243) アロエ末
(244) アンモニア・ウイキョウ精
(245) インヨウカク
(246) ウイキョウ油
(247) ウコン
(248) ウコン末
(249) ウワウルシ
(250) ウワウルシ流エキス
(251) エンゴサク
(252) エンゴサク末
(253) オンジ
(254) オンジ末
(255) カッコン
(256) 加味逍遙散エキス
(257) カンゾウエキス
(258) カンゾウ粗エキス
(259) カンテン
(260) キキョウ流エキス
(261) キササゲ
(262) キョウニン
(263) キョウニン水
(264) 苦味チンキ
(265) 桂枝茯苓丸エキス
(266) コウカ
(267) コウジン
(268) コウボク
(269) コウボク末
(270) 牛車腎気丸エキス
(271) ゴシュユ
(272) コンズランゴ
(273) コンズランゴ流エキス
(274) サイコ
(275) 柴苓湯エキス
(276) サフラン
(277) サンシシ
(278) サンシシ末
(279) サンシュユ
(280) サンソウニン
(281) シゴカ
(282) 苦味重曹水
(283) ショウマ
(284) シンイ
(285) 真武湯エキス
(286) セネガシロップ

(287) センソ
(288) ソウジュツ
(289) ソヨウ
(290) タクシャ
(291) タクシャ末
(292) チョウトウコウ
(293) チョレイ末
(294) チンピ
(295) トウガラシ
(296) トウガラシ末
(297) トウガラシチンキ
(298) トウニン
(299) トウニン末
(300) トウヒシロップ
(301) トウヒチンキ
(302) トコン
(303) トコン末
(304) トコンシロップ
(305) トチュウ
(306) ニンジン
(307) ニンジン末
(308) 八味地黄丸エキス
(309) ハチミツ
(310) ハッカ水
(311) ハマボウフウ
(312) 半夏厚朴湯エキス
(313) ビャクシ
(314) ビャクジュツ
(315) ブクリョウ
(316) ベラドンナエキス
(317) ボウイ
(318) ボウフウ
(319) ボタンピ
(320) ボタンピ末
(321) 補中益気湯エキス
(322) ホミカエキス
(323) ホミカエキス散
(324) ホミカチンキ
(325) ボレイ
(326) ボレイ末
(327) 苓桂朮甘湯エキス
(328) ロートエキス
(329) ロートエキス散
(330) ローヤルゼリー

22. 医薬品各条中，削除した品目は次のとおりである．

(1) アストロマイシン硫酸塩
(2) イソフェンインスリン水性懸濁注射液
(3) インスリン
(4) インスリン注射液
(5) インスリン亜鉛水性懸濁注射液
(6) 結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液
(7) 無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液
(8) シソマイシン硫酸塩
(9) セファピリンナトリウム
(10) セフロキシムナトリウム
(11) ネチルマイシン硫酸塩
(12) ブフェキサマク
(13) ブフェキサマククリーム
(14) ブフェキサマク軟膏
(15) プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液

23. 医薬品各条中，日本名を変更した品目は，次のとおりである．

(1) 吸水クリーム
(2) 親水クリーム
(3) 滅菌精製水(容器入り)
(4) セフィキシム水和物
(5) L－チロシン
(6) L－リシン塩酸塩
(7) L－リシン酢酸塩

24. 医薬品各条中，含量に関する規定を改める品目は，次のとおりである．

(1) アジマリン錠
(2) アスコルビン酸散
(3) アスコルビン酸注射液
(4) アスピリン錠
(5) 注射用アセチルコリン塩化物
(6) アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液
(7) アミトリプチリン塩酸塩錠
(8) アミノフィリン注射液
(9) イオタラム酸ナトリウム注射液
(10) イオタラム酸メグルミン注射液
(11) イソニアジド錠
(12) イソニアジド注射液
(13) イドクスウリジン点眼液
(14) イミプラミン塩酸塩
(15) インジゴカルミン注射液
(16) インドメタシンカプセル
(17) インドメタシン坐剤
(18) エストラジオール安息香酸エステル注射液
(19) エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液
(20) エストリオール錠
(21) エストリオール水性懸濁注射液
(22) エタクリン酸錠
(23) エチニルエストラジオール錠
(24) エドロホニウム塩化物注射液
(25) エフェドリン塩酸塩錠
(26) エフェドリン塩酸塩注射液
(27) エルゴメトリンマレイン酸塩錠
(28) エルゴメトリンマレイン酸塩注射液
(29) 果糖注射液
(30) キシリトール注射液
(31) クロフィブラートカプセル
(32) クロミフェンクエン酸塩錠
(33) クロルジアゼポキシド散
(34) クロルジアゼポキシド錠
(35) クロルプロパミド錠
(36) クロルプロマジン塩酸塩注射液
(37) コデインリン酸塩錠
(38) ジギトキシン錠
(39) ジクロフェナミド錠
(40) ジスチグミン臭化物錠
(41) ジメンヒドリナート錠
(42) ジドロゲステロン錠
(43) スキサメトニウム塩化物注射液
(44) 注射用スキサメトニウム塩化物
(45) スルピリン注射液
(46) スルホブロモフタレインナトリウム注射液
(47) D－ソルビトール液
(48) 炭酸水素ナトリウム注射液
(49) チアマゾール錠
(50) チアミン塩化物塩酸塩散
(51) チアミン塩化物塩酸塩注射液
(52) 注射用チオペンタールナトリウム
(53) チオ硫酸ナトリウム注射液
(54) チペピジンヒベンズ酸塩錠
(55) テストステロンエナント酸エステル注射液
(56) デスラノシド注射液
(57) デヒドロコール酸注射液
(58) ドパミン塩酸塩注射液
(59) トリクロホスナトリウムシロップ
(60) トリヘキシフェニジル塩酸塩錠
(61) トリメタジオン錠
(62) トルナフタート液
(63) トルブタミド錠
(64) ニカルジピン塩酸塩注射液
(65) ニコチン酸注射液
(66) ニコモール錠
(67) ニトログリセリン錠

(68) ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液
(69) ノルアドレナリン注射液
(70) ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠
(71) バクロフェン錠
(72) パパベリン塩酸塩注射液
(73) ビサコジル坐剤
(74) ヒドララジン塩酸塩散
(75) ヒドララジン塩酸塩錠
(76) 注射用ヒドララジン塩酸塩
(77) ピペラジンリン酸塩錠
(78) ブドウ糖注射液
(79) プラゼパム錠
(80) フルラゼパムカプセル
(81) プレドニゾロン錠
(82) 注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム
(83) プロカイン塩酸塩注射液
(84) プロクロルペラジンマレイン酸塩錠
(85) プロピルチオウラシル錠
(86) プロベネシド錠
(87) ペチジン塩酸塩注射液
(88) ペルフェナジン錠
(89) ペルフェナジンマレイン酸塩錠
(90) ベンザルコニウム塩化物液
(91) ベンゼトニウム塩化物液
(92) D－マンニトール注射液
(93) メチルドパ錠
(94) メテノロンエナント酸エステル注射液
(95) メフルシド錠
(96) モルヒネ塩酸塩錠
(97) モルヒネ塩酸塩注射液
(98) 葉酸錠
(99) 葉酸注射液
(100) ラナトシドC錠
(101) リオチロニンナトリウム錠
(102) リドカイン注射液
(103) リボフラビン散
(104) リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液
(105) 硫酸マグネシウム注射液
(106) レセルピン錠
(107) レセルピン注射液
(108) レバロルファン酒石酸塩注射液
(109) レボチロキシンナトリウム錠

25. 医薬品各条中，製剤総則の改正に伴い，製法の項を改めた品目は，次のとおりである．

(1) アスコルビン酸散
(2) イルソグラジンマレイン酸塩細粒
(3) エチゾラム細粒
(4) エフェドリン塩酸塩散 10%
(5) クロルジアゼポキシド散
(6) クロルフェニラミンマレイン酸塩散
(7) ケトコナゾール液
(8) ケトコナゾールクリーム
(9) コデインリン酸塩散 1%
(10) ジヒドロコデインリン酸塩散 1%
(11) 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒
(12) セファクロル細粒
(13) シロップ用セファトリジンプロピレングリコール
(14) シロップ用セファレキシン
(15) セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒
(16) セフジトレン　ピボキシル細粒
(17) セフジニル細粒
(18) セフテラム　ピボキシル細粒
(19) シロップ用セフロキサジン
(20) ドロキシドパ細粒
(21) トロキシピド細粒
(22) ニセルゴリン散
(23) ヒドララジン塩酸塩散
(24) ファモチジン散
(25) シロップ用ファロペネムナトリウム
(26) フェニトイン散
(27) フェノバルビタール散 10%
(28) ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム
(29) *dl*－メチルエフェドリン塩酸塩散 10%
(30) リボフラビン散

26. 医薬品各条中，製剤総則の改正に伴い，粒度の項を削除する品目は，次のとおりである．

(1) アゼラスチン塩酸塩顆粒
(2) ウルソデオキシコール酸顆粒
(3) エカベトナトリウム顆粒
(4) クロルフェニラミンマレイン酸塩散
(5) セファクロル複合顆粒
(6) ニセルゴリン散
(7) パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒
(8) フェノバルビタール散 10%

27. 医薬品各条中，水各条の改正に伴い，製法の項を改める品目は，次のとおりである．

(1) アドレナリン液
(2) アヘンチンキ
(3) アヘンアルカロイド塩酸塩注射液
(4) アヘンアルカロイド･アトロピン注射液
(5) アヘンアルカロイド･スコポラミン注射液
(6) 弱アヘンアルカロイド･スコポラミン注射液
(7) アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液
(8) L－アルギニン塩酸塩注射液
(9) イオウ・カンフルローション
(10) イオタラム酸ナトリウム注射液
(11) イオタラム酸メグルミン注射液
(12) 消毒用エタノール
(13) 10%塩化ナトリウム注射液
(14) 塩酸リモナーデ
(15) 複方オキシコドン注射液
(16) 複方オキシコドン･アトロピン注射液
(17) カリ石ケン
(18) 診断用クエン酸ナトリウム液
(19) 輸血用クエン酸ナトリウム注射液
(20) グリセリンカリ液
(21) 吸水クリーム
(22) 親水クリーム
(23) クレゾール水
(24) クレゾール石ケン液
(25) 複方サリチル酸精
(26) 硝酸銀点眼液
(27) 生理食塩液
(28) 単シロップ
(29) デスラノシド注射液
(30) ナファゾリン・クロルフェニラミン液
(31) 消毒用フェノール水
(32) フェノール水
(33) フェノール・亜鉛華リニメント
(34) フェノールスルホンフタレイン注射液
(35) ベンザルコニウム塩化物液
(36) ベンゼトニウム塩化物液
(37) ホルマリン水
(38) マーキュロクロム液
(39) ミョウバン水
(40) モルヒネ･アトロピン注射液
(41) ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液
(42) ヨードチンキ
(43) 希ヨードチンキ
(44) 歯科用ヨード・グリセリン
(45) 複方ヨード・グリセリン
(46) ヨード・サリチル酸・フェノール精
(47) 硫酸亜鉛点眼液
(48) 硫酸マグネシウム水

(49)　リンゲル液
(50)　アンモニア・ウイキョウ精
(51)　ウワウルシ流エキス
(52)　カンゾウエキス
(53)　カンゾウ粗エキス
(54)　キキョウ流エキス
(55)　キョウニン水
(56)　苦味チンキ
(57)　コンズランゴ流エキス
(58)　苦味重曹水
(59)　セネガシロップ
(60)　トウヒシロップ
(61)　トウヒチンキ
(62)　トコンシロップ
(63)　ハッカ水
(64)　ベラドンナエキス
(65)　ホミカエキス
(66)　ホミカエキス散
(67)　ホミカチンキ
(68)　ロートエキス
(69)　ロートエキス散

28．医薬品各条中，成分含量測定法の項を定量法に改める品目は，次のとおりである．

(1)　アロエ
(2)　アロエ末
(3)　ウコン
(4)　ウコン末
(5)　ウワウルシ
(6)　ウワウルシ流エキス
(7)　エンゴサク
(8)　エンゴサク末
(9)　キョウニン
(10)　コウボク
(11)　コウボク末
(12)　サイコ
(13)　サンシシ
(14)　サンシシ末
(15)　サンシュユ
(16)　センソ
(17)　ソヨウ
(18)　チョウトウコウ
(19)　トウガラシ
(20)　トウガラシ末
(21)　トウガラシチンキ
(22)　トウニン
(23)　トウニン末
(24)　トコン
(25)　トコン末
(26)　トコンシロップ
(27)　ボタンピ
(28)　ボタンピ末
(29)　ローヤルゼリー

29．医薬品各条中，日本名別名を追加した品目は，次のとおりである．

(1)　ヒトインスリン

30．医薬品各条中，日本名別名を削除した品目は，次のとおりである．

(1)　カルメロース
(2)　カルメロースカルシウム
(3)　カルメロースナトリウム

第十六改正日本薬局方の作成に従事した者は，次のとおりである．

相見則郎	青木光夫	青貫喜一	○青柳伸男
赤堀文昭	浅野年紀	浅間宏志	芦澤一英
麻生伸一郎	阿曽幸男	天笠光雄	新井洋由
有本恵子	池上一彦	井越伸和	井崎正夫
石井明子	石塚恒雄	伊豆津健一	板井茂
市川隆徳	伊藤喬	伊藤千鶴子	伊藤裕二
乾賢一	犬伏孝一	植竹厚裕	上原至雅
内田恵理子	梅本和一	江村誠	大石了三
大内正	大久保恒夫	大住優子	大塚雅巳
大槻淳幸	大庭澄明	岡崎公哉	岡田敏史
岡田稔	岡鼻仁生	奥川隆政	奥田晴宏
小椋康光	小此木明	落合周吉	小和田和宏
甲斐明美	掛樋一晃	片山博仁	加藤くみ子
加藤はる	加藤喜昭	香取典子	金井武峰
川上宇良雄	川嵜敏祐	川崎ナナ	川島嘉明
川田哲	川西徹	川原信夫	川原崎芳彦
菅家甫子	木内文之	菊地祐一	菊池裕
木嶋敬二	岸本康弘	北田光一	木津純子
楠文代	楠山久美子	國定孝夫	熊坂謙一
栗田浩幸	栗原正明	栗山晴夫	小出達夫
合田幸広	古賀裕香里	小久保宏恭	小嶋茂雄
五島隆志	小長谷昌功	古林隆司	小松かつ子
小松原仁	小村昭夫	紺田哲哉	近田俊文
近藤健児	近藤誠三	濟木健次	齋藤幸夫
酒井英二	坂上吉一	坂本知昭	櫻井信豪
篠置一道	佐々木邦雄	佐々木次雄	佐々木智子
佐々木秀樹	佐々木博	佐竹元吉	佐藤恭子
三田智文	嶋田康男	清水袈裟光	志村恭子
下田耕三	正田卓司	白木澤治	代田修
末吉祥子	菅谷真二	杉浦大介	鈴木英世
鈴木幹雄	須藤慶一	砂田久一	関口道子
関田節子	相馬淳也	園部尚	高居邦弘
高尾正樹	高田渉	高地敏夫	高寺喜久雄
高橋良和	田口信夫	竹内洋文	武田修己
竹田忠紘	武田寧	田代芳一	只木晋一
田中俊弘	田中晴雄	田中正明	田邊豊重
○棚元憲一	谷本剛	千熊正彦	柘植英哉
都司洋介	辻本広行	筒井和典	勅使河原正文
寺岡麗子	寺下敬次郎	寺田勝英	寺林進
徳永裕司	富岡清	富田基郎	富塚弘之
内藤貴博	猶塚正明	中川晋作	永重裕紹
中島恵美	中島辰巳	中野達也	中村洋
那須正夫	七浦光雄	新見伸吾	西原豊
西村浩	糠信敦司	袴塚高志	◎橋田充
橋本晋	長谷川紘司	波多野晴美	波多野理香
花尻瑠理	花田賢太郎	巾崎宜晃	◎早川堯夫
林正弘	林美則	原田敏和	番場孝
樋口賢治	檜山行雄	日向昌司	平田雄樹
平松勝太	平山総良	廣島高志	福原潔
藤倉茂行	藤瀬昭彦	渕野裕之	船本剛朗

古川明弘	細野直樹	細谷憲司	堀田國元
前田昌子	牧田みどり	松木則夫	松田芳久
丸本正彦	三浦剛	三上栄一	水柿道直
水田泰一	三橋隆夫	美濃部敏	宮川剛
宮崎玉樹	宮田直樹	宮本公人	村井敏美
室井正志	森充生	森川馨	森澤且廣
森田收	森田隆司	守本成紀	矢島毅彦
安尾志保	安原眞人	山口哲司	山口照英
山崎壮	山下親正	山田年恭	山本惠一
山本恵司	山本藤輔	吉岡澄江	吉田久美
吉田仁夫	余田光	米持悦生	四方田千佳子
和田雅昭	渡邊英二	渡邉治雄	

◎日本薬局方部会長　○日本薬局方部会長代理

第十六改正

日本薬局方

通則

1　この日本薬局方を第十六改正日本薬局方と称し，その略名は「日局十六」，「日局16」，「JP XVI」又は「JP 16」とする．

2　この日本薬局方の英名を「The Japanese Pharmacopoeia Sixteenth Edition」とする．

3　日本薬局方の医薬品とは，医薬品各条に規定するものをいう．その名称とは医薬品各条に掲げた日本名又は日本名別名である．

　また，医薬品各条においては，英名を掲げ，必要に応じて化学名又はラテン名を掲げる．

4　生薬総則を適用する生薬及びこれらを有効成分として含む散剤，エキス剤，チンキ剤，シロップ剤，酒精剤，流エキス剤，坐剤などの製剤(ただし，配合剤にあっては，これらを主たる有効成分として含む製剤)を「生薬等」としてまとめ，医薬品各条の末尾に配置する．

5　日本薬局方の医薬品の適否は，その医薬品各条の規定，通則，生薬総則，製剤総則及び一般試験法の規定によって判定する．ただし，医薬品各条の規定中，性状の項及び製剤に関する貯法の項の保存条件は参考に供したもので，適否の判定基準を示すものではない．

6　医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは，別に規定する場合を除き，当該動物は，原則として，健康なものでなければならない．

7　日本薬局方の医薬品は，その医薬品名の前後に「　」を付けて示す．ただし，医薬品各条の表題，製法中の処方，生薬総則及び製剤総則ではこれを付けない．

8　日本薬局方の医薬品名，又は物質名の次に(　)で分子式又は組成式を付けたものは，化学的純物質を意味する．日本薬局方において用いる原子量は，2010年国際原子量表による．

　また，分子量は，小数第2位までとし，第3位を四捨五入する．

9　日本薬局方における主な単位については，次の記号を用いる．

メートル	m
センチメートル	cm
ミリメートル	mm
マイクロメートル	μm
ナノメートル	nm
キログラム	kg
グラム	g
ミリグラム	mg
マイクログラム	μg
ナノグラム	ng
ピコグラム	pg
セルシウス度	℃
モル	mol
ミリモル	mmol
平方センチメートル	cm^2
リットル	L
ミリリットル	mL
マイクロリットル	μL
メガヘルツ	MHz
毎センチメートル	cm^{-1}
ニュートン	N
キロパスカル	kPa
パスカル	Pa
パスカル秒	Pa･s
ミリパスカル秒	mPa･s
平方ミリメートル毎秒	mm^2/s
ルクス	lx
モル毎リットル	mol/L
ミリモル毎リットル	mmol/L
質量百分率	%
質量百万分率	ppm
質量十億分率	ppb
体積百分率	vol%
体積百万分率	vol ppm
質量対容量百分率	w/v%
マイクロジーメンス毎センチメートル	$\mu S \cdot cm^{-1}$
エンドトキシン単位	EU
コロニー形成単位	CFU

　ただし，一般試験法の核磁気共鳴スペクトル測定法で用いるppmは化学シフトを示す．

　また，w/v%は製剤の処方又は成分などを示す場合に用いる．

10　医薬品の力価を示すとき用いる単位は医薬品の量とみなす．通例，一定の生物学的作用を現す一定の標準品量で示され，医薬品の種類によって異なる．単位は原則として生物学的方法によってそれぞれの標準品と比較して定める．日本薬局方医薬品において単位とは日本薬局方単位を示す．

11　医薬品各条の試験において「別に規定する」とあるのは，薬事法に基づく承認の際に規定することを示す．

12　製造工程のバリデーション及び適切な工程管理と品質管理の試験検査に関する記録により，その品質が日本薬局方に適合することが恒常的に保証される場合には，出荷時の検査などにおいて，必要に応じて各条の規格の一部について試験を省略できる．

13　日本薬局方に規定する試験法に代わる方法で，それが規定の方法以上の真度及び精度がある場合は，その方法を用いることができる．ただし，その結果について疑いのある場合は，規定の方法で最終の判定を行う．

14　生物学的な試験法の規定は，試験の本質に影響のない限り試験方法の細部については変更することができる．

15　試験又は貯蔵に用いる温度は，原則として，具体的な数値で記載する．ただし，以下の記述を用いることができる．

　標準温度は20℃，常温は15～25℃，室温は1～30℃，微温は30～40℃とする．冷所は，別に規定するもののほか，1～15℃の場所とする．

　冷水は10℃以下，微温湯は30～40℃，温湯は60～70℃，熱湯は約100℃の水とする．

　加熱した溶媒又は熱溶媒とは，その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい，加温した溶媒又は温溶媒とは，通例，60～70℃に熱したものをいう．水浴上又は水浴中で加熱す

るとは，別に規定するもののほか，沸騰している水浴又は約100℃の蒸気浴を用いて加熱することである．

通例，冷浸は15～25℃，温浸は35～45℃で行う．

16　滴数を量るには，20℃において水20滴を滴加するとき，その質量が0.90～1.10gとなるような器具を用いる．

17　減圧は，別に規定するもののほか，2.0kPa以下とする．

18　液性を酸性，アルカリ性又は中性として示した場合は，別に規定するもののほか，リトマス紙を用いて検する．液性を詳しく示すにはpH値を用いる．

19　医薬品の切度及び粉末度の名称は次による．

ふるい番号 (ふるいの呼び寸法)	左のふるいを 通ったものの名称
4 号(4750μm)	粗切
6.5 号(2800μm)	中切
8.6 号(2000μm)	細切
18 号(850μm)	粗末
50 号(300μm)	中末
100 号(150μm)	細末
200 号(75μm)	微末

20　医薬品等の試験に用いる水は，試験を妨害する物質を含まないなど，試験を行うのに適した水とする．

21　溶質名の次に溶液と記載し，特にその溶媒名を示さないものは水溶液を示す．

22　溶液の濃度を(1→3)，(1→10)，(1→100)などで示したものは，固形の薬品は1g，液状の薬品は1mLを溶媒に溶かして全量をそれぞれ3mL，10mL，100mLなどとする割合を示す．また，混液を(10：1)又は(5：3：1)などで示したものは，液状薬品の10容量と1容量の混液又は5容量と3容量と1容量の混液などを示す．

23　質量を「精密に量る」とは，量るべき最小位を考慮し，0.1mg，0.01mg又は0.001mgまで量ることを意味し，また，質量を「正確に量る」とは，指示された数値の質量をそのけた数まで量ることを意味する．

24　医薬品の試験において，nけたの数値を得るには，通例，(n+1)けたまで数値を求めた後，(n+1)けた目の数値を四捨五入する．

25　医薬品の試験は，別に規定するもののほか常温で行い，操作直後に観察するものとする．ただし，温度の影響のあるものの判定は，標準温度における状態を基準とする．

26　医薬品の試験の操作において，「直ちに」とあるのは，通例，前の操作の終了から30秒以内に次の操作を開始することを意味する．

27　性状の項において，白色と記載したものは白色又はほとんど白色，無色と記載したものは無色又はほとんど無色を示すものである．色調を試験するには，別に規定するもののほか，固形の医薬品はその1gを白紙上又は白紙上に置いた時計皿にとり，観察する．液状の医薬品は内径15mmの無色の試験管に入れ，白色の背景を用い，液層を30mmとして観察する．液状の医薬品の澄明性を試験するには，黒色又は白色の背景を用い，前記の方法を準用する．液状の医薬品の蛍光を観察するには，黒色の背景を用い，白色の背景は用いない．

28　性状の項において，無臭又はにおいがないと記載したものは，においがないか，又はほとんどにおいがないことを示すものである．においを試験するには，別に規定するもののほか，固形の医薬品1g又は液状の医薬品1mLをビーカーにとり，行う．

29　性状の項において，溶解性を示す用語は次による．溶解性は，別に規定するもののほか，医薬品を固形の場合は粉末とした後，溶媒中に入れ，20±5℃で5分ごとに強く30秒間振り混ぜるとき，30分以内に溶ける度合をいう．

用語	溶質 1g 又は 1mL を 溶かすに要する溶媒量	
極めて溶けやすい		1mL 未満
溶けやすい	1mL 以上	10mL 未満
やや溶けやすい	10mL 以上	30mL 未満
やや溶けにくい	30mL 以上	100mL 未満
溶けにくい	100mL 以上	1000mL 未満
極めて溶けにくい	1000mL 以上	10000mL 未満
ほとんど溶けない		10000mL 以上

30　医薬品の試験において，医薬品が溶媒に溶け又は混和するとは，澄明に溶けるか又は任意の割合で澄明に混和することを示し，繊維などを認めないか又は認めても極めてわずかである．

31　確認試験は，医薬品又は医薬品中に含有されている主成分などを，その特性に基づいて確認するための試験である．

32　純度試験は，医薬品中の混在物を試験するために行うもので，医薬品各条のほかの試験項目と共に，医薬品の純度を規定する試験でもあり，通例，その混在物の種類及びその量の限度を規定する．この試験の対象となる混在物は，その医薬品を製造する過程又は保存の間に混在を予想されるもの又は有害な混在物例えば重金属，ヒ素などである．また，異物を用い又は加えることが予想される場合については，その試験を行う．

33　乾燥又は強熱するとき，恒量とは，別に規定するもののほか，引続き更に1時間乾燥又は強熱するとき，前後の秤量差が前回に量った乾燥物又は強熱した残留物の質量の0.10%以下であることを示し，生薬においては0.25%以下とする．ただし，秤量差が，化学はかりを用いたとき0.5mg以下，セミミクロ化学はかりを用いたとき0.05mg以下，ミクロ化学はかりを用いたとき0.005mg以下の場合は，恒量とみなす．

34　定量法は，医薬品の組成，成分の含量，含有単位などを物理的，化学的又は生物学的方法によって測定する試験法である．

35　定量に供する試料の採取量に「約」を付けたものは，記載された量の±10%の範囲をいう．また，試料について単に「乾燥し」とあるのは，その医薬品各条の乾燥減量の項と同じ条件で乾燥することを示す．

36　医薬品各条の定量法で得られる成分含量の値について，単にある%以上を示し，その上限を示さない場合は101.0%を上限とする．

37　容器とは，医薬品を入れるもので，栓，ふたなども容器の一部である．容器は内容医薬品に規定された性状及び品質に対して影響を与える物理的，化学的作用を及ぼさない．

38　密閉容器とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，固形の異物が混入することを防ぎ，内容医薬品の損失を防ぐことができる容器をいう．

密閉容器の規定がある場合には，気密容器を用いることができる．

39　気密容器とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，固形又は液状の異物が侵入せず，内容医薬品の損失，風解，潮解又は蒸発を防ぐことができる容器をいう．

　気密容器の規定がある場合には，密封容器を用いることができる．

40　密封容器とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，気体の侵入しない容器をいう．

41　遮光とは，通常の取扱い，運搬又は保存状態において，内容医薬品に規定された性状及び品質に対して影響を与える光の透過を防ぎ，内容医薬品を光の影響から保護することができることをいう．

42　日本薬局方の医薬品で，医薬品各条において表示量，表示単位又は有効期限の規定があるものについては，その含量，含有単位又は最終有効年月を，直接の容器又は直接の被包に記載しなければならない．

43　日本薬局方の医薬品で，医薬品各条において基原，数値，物性等，特に表示するよう定められているものについては，その表示を，直接の容器又は直接の被包に記載しなければならない．

44　日本薬局方，欧州薬局方(The European Pharmacopoeia)及び米国薬局方(The United States Pharmacopeia)(以下「三薬局方」という．)での調和合意に基づき規定した一般試験法及び医薬品各条については，それぞれの冒頭にその旨を記載する．

　また，それぞれの一般試験法及び医薬品各条において三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

生薬総則

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

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

2　生薬は，通例，全形生薬，切断生薬又は粉末生薬に分けて取り扱う．

全形生薬は，その薬用とする部分などを乾燥し，又は簡単な加工をしたもので，医薬品各条に規定する．

切断生薬は，全形生薬を小片若しくは小塊に切断若しくは破砕したもの，又は粗切，中切若しくは細切したものであり，別に規定するもののほか，これを製するに用いた全形生薬の規定を準用する．

粉末生薬は，全形又は切断生薬を粗末，中末，細末又は微末としたものであり，通例，細末としたものについて医薬品各条に規定する．

3　生薬は，別に規定するもののほか，乾燥品を用いる．乾燥は，通例，60℃以下で行う．

4　生薬の基原は適否の判断基準とする．生薬の基原として，「その他同属植物」，「その他同属動物」，「その他近縁植物」及び「その他近縁動物」などと記載するものは，通例，同様の成分，薬効を有する生薬として用いられる原植物又は原動物をいう．

5　生薬の性状の項は，その生薬の代表的な原植物又は原動物に基づく生薬について，通例，その基準となる特徴的な要素を記載したものである．そのうち，色，におい及び溶解性については，においを適否の判定基準とすることを除き，通則の規定を準用する．また，味及び鏡検時の数値は，適否の判定基準とする．

6　粉末生薬のうち，別に規定するものについては賦形剤を加え，含量又は力価を調節することができる．

7　粉末生薬は，これを製するに用いた全形又は切断生薬中に含まれていない組織の破片，細胞，細胞内容物又はその他の異物を含まない．

8　生薬は，かび，昆虫又は他の動物による汚損物又は混在物及びその他の異物をできるだけ除いたものであり，清潔かつ衛生的に取り扱う．

9　生薬は，別に規定するもののほか，湿気及び虫害などを避けて保存する．虫害を防ぐため，適当な薫蒸剤を加えて保存することができる．ただし，この薫蒸剤は常温で揮散しやすく，その生薬の投与量において無害でなければならない．また，その生薬の治療効果を障害し，又は試験に支障をきたすものであってはならない．

10　生薬に用いる容器は，別に規定するもののほか，密閉容器とする．

製剤総則

[1] 製剤通則

（1） 製剤通則は，製剤全般に共通する事項を記載する．
（2） 剤形は，[2]製剤各条において，主に投与経路及び適用部位別に分類し，更に製剤の形状，機能，特性から細分類する．
なお，主として生薬を原料とする製剤は，[3]生薬関連製剤各条に記載する．
（3） 製剤各条及び生薬関連製剤各条は，広く，一般に用いられている剤形を示したものであり，これら以外の剤形についても，必要に応じて，適切な剤形とすることができる．例えば，投与経路と製剤各条の剤形名などを組み合わせることにより，形状又は用途などに適した剤形名を使用することができる．
（4） 製剤各条及び生薬関連製剤各条においては，剤形に応じた製剤特性を規定する．製剤特性は，適切な試験により確認する．
（5） 製剤には，薬効の発現時間の調節や副作用の低減を図る目的で，有効成分の放出速度を調節する機能を付与することができる．放出速度を調節した製剤は，適切な放出特性を有する．
また，放出速度を調節した製剤に添付する文書及びその直接の容器又は直接の被包には，通例，付与した機能に対応した記載を行う．
（6） 添加剤は，製剤に含まれる有効成分以外の物質で，有効成分及び製剤の有用性を高める，製剤化を容易にする，品質の安定化を図る，又は使用性を向上させるなどの目的で用いられる．製剤には，必要に応じて，適切な添加剤を加えることができる．ただし，用いる添加剤はその製剤の投与量において薬理作用を示さず，無害でなければならない．また，添加剤は有効成分の治療効果を妨げるものであってはならない．
（7） 製剤の製造などに用いられる精製水は「精製水」及び「精製水(容器入り)」を示し，注射用水は「注射用水」及び「注射用水(容器入り)」を示す．
製剤に用いる植物油とは，医薬品各条に収載する植物性脂肪油中，通例，食用に供するものをいう．また，単にデンプンと記載するときは，別に規定するもののほか，医薬品各条に収載する各種デンプンのいずれを用いてもよい．
なお，vol%を規定したエタノールとは，エタノールをとり，精製水又は注射用水を加え，規定のvol%に調整したものである．
（8） 非無菌製剤であっても，微生物による汚染や増殖を避け，必要に応じて，微生物限度試験法〈*4.05*〉を適用する．
（9） 製剤均一性試験法のうちの含量均一性試験及び溶出試験法は，生薬又は生薬関連製剤を原料とする製剤中の生薬成分については適用されない．
(10) 製剤の容器・包装は，製剤の品質確保と共に，適正な使用及び投与時の安全確保に適したものとする．空気中の酸素などから製剤の品質を保護するために，脱酸素剤を装てんすることや，容器などに低気体透過性の材料を用いることができる．
湿気が品質に影響を与えるおそれのある製剤では，乾燥剤を装てんすることや，容器などに水分透過の少ない材料を用いるなどの防湿包装とすることができる．
また，水分の蒸散により品質が変化するおそれのある製剤では，容器などに低水蒸気透過性の材料を用いることができる．
一回使用量ずつ包装したものは分包品と称する．
(11) 製剤は，別に規定するもののほか，室温で保存する．製剤の品質に光が影響を与える場合，遮光して保存する．

[2] 製剤各条

（1） 製剤各条は，剤形の定義，製法，試験法，容器・包装及び貯法を示すものである．
（2） 製剤各条における試験法及び容器・包装に関する記述は基本的な要求事項であり，また，製法は一般的な製法を示したものである．

1. 経口投与する製剤
Preparations for Oral Administration

（1） 経口投与する即放性製剤は，製剤からの有効成分の放出性を特に調節していない製剤で，通例，有効成分の溶解性に応じた溶出挙動を示す．
（2） 経口投与する放出調節製剤は，固有の製剤設計及び製法により放出性を目的に合わせて調節した製剤で，腸溶性製剤，徐放性製剤などが含まれる．
（i） 腸溶性製剤
腸溶性製剤は，有効成分の胃内での分解を防ぐ，又は有効成分の胃に対する刺激作用を低減させるなどの目的で，有効成分を胃内で放出せず，主として小腸内で放出するよう設計された製剤である．本剤を製するには，通例，酸不溶性の腸溶性基剤を用いて皮膜を施す．
（ii） 徐放性製剤
徐放性製剤は，投与回数の減少又は副作用の低減を図るなどの目的で，製剤からの有効成分の放出速度，放出時間，放出部位を調節した製剤である．本剤を製するには，通例，適切な徐放化剤を用いる．
（3） 経口投与する製剤のうち，カプセル剤，顆粒剤及び錠剤などでは，服用を容易にする，又は有効成分の分解を防ぐなどの目的で，糖類又は糖アルコール類，高分子化合物など適切なコーティング剤で剤皮を施すことができる．

1.1. 錠剤
Tablets

（1） 錠剤は，経口投与する一定の形状の固形の製剤である．
本剤には，口腔内崩壊錠，チュアブル錠，発泡錠，分散錠及び溶解錠が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．また，適切な方法により，腸溶錠又は徐放錠とすることができる．
（i） 有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤などの添加剤を加えて混和して均質とし，水又は結合剤を含む溶液を用いて適切な方法で粒状とした後，滑沢剤などを加えて混和し，圧縮成形する．
（ii） 有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤などの添加剤を加えて混和して均質としたものを，直接圧縮成形して製するか，

又はあらかじめ添加剤で製した顆粒に有効成分及び滑沢剤などを加えて混和して均質とした後，圧縮成形する．

(iii) 有効成分に賦形剤，結合剤などの添加剤を加えて混和して均質とし，溶媒で湿潤させた練合物を一定の形状に成形した後，又は練合物を一定の型に流し込んで成形した後，適切な方法で乾燥する．

(iv) 素錠は，通例，(ⅰ)，(ⅱ)又は(iii)により製する．

(v) フィルムコーティング錠は，通例，素錠に高分子化合物などの適切なコーティング剤で薄く剤皮を施して製する．

(vi) 糖衣錠は，通例，素錠に糖類又は糖アルコールを含むコーティング剤で剤皮を施して製する．

(vii) 多層錠は，適切な方法により，組成の異なる粉粒体を層状に積み重ねて圧縮成形して製する．

(viii) 有核錠は，内核錠を組成の異なる外層で覆って製する．

（３） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．

（４） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉又は崩壊試験法〈6.09〉に適合する．ただし，発泡錠のうち有効成分を溶解させる製剤及び溶解錠には適用しない．

（５） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.1.1. 口腔内崩壊錠
Orally Disintegrating Tablets/Orodispersible Tablets

（１） 口腔内崩壊錠は，口腔内で速やかに溶解又は崩壊させて服用できる錠剤である．

（２） 本剤は，適切な崩壊性を有する．

1.1.2. チュアブル錠
Chewable Tablets

（１） チュアブル錠は，咀嚼して服用する錠剤である．

（２） 本剤は，服用時の窒息を防止できる形状とする．

1.1.3. 発泡錠
Effervescent Tablets

（１） 発泡錠は，水中で急速に発泡しながら溶解又は分散する錠剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，適切な酸性物質，及び炭酸塩又は炭酸水素塩を用いる．

1.1.4. 分散錠
Dispersible Tablets

（１） 分散錠は，水に分散して服用する錠剤である．

1.1.5. 溶解錠
Soluble Tablets

（１） 溶解錠は，水に溶解して服用する錠剤である．

1.2. カプセル剤
Capsules

（１） カプセル剤は，経口投与する，カプセルに充てん又はカプセル基剤で被包成形した製剤である．

本剤には，硬カプセル剤及び軟カプセル剤がある．

（２） 本剤を製するには，通例，次の方法による．また，適切な方法により腸溶性カプセル剤又は徐放性カプセル剤とすることができる．カプセル基剤に着色剤，保存剤などを加えることができる．

(ⅰ) 硬カプセル剤

硬カプセル剤は，有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和して均質としたもの，又は適切な方法で粒状若しくは成形物としたものを，カプセルにそのまま又は軽く成形して充てんして製する．

(ⅱ) 軟カプセル剤

軟カプセル剤は，有効成分に添加剤を加えたものを，グリセリン又はD－ソルビトールなどを加えて塑性を増したゼラチンなどの適切なカプセル基剤で，一定の形状に被包成形して製する．

（３） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．

（４） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉又は崩壊試験法〈6.09〉に適合する．

（５） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.3. 顆粒剤
Granules

（１） 顆粒剤は，経口投与する粒状に造粒した製剤である．

本剤には，発泡顆粒剤が含まれる．

（２） 本剤を製するには，通例，次の方法による．必要に応じて，剤皮を施す．また，適切な方法により，徐放性顆粒剤又は腸溶性顆粒剤とすることができる．

(ⅰ) 粉末状の有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤又はそのほかの添加剤を加えて混和して均質にした後，適切な方法により粒状とする．

(ⅱ) あらかじめ粒状に製した有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和し，均質とする．

(iii) あらかじめ粒状に製した有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和し，適切な方法により粒状とする．

（３） 製剤の粒度の試験法〈6.03〉を行うとき，18号(850μm)ふるいを全量通過し，30号(500μm)ふるいに残留するものは全量の10%以下のものを細粒剤と称することができる．

（４） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．

（５） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉又は崩壊試験法〈6.09〉に適合する．

ただし，発泡顆粒剤のうち溶解させる製剤には適用しない．また，製剤の粒度の試験法〈6.03〉に準じてふるうとき，30号(500μm)ふるいに残留するものが10%以下のものには崩壊試験法を適用しない．

（６） 本剤のうち，微粒状に造粒したもの(製剤の粒度の試験法〈6.03〉を行うとき，18号(850μm)ふるいを全量通過し，30号(500μm)ふるいに残留するものは全量の5%以下のもの)を散剤と称することができる．

（7） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.3.1. 発泡顆粒剤
Effervescent Granules

（1） 発泡顆粒剤は，水中で急速に発泡しながら溶解又は分散する顆粒剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，適切な酸性物質，及び炭酸塩又は炭酸水素塩を用いる．

1.4. 散剤
Powders

（1） 散剤は，経口投与する粉末状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤又はそのほかの添加剤を加えて混和して均質とする．
（3） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉に適合する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

1.5. 経口液剤
Liquids and Solutions for Oral Administration

（1） 経口液剤は，経口投与する，液状又は流動性のある粘稠なゲル状の製剤である．
本剤には，エリキシル剤，懸濁剤，乳剤及びリモナーデ剤が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤及び精製水を加え，混和して均質に溶解，又は乳化若しくは懸濁し，必要に応じて，ろ過する．
（3） 本剤のうち変質しやすいものは，用時調製する．
（4） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

1.5.1. エリキシル剤
Elixirs

（1） エリキシル剤は，甘味及び芳香のあるエタノールを含む澄明な液状の経口液剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，固形の有効成分又はその浸出液にエタノール，精製水，着香剤及び白糖，そのほかの糖類又は甘味剤を加えて溶かし，ろ過又はそのほかの方法によって澄明な液とする．

1.5.2. 懸濁剤
Suspensions

（1） 懸濁剤は，有効成分を微細均質に懸濁した経口液剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，固形の有効成分に懸濁化剤又はそのほかの添加剤と精製水又は油を加え，適切な方法で懸濁し，全体を均質とする．
（3） 本剤は，必要に応じて，用時混和して均質とする．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉に適合する．

1.5.3. 乳剤
Emulsions

（1） 乳剤は，有効成分を微細均質に乳化した経口液剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，液状の有効成分に乳化剤と精製水を加え，適切な方法で乳化し，全体を均質とする．
（3） 本剤は，必要に応じて，用時混和して均質とする．

1.5.4. リモナーデ剤
Lemonades

（1） リモナーデ剤は，甘味及び酸味のある澄明な液状の経口液剤である．

1.6. シロップ剤
Syrups

（1） シロップ剤は，経口投与する，糖類又は甘味剤を含む粘稠性のある液状又は固形の製剤である．
本剤には，シロップ用剤が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，白糖，そのほかの糖類若しくは甘味剤の溶液又は単シロップに有効成分を加えて溶解，混和，懸濁又は乳化し，必要に応じて，混液を煮沸した後，熱時ろ過する．
（3） 本剤のうち変質しやすいものは，用時調製する．
（4） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．
（5） 本剤のうち懸濁した製剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉に適合する．
（6） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

1.6.1. シロップ用剤
Preparations for Syrups

（1） シロップ用剤は，水を加えるとき，シロップ剤となる顆粒状又は粉末状の製剤である．ドライシロップ剤と称することができる．
（2） 本剤を製するには，通例，糖類又は甘味剤を用いて「1.3.顆粒剤」又は「1.4.散剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，通例，用時溶解又は用時懸濁して用いる．
（4） 本剤のうち用時溶解して用いる製剤以外は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉又は崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．ただし，製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉に準じてふるうとき，30号(500μm)ふるいに残留するものが10%以下のものには崩壊試験法を適用しない．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又

は防湿性の包装を施す.

1.7. 経口ゼリー剤
Jellies for Oral Administration

（1） 経口ゼリー剤は，経口投与する，流動性のない成形したゲル状の製剤である.
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤及び高分子ゲル基剤を加えて混和し，適切な方法でゲル化させ一定の形状に成形する.
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する.
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈6.10〉に適合する．又は適切な崩壊性を有する.
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す.

2. 口腔内に適用する製剤
Preparations for Oro-mucosal Application

2.1. 口腔用錠剤
Tablets for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用錠剤は，口腔内に適用する一定の形状の固形の製剤である.
本剤には，トローチ剤，舌下錠，バッカル錠，付着錠及びガム剤が含まれる.
（2） 本剤を製するには，「1.1.錠剤」の製法に準じる.
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する.
（4） 本剤は，適切な溶出性又は崩壊性を有する.
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す.

2.1.1. トローチ剤
Troches/Lozenges

（1） トローチ剤は，口腔内で徐々に溶解又は崩壊させ，口腔，咽頭などの局所に適用する口腔用錠剤である.
（2） 本剤は，服用時の窒息を防止できる形状とする.

2.1.2. 舌下錠
Sublingual Tablets

（1） 舌下錠は，有効成分を舌下で速やかに溶解させ，口腔粘膜から吸収させる口腔用錠剤である.

2.1.3. バッカル錠
Buccal Tablets

（1） バッカル錠は，有効成分を臼歯と頬の間で徐々に溶解させ，口腔粘膜から吸収させる口腔用錠剤である.

2.1.4. 付着錠
Mucoadhesive Tablets

（1） 付着錠は，口腔粘膜に付着させて用いる口腔用錠剤である.
（2） 本剤を製するには，通例，ハイドロゲルを形成する親水性高分子化合物を用いる.

2.1.5. ガム剤
Medicated Chewing Gums

（1） ガム剤は，咀嚼により，有効成分を放出する口腔用錠剤である.
（2） 本剤を製するには，通例，植物性樹脂，熱可塑性樹脂及びエラストマーなどの適切な物質をガム基剤として用いる.

2.2. 口腔用スプレー剤
Sprays for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用スプレー剤は，口腔内に適用する，有効成分を霧状，粉末状，泡沫状又はペースト状などとして噴霧する製剤である.
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による.
（i） 溶剤などに有効成分及び添加剤を溶解又は懸濁させ，必要に応じて，ろ過した後，液化ガス又は圧縮ガスと共に容器に充てんする.
（ii） 有効成分及び添加剤を用いて溶液又は懸濁液を調製し，容器に充てん後，スプレー用ポンプを装着する.
（3） 本剤のうちの定量噴霧式製剤は，別に規定するもののほか，適切な噴霧量の均一性を有する.
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器又は耐圧性の容器とする.

2.3. 口腔用半固形剤
Semi-solid Preparations for Oro-mucosal Application

（1） 口腔用半固形剤は口腔粘膜に適用する製剤であり，クリーム剤，ゲル剤又は軟膏剤がある.
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を添加剤と共に精製水及びワセリンなどの油性成分で乳化するか，又は高分子ゲル若しくは油脂を基剤として有効成分及び添加剤と共に混和して均質とする.
（i） 口腔用クリーム剤は，「11.5.クリーム剤」の製法に準じる.
（ii） 口腔用ゲル剤は，「11.6.ゲル剤」の製法に準じる.
（iii） 口腔用軟膏剤は，「11.4.軟膏剤」の製法に準じる.
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する.
（3） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる.
（4） 本剤は，口腔粘膜に適用する上で適切な粘性を有する.
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す.

2.4. 含嗽剤
Preparations for Gargles

（1） 含嗽剤は，口腔，咽頭などの局所に適用する液状の製剤である．本剤には，用時溶解する固形の製剤が含まれる．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び添加剤を加えて混和して均質に溶解し，必要に応じて，ろ過する．用時溶解する固形の製剤の場合は，「1.1.錠剤」，「1.3.顆粒剤」などの製法に準じる．

（3） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

3. 注射により投与する製剤
Preparations for Injection

3.1. 注射剤
Injections

（1） 注射剤は，皮下，筋肉内又は血管などの体内組織・器官に直接投与する，通例，溶液，懸濁液若しくは乳濁液，又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の無菌製剤である．

本剤には，輸液剤，埋め込み注射剤及び持続性注射剤が含まれる．

（2） 本剤のうち溶液，懸濁液又は乳濁液の製剤を製するには，通例，次の方法による．

（i） 有効成分をそのまま，又は有効成分に添加剤を加えたものを注射用水，ほかの水性溶剤又は非水性溶剤などに溶解，懸濁若しくは乳化して均質としたものを注射剤用の容器に充てんして密封し，滅菌する．

（ii） 有効成分をそのまま，又は有効成分に添加剤を加えたものを注射用水，ほかの水性溶剤又は非水性溶剤などに溶解，懸濁若しくは乳化して均質としたものを無菌ろ過するか，無菌的に調製して均質としたものを注射剤用の容器に充てんして密封する．

ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌に至る操作は注射剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を％で示す場合にはw/v％を意味する．

用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「注射用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液(以下，「溶解液など」という．)を添付することができる．

（3） 有効成分が溶液中で分解又は失活することを防ぐために，凍結乾燥注射剤又は粉末注射剤として製することができる．

（i） 凍結乾燥注射剤

凍結乾燥注射剤は，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分及び賦形剤などの添加剤を注射用水に溶解し，無菌ろ過し，注射剤用の容器に充てんした後に凍結乾燥するか，又は専用容器で凍結乾燥した後に直接の容器に充てんして製する．

（ii） 粉末注射剤

粉末注射剤は，通例，無菌ろ過により処理した後，晶析により得た粉末又はその粉末に滅菌処理した添加剤を加えて注射剤用の容器に充てんして製する．

（4） 薬液調製時若しくは投薬時の過誤，細菌汚染若しくは異物混入の防止，又は緊急投与を目的に，充てん済みシリンジ剤又はカートリッジ剤として製することができる．

（i） 充てん済みシリンジ剤

充てん済みシリンジ剤は，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分及び添加剤を用いて溶液，懸濁液又は乳濁液を調製して注射筒に充てんして製する．

（ii） カートリッジ剤

カートリッジ剤は，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分及び添加剤を用いて溶液，懸濁液又は乳濁液を調製してカートリッジに充てんして製する．

カートリッジ剤は，薬液が充てんされたカートリッジを専用の注入器に入れて用いる．

（5） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付する溶解液などは，本剤の使用に際して無害なものでなければならない．また，本剤の治療効果を妨げるものであってはならない．

溶剤を分けて次の2種類とし，それぞれの条件に適合する．

（i） 水性溶剤：水性注射剤の溶剤には，注射用水を用いる．ただし，通例，生理食塩液，リンゲル液又はそのほかの適切な水性溶液をこれに代用することができる．

これらの水性溶剤は，皮内，皮下及び筋肉内投与のみに用いるものを除き，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉に適合する．

エンドトキシン試験法〈*4.01*〉の適用が困難な場合は，発熱性物質試験法〈*4.04*〉を適用できる．

（ii） 非水性溶剤：非水性注射剤の溶剤には，通例，植物油を用いる．この溶剤は，別に規定するもののほか，10℃で澄明で，酸価0.56以下，けん化価185～200，ヨウ素価79～137のもので，鉱油試験法〈*1.05*〉に適合する．

また，そのほかの適切な有機溶剤も非水性溶剤として用いることができる．

（6） 本剤には，別に規定するもののほか，着色だけを目的とする物質を加えてはならない．

（7） 本剤で水性溶剤を用いるものは，血液又は体液と等張にするため，塩化ナトリウム又はそのほかの添加剤を，また，pHを調節するため酸又はアルカリを加えることができる．

（8） 本剤で分割投与するものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．

（9） 本剤及び添付された溶解液などは，皮内，皮下及び筋肉内投与のみに用いるものを除き，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉に適合する．ただし，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉の適用が困難な場合は，発熱性物質試験法〈*4.04*〉を適用できる．

(10) 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．

(11) 本剤の容器は，注射剤用ガラス容器試験法〈*7.01*〉の規定に適合する無色のものである．ただし，別に規定する場合は，注射剤用ガラス容器試験法〈*7.01*〉の規定に適合する着色容器又はプラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉の規定に適合するプラスチック製水性注射剤容器を用いることができる．

(12) 本剤のうち100mL以上の注射剤用ガラス容器に用いるゴム栓は，別に規定するもののほか，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉に適合する．

(13) 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性異物検査法〈6.06〉に適合する．
(14) 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性微粒子試験法〈6.07〉に適合する．
(15) 本剤の薬液は，別に規定するもののほか，注射剤の採取容量試験法〈6.05〉に適合する．
(16) 本剤で用時溶解又は用時懸濁して用いるものは，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
(17) 通例，懸濁性注射剤は血管内又は脊髄腔内投与に，また，乳濁性注射剤は脊髄腔内投与に用いない．
(18) 懸濁性注射剤中の粒子の最大粒子径は，通例，150μm以下であり，乳濁性注射剤中の粒子の最大粒子径は，通例，7μm以下である．
(19) 本剤は，これに添付する文書又はその容器若しくは被包に，別に規定するもののほか，次の事項を記載する．
（ⅰ） 本剤で溶剤の規定のない場合は，本剤を製する溶剤に注射用水若しくは0.9%以下の塩化ナトリウム液，又はpHを調節するための酸若しくはアルカリを用いたときを除き，本剤を製するに用いる溶剤の名称．
（ⅱ） 本剤に溶解液などを添付するときは，溶解液などの名称，内容量，成分及び分量又は割合．また，その外部容器又は外部被包に溶解液などを添付していること．
（ⅲ） 本剤に安定剤，保存剤又は賦形剤を加えたときは，その名称及びその分量．ただし，容器内の空気を二酸化炭素又は窒素で置換したときは，その限りではない．
(20) 本剤で2mL以下のアンプル又はこれと同等の大きさの直接の容器若しくは直接の被包に収められたものについては，その名称中の「注射液」，「注射用」又は「水性懸濁注射液」の文字の記載は「注」，「注用」又は「水懸注」の文字の記載をもって代えることができる．
2mLを超え10mL以下のアンプル又はこれと同等の大きさのガラスそのほかこれに類する材質からなる直接の容器で，その記載がその容器に直接印刷されているものに収められた本剤についても，同様に記載を省略することができる．
(21) 本剤に用いる容器は，密封容器又は微生物の混入を防ぐことのできる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

3.1.1. 輸液剤
Parenteral Infusions

（1） 輸液剤は，静脈内投与する，通例，100mL以上の注射剤である．
（2） 主として，水分補給，電解質補正，栄養補給などの目的で投与されるが，持続注入による治療を目的にほかの注射剤と混合して用いることもある．

3.1.2. 埋め込み注射剤
Implants/Pellets

（1） 埋め込み注射剤は，長期にわたる有効成分の放出を目的として，皮下，筋肉内などに埋め込み用の器具を用いて，又は手術により適用する固形又はゲル状の注射剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，生分解性高分子化合物を用い，ペレット，マイクロスフェア又はゲル状の製剤とする．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤は，適切な放出特性を有する．
（5） 本剤には，注射剤の不溶性異物検査法，注射剤の不溶性微粒子試験法及び注射剤の採取容量試験法を適用しない．

3.1.3. 持続性注射剤
Prolonged Release Injections

（1） 持続性注射剤は，長期にわたる有効成分の放出を目的として，筋肉内などに適用する注射剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を植物油などに溶解若しくは懸濁するか，又は生分解性高分子化合物を用いたマイクロスフェアの懸濁液とする．
（3） 本剤は，適切な放出特性を有する．

4. 透析に用いる製剤
Preparations for Dialysis

4.1. 透析用剤
Dialysis Agents

（1） 透析用剤は，腹膜透析又は血液透析に用いる液状若しくは用時溶解する固形の製剤である．
本剤には，腹膜透析用剤及び血液透析用剤がある．
（2） 本剤は，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈4.01〉に適合する．
（3） 本剤のうち用時溶解して用いるものは，適切な製剤の均一性を有する．

4.1.1. 腹膜透析用剤
Peritoneal Dialysis Agents

（1） 腹膜透析用剤は，腹膜透析に用いる無菌の透析用剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤に溶解して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充てんし，密封する．必要に応じて滅菌する．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌に至る操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を%で示す場合にはw/v%を意味する．用時溶解する固形の製剤の場合は，「1.1.錠剤」，「1.3.顆粒剤」などの製法に準じる．
（3） 本剤は，pH調節剤，等張化剤などの添加剤を加えることができる．
（4） 本剤を製するに用いる溶剤は，別に規定するもののほか，注射用水とする．
（5） 本剤は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈4.06〉に適合する．
（6） 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の採取容量試験法〈6.05〉の(4)輸液剤に適合する．ただし，内容量の質量(g)を密度で除して容量(mL)に換算してもよい．
（7） 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性異物検査法〈6.06〉に適合する．
（8） 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性微粒

子試験法〈6.07〉に適合する．
（９） 本剤に用いる容器は，注射剤用ガラス容器試験法〈7.01〉に適合する無色のものである．ただし，別に規定する場合は，注射剤用ガラス容器試験法〈7.01〉に適合する着色容器又はプラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉に適合するプラスチック製水性注射剤容器を用いることができる．
(10) 本剤の容器のゴム栓は，別に規定するもののほか，輸液用ゴム栓試験法〈7.03〉に適合する．
(11) 本剤に用いる容器は，通例，密封容器，又は必要に応じて，微生物の混入を防ぐことができる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

4.1.2. 血液透析用剤
Hemodialysis Agents

（１） 血液透析用剤は，血液透析に用いる透析用剤である．
（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤に溶解して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充てんする．用時溶解する固形の製剤の場合は，「1.1.錠剤」，「1.3.顆粒剤」などの製法に準じる．
（３） 本剤は，pH調節剤，等張化剤などの添加剤を加えることができる．
（４） 本剤を製するに用いる溶剤は，別に規定するもののほか，注射用水又は透析に適した水とする．
（５） 本剤に用いる容器は，通例，微生物の混入を防ぐことのできる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

5. 気管支・肺に適用する製剤
Preparations for Inhalation

5.1. 吸入剤
Inhalations

（１） 吸入剤は，有効成分をエアゾールとして吸入し，気管支又は肺に適用する製剤である．
本剤には，吸入粉末剤，吸入液剤及び吸入エアゾール剤がある．
（２） 本剤の吸入投与のために適切な器具又は装置を使用するか，又は吸入用の器具を兼ねた容器に本剤を充てんする．

5.1.1. 吸入粉末剤
Dry Powder Inhalers

（１） 吸入粉末剤は，吸入量が一定となるように調製された，固体粒子のエアゾールとして吸入する製剤である．
（２） 本剤を製するには，通例，有効成分を微細な粒子とし，必要に応じて乳糖などの添加剤と混和して均質とする．
（３） 本剤のうち定量吸入式の製剤は，適切な有効成分の送達量の均一性を有する．
（４） 本剤の有効成分の粒子は，空気力学的に適切な粒子径を有する．
（５） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

5.1.2. 吸入液剤
Inhalation Solutions

（１） 吸入液剤は，ネブライザなどにより適用する液状の吸入剤である．
（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び適切な等張化剤，pH調節剤などを加え，混和して均質に溶解又は懸濁し，必要に応じて，ろ過する．
（３） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（４） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

5.1.3. 吸入エアゾール剤
Metered-Dose Inhalers

（１） 吸入エアゾール剤は，容器に充てんした噴射剤と共に，一定量の有効成分を噴霧する定量噴霧式吸入剤である．
（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び適切な分散剤，安定化剤などを加えて，溶液又は懸濁液とし，液状の噴射剤と共に耐圧性の容器に充てんし，定量バルブを装着する．
（３） 本剤は，適切な有効成分の送達量の均一性を有する．
（４） 本剤の有効成分の粒子は，空気力学的に適切な粒子径を有する．
（５） 本剤に用いる容器は，通例，耐圧性の密封容器とする．

6. 目に投与する製剤
Preparations for Ophthalmic Application

6.1. 点眼剤
Ophthalmic Preparations

（１） 点眼剤は，結膜嚢などの眼組織に適用する，液状，又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の無菌製剤である．
（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤などに溶解若しくは懸濁して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充てんする．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌までの操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を％で示す場合にはw/v%を意味する．
用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「点眼用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液(以下，「溶解液など」という.)を添付することができる．
（３） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付された溶解液などは，本剤の使用に際して無害なものでなければならない．また，本剤の治療効果を妨げるものであってはならない．
溶剤を分けて次の2種類とする．
（ｉ） 水性溶剤：水性点眼剤の溶剤には，精製水又は適切な水性溶剤を用いる．添付する溶解液には，滅菌精製水又は滅菌した水性溶剤を用いる．
（ii） 非水性溶剤：非水性点眼剤の溶剤には，通例，植物油

を用いる．また，適切な有機溶媒も非水性溶剤として用いることができる．

（4） 本剤又は本剤に添付された溶解液などには，別に規定するもののほか，着色だけを目的とする物質を加えてはならない．

（5） 本剤には，涙液と等張にするため塩化ナトリウム又はそのほかの添加剤を，また，pHを調節するため酸又はアルカリを加えることができる．

（6） 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，無菌試験法〈4.06〉に適合する．

（7） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．

（8） 本剤で水溶液であるもの又は本剤に添付された水性の溶解液などは，別に規定するもののほか，点眼剤の不溶性異物検査法〈6.11〉に適合する．

（9） 本剤及び添付された溶解液などは，別に規定するもののほか，点眼剤の不溶性微粒子試験法〈6.08〉に適合する．

(10) 懸濁性点眼剤中の粒子は，通例，最大粒子径75μm以下である．

(11) 本剤に用いる容器は，通例，点眼剤の不溶性異物検査法〈6.11〉の試験に支障をきたさない透明性のある気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

6.2. 眼軟膏剤
Ophthalmic Ointments

（1） 眼軟膏剤は，結膜嚢などの眼組織に適用する半固形の無菌製剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，ワセリンなどの基剤と有効成分の溶液又は微細な粉末を混和して均質とし，容器に充てんする．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，調製から滅菌までの操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．

（3） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．

（4） 本剤は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈4.06〉に適合する．ただし，別に規定するもののほか，メンブランフィルター法により試験を行う．

（5） 本剤は，別に規定するもののほか，眼軟膏剤の金属性異物試験法〈6.01〉に適合する．

（6） 本剤中の粒子の最大粒子径は，通例，75μm以下である．

（7） 本剤は，眼組織に適用する上で適切な粘性を有する．

（8） 本剤に用いる容器は，通例，微生物の混入を防ぐことのできる気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

7. 耳に投与する製剤
Preparations for Otic Application

7.1. 点耳剤
Ear Preparations

（1） 点耳剤は，外耳又は中耳に投与する，液状，半固形又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の製剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に添加剤を加え，溶剤などに溶解若しくは懸濁して一定容量としたもの，又は有効成分に添加剤を加えたものを容器に充てんする．ただし，微生物による汚染に十分に注意し，操作は製剤の組成や貯法を考慮してできるだけ速やかに行う．有効成分の濃度を％で示す場合にはw/v％を意味する．

本剤を，無菌に製する場合は，「6.1.点眼剤」の製法に準じる．

用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「点耳用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液(以下，「溶解液など」という．)を添付することができる．

（3） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付する溶解液などを分けて次の2種類とする．

（i） 水性溶剤：水性点耳剤の溶剤及び添付する溶解液などには，精製水又は適切な水性溶剤を用いる．

ただし，無菌に製する場合は，添付する溶解液などには，滅菌精製水又は滅菌した水性溶剤を用いる．

（ii） 非水性溶剤：非水性点耳剤の溶剤には，通例，植物油を用いる．また，適切な有機溶剤も非水性溶剤として用いることができる．

（4） 本剤又は本剤に添付する溶解液などには，別に規定するもののほか，着色だけを目的とする物質を加えてはならない．

（5） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．

（6） 本剤及び添付された溶解液などで，無菌に製する場合は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈4.06〉に適合する．

（7） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

8. 鼻に適用する製剤
Preparations for Nasal Application

8.1. 点鼻剤
Nasal Preparations

（1） 点鼻剤は，鼻腔又は鼻粘膜に投与する製剤である．

本剤には，点鼻粉末剤及び点鼻液剤がある．

（2） 本剤は，必要に応じて，スプレーポンプなどの適切な噴霧用の器具を用いて噴霧吸入する．

（3） 本剤のうち，定量噴霧式製剤は，別に規定するもののほか，適切な噴霧量の均一性を有する．

8.1.1. 点鼻粉末剤
Nasal Dry Powder Inhalers

（1） 点鼻粉末剤は，鼻腔に投与する微粉状の点鼻剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を適度に微細な粒子とし，必要に応じて添加剤と混和して均質とする．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

8.1.2. 点鼻液剤
Nasal Solutions

（1） 点鼻液剤は，鼻腔に投与する液状，又は用時溶解若しくは用時懸濁して用いる固形の点鼻剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤及び添加剤などを加え，溶解又は懸濁し，必要に応じて，ろ過する．等張化剤，pH調節剤などを用いることができる．
（3） 用時溶解又は用時懸濁して用いる本剤で，その名称に「点鼻用」の文字を冠するものには，溶解液又は懸濁用液を添付することができる．
（4） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

9. 直腸に適用する製剤
Preparations for Rectal Application

9.1. 坐剤
Suppositories for Rectal Application

（1） 坐剤は，直腸内に適用する，体温によって溶融するか，又は水に徐々に溶解若しくは分散することにより有効成分を放出する一定の形状の半固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に分散剤，乳化剤などの添加剤を加えて混和して均質としたものを，加熱するなどして液状化させた基剤中に溶解又は均一に分散させ，容器に一定量充てんし，固化・成形する．基剤として，通例，油脂性基剤又は親水性基剤を用いる．
（3） 本剤は，通例，円錐形又は紡錘形である．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（5） 本剤は，適切な放出性を有する．
（6） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

9.2. 直腸用半固形剤
Semi-solid Preparations for Rectal Application

（1） 直腸用半固形剤は肛門周囲又は肛門内に適用する製剤であり，クリーム剤，ゲル剤又は軟膏剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を添加剤と共に精製水及びワセリンなどの油性成分で乳化するか，又は高分子ゲル若しくは油脂を基剤として有効成分及び添加剤と共に混和して均質とする．
（i） 直腸用クリーム剤は，「11.5.クリーム剤」の製法に準じる．
（ii） 直腸用ゲル剤は，「11.6.ゲル剤」の製法に準じる．
（iii） 直腸用軟膏剤は，「11.4.軟膏剤」の製法に準じる．
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤で多回投与容器に充てんするものは，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加えることができる．
（4） 本剤は，直腸に適用する上で適切な粘性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

9.3. 注腸剤
Enemas for Rectal Application

（1） 注腸剤は，肛門を通して適用する液状又は粘稠なゲル状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，精製水又は適切な水性溶剤を用い，有効成分を溶剤などに溶解又は懸濁して一定容量とし，容器に充てんする．分散剤，安定化剤，pH調節剤などを用いることができる．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

10. 腟に適用する製剤
Preparations for Vaginal Application

10.1. 腟錠
Tablets for Vaginal Use

（1） 腟錠は，腟に適用する，水に徐々に溶解又は分散することにより有効成分を放出する一定の形状の固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，「1.1.錠剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤は，適切な放出性を有する．
（5） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

10.2. 腟用坐剤
Suppositories for Vaginal Use

（1） 腟用坐剤は，腟に適用する，体温によって溶融するか，又は水に徐々に溶解若しくは分散することにより有効成分を放出する一定の形状の半固形の製剤である．
（2） 本剤を製するには，「9.1.坐剤」の製法に準じる．
（3） 本剤は，通例，球形又は卵形である．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法

〈6.02〉に適合する．
（5） 本剤は，適切な放出性を有する．
（6） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

11. 皮膚などに適用する製剤
Preparations for Cutaneous Application

（1） 皮膚に適用する製剤には，皮膚を通して有効成分を全身循環血流に送達させることを目的とした経皮吸収型製剤も含まれる．経皮吸収型製剤からの有効成分の放出速度は，通例，適切に調節される．

11.1. 外用固形剤
Solid Dosage Forms for Cutaneous Application

（1） 外用固形剤は，皮膚(頭皮を含む)又は爪に，塗布又は散布する固形の製剤である．
本剤には外用散剤が含まれる．
（2） 本剤の分包品は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

11.1.1. 外用散剤
Powders for Cutaneous Application

（1） 外用散剤は，粉末状の外用固形剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤などの添加剤を加えて混和して均質とした後，粉末状とする．

11.2. 外用液剤
Liquids and Solutions for Cutaneous Application

（1） 外用液剤は，皮膚(頭皮を含む)又は爪に塗布する液状の製剤である．
本剤には，リニメント剤及びローション剤が含まれる．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に溶剤，添加剤などを加え，溶解，乳化又は懸濁し，必要に応じて，ろ過する．
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤の分包品は，乳化又は懸濁したものを除き，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.2.1. リニメント剤
Liniments

（1） リニメント剤は，皮膚にすり込んで用いる液状又は泥状の外用液剤である．

11.2.2. ローション剤
Lotions

（1） ローション剤は，有効成分を水性の液に溶解又は乳化若しくは微細に分散させた外用液剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分，添加剤及び精製水を用いて溶液，懸濁液又は乳濁液として全体を均質とする．
（3） 本剤は，保存中に成分を分離することがあっても，その本質が変化していないときは，用時混和して均質とする．

11.3. スプレー剤
Sprays for Cutaneous Application

（1） スプレー剤は，有効成分を霧状，粉末状，泡沫状，又はペースト状などとして皮膚に噴霧する製剤である．
本剤には，外用エアゾール剤及びポンプスプレー剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分の溶液又は懸濁液を調製し，必要に応じて，ろ過した後，容器に充てんする．
（3） 本剤のうち，定量噴霧式製剤は，別に規定するもののほか，適切な噴霧量の均一性を有する．

11.3.1. 外用エアゾール剤
Aerosols for Cutaneous Application

（1） 外用エアゾール剤は，容器に充てんした液化ガス又は圧縮ガスと共に有効成分を噴霧するスプレー剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分の溶液又は懸濁液を調製し，液状の噴射剤と共に耐圧性の容器に充てんし，連続噴射バルブを装着する．必要に応じて，分散剤，安定化剤などを用いる．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，耐圧性の容器とする．

11.3.2. ポンプスプレー剤
Pump Sprays for Cutaneous Application

（1） ポンプスプレー剤は，ポンプにより容器内の有効成分を噴霧するスプレー剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分及び添加剤を溶解又は懸濁し，充てん後の容器にポンプを装着する．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.4. 軟膏剤
Ointments

（1） 軟膏剤は，皮膚に塗布する，有効成分を基剤に溶解又は分散させた半固形の製剤である．
本剤には，油脂性軟膏剤及び水溶性軟膏剤がある．
（2） 油脂性軟膏剤を製するには，通例，油脂類，ろう類，パラフィンなどの炭化水素類などの油脂性基剤を加温して融解し，有効成分を加え，混和して溶解又は分散させ，全体が均質になるまで混ぜて練り合わせる．
水溶性軟膏剤を製するには，通例，マクロゴールなどの水溶性基剤を加温して融解し，有効成分を加え，全体が均質になるまで混ぜて練り合わせる．

本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.5. クリーム剤
Creams

（1） クリーム剤は，皮膚に塗布する，水中油型又は油中水型に乳化した半固形の製剤である．油中水型に乳化した親油性の製剤については油性クリーム剤と称することができる．
（2） 本剤を製するには，通例，ワセリン，高級アルコールなどをそのまま，又は乳化剤などの添加剤を加えて油相とし，別に，精製水をそのまま，又は乳化剤などの添加剤を加えて水相とし，そのいずれかの相に有効成分を加えて，それぞれ加温し，油相及び水相を合わせて全体が均質になるまでかき混ぜて乳化する．
本剤のうち，変質しやすいものは，用時調製する．
（3） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.6. ゲル剤
Gels

（1） ゲル剤は，皮膚に塗布するゲル状の製剤である．
本剤には，水性ゲル剤及び油性ゲル剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．
（i） 水性ゲル剤は，有効成分に高分子化合物，そのほかの添加剤及び精製水を加えて溶解又は懸濁させ，加温及び冷却，又はゲル化剤を加えることにより架橋させる．
（ii） 油性ゲル剤は，有効成分にグリコール類，高級アルコールなどの液状の油性基剤及びそのほかの添加剤を加えて混和する．
（3） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘性を有する．
（4） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

11.7. 貼付剤
Patches

（1） 貼付剤は，皮膚に貼付する製剤である．
本剤には，テープ剤及びパップ剤がある．
（2） 本剤を製するには，通例，高分子化合物又はこれらの混合物を基剤とし，有効成分を基剤と混和し均質として，支持体又はライナー(剥離体)に展延して成形する．また，放出調節膜を用いた経皮吸収型製剤とすることができる．
必要に応じて，粘着剤，吸収促進剤などを用いる．
（3） 本剤のうち経皮吸収型製剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．
（4） 本剤は，皮膚に適用する上で適切な粘着性を有する．
（5） 本剤のうち，放出速度を調節した製剤は，適切な放出特性を有する．

11.7.1. テープ剤
Tapes/Plasters

（1） テープ剤は，ほとんど水を含まない基剤を用いる貼付剤である．
本剤には，プラスター剤及び硬膏剤を含む．
（2） 本剤を製するには，通例，樹脂，プラスチック，ゴムなどの非水溶性の天然又は合成高分子化合物を基剤とし，有効成分をそのまま，又は有効成分に添加剤を加え，全体を均質とし，布に展延又はプラスチック製フィルムなどに展延若しくは封入して成形する．また，有効成分と基剤又はそのほかの添加剤からなる混合物を放出調節膜，支持体及びライナー(剥離体)でできた放出体に封入し成形して製することができる．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器とする．製剤の品質に湿気が影響を与える場合は，防湿性の容器を用いるか，又は防湿性の包装を施す．

11.7.2. パップ剤
Cataplasms/Gel Patches

（1） パップ剤は，水を含む基剤を用いる貼付剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，有効成分を精製水，グリセリンなどの液状の物質と混和し，全体を均質にするか，水溶性高分子，吸水性高分子などの天然又は合成高分子化合物を精製水と混ぜて練り合わせ，有効成分を加え，全体を均質にし，布などに展延して成形する．
（3） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．製剤の品質に水分の蒸散が影響を与える場合は，低水蒸気透過性の容器を用いるか，又は低水蒸気透過性の包装を施す．

[3] 生薬関連製剤各条

生薬関連製剤
Preparations Related to Crude Drugs

（1） 生薬関連製剤は，主として生薬を原料とする製剤であり，エキス剤，丸剤，酒精剤，浸剤・煎剤，茶剤，チンキ剤，芳香水剤及び流エキス剤を含む．
生薬関連製剤各条は，剤形の定義，製法，試験法，容器・包装及び貯法を示すものである．
（2） 生薬関連製剤各条における試験法及び容器・包装に関する記述は基本的な要求事項であり，また，製法は一般的な製法を示したものである．

1. エキス剤
Extracts

（1） エキス剤は，生薬の浸出液を濃縮して製したもので，通例，次の2種類がある．
（i） 軟エキス剤
（ii） 乾燥エキス剤
（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，次

の方法による．

（ｉ） 適切な大きさとした生薬に適切な浸出剤を加え，一定時間冷浸，温浸又は「6.チンキ剤」の(2)(ⅱ)パーコレーション法に準じて浸出し，浸出液をろ過し，適切な方法で濃縮又は乾燥する．軟エキス剤は水あめ様の稠度とし，乾燥エキス剤は砕くことができる固塊，粒状又は粉末とする．

成分含量の規定があるものは，その一部をとり，定量し，必要に応じて適切な賦形剤を加えて，規定の含量に調節する．

（ⅱ） 適切な大きさとした生薬を処方に従って一定量ずつ量り，全量に水10～20倍量を加え，一定時間加熱し，遠心分離などにより固液分離する．得られた浸出液を適切な方法で濃縮又は乾燥し，軟エキス剤は水あめ様の稠度とし，乾燥エキス剤は砕くことができる固塊，粒状又は粉末とする．

（３） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

（４） 本剤は，別に規定するもののほか，次に示すエキス剤における重金属試験法の検液及び比較液の調製を行った後，重金属試験法〈*1.07*〉に適合する．

なお，検液及び比較液の調製法は次による．

本剤0.30gを強熱して灰化し，希塩酸3mLを加えて加温した後，ろ過し，残留物を水5mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，フェノールフタレイン試液を1滴加えた後，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，必要に応じてろ過し，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとし，検液とする．

比較液は希塩酸3mLを量り，以下検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする．

（５） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

2. 丸剤
Pills

（１） 丸剤は，経口投与する球状の製剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤又はそのほか適切な添加剤を加えて混和して均質とした後，適切な方法で球状に成形する．また，適切な方法により，コーティングを施すことができる．

（３） 本剤は，別に規定するもののほか，崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．

（４） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器又は気密容器とする．

3. 酒精剤
Spirits

（１） 酒精剤は，通例，揮発性の有効成分をエタノール又はエタノールと水の混液に溶解して製した液状の製剤である．

（２） 本剤は，火気を避けて保存する．

（３） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

4. 浸剤・煎剤
Infusions and Decoctions

（１） 浸剤及び煎剤は，いずれも生薬を，通例，常水で浸出して製した液状の製剤である．

（２） 本剤を製するには，通例，生薬を次の大きさとし，その適量を，浸煎剤器に入れる．

葉，花，全草	粗切
材，茎，皮，根，根茎	中切
種子，果実	細切

（ｉ） 浸剤：通例，生薬50gに常水50mLを加え，約15分間潤した後，熱した常水900mLを注ぎ，数回かき混ぜながら5分間加熱し，冷後，布ごしする．

（ⅱ） 煎剤：通例，一日量の生薬に常水400～600mLを加え，30分以上かけて半量を目安として煎じ，温時，布ごしする．

本剤は，用時調製する．

（３） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

（４） 本剤に用いる容器は，通例，気密容器とする．

5. 茶剤
Teabags

（１） 茶剤は，通例，生薬を粗末から粗切の大きさとし，一日量又は一回量を紙又は布の袋に充てんした製剤である．

（２） 本剤は，通例，「4.浸剤・煎剤」の製法に準じ用いられる．

（３） 本剤に用いる容器は，通例，密閉容器又は気密容器とする．

6. チンキ剤
Tinctures

（１） チンキ剤は，通例，生薬をエタノール又はエタノールと精製水の混液で浸出して製した液状の製剤である．

（２） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，生薬を粗末又は細切とし，次の浸出法又はパーコレーション法による．

（ｉ） 浸出法：生薬を適切な容器に入れ，全量又は全量の約3／4に相当する量の浸出剤を加え，密閉して時々かき混ぜながら約5日間又は可溶性成分が十分に溶けるまで室温で放置した後，遠心分離などにより固液分離する．全量の約3／4に相当する量の浸出剤を加えた場合には，更に，残留物に適量の浸出剤を加えて洗い，必要に応じて圧搾し，浸出液及び洗液を合わせて全量とする．また，全量の浸出剤を加えた場合には，必要に応じて減量分の浸出剤を加え全量とすることができる．約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．

（ⅱ） パーコレーション法：生薬にあらかじめ浸出剤を少量ずつ加え，よく混和して潤し，密閉して室温で約2時間放置する．これを適切な浸出器になるべく密に詰め，浸出器の下口を開いた後，生薬が覆われるまで徐々に上方から浸出剤を加え，浸出液が滴下し始めたとき，下口を閉じて密閉し，室温で2～3日間放置した後，毎分1～3mLの速度で浸出液を流出させる．更に，浸出器に適量の浸出剤を加えて流出を続け全量とし，よく混和し，約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．この操作中放置時間及び流出速度は生薬の種類と量とによって適切に変更することができる．

ただし，前記いずれかの方法によって得た製剤で，成分含量及びエタノールの含量の規定があるものは，浸出液の一部をとり，含量を測定し，結果に従い浸出剤などを加えて規定の含量

に調節する．
（３） 本剤は，火気を避けて保存する．
（４） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

7. 芳香水剤
Aromatic Waters

（１） 芳香水剤は，精油又は揮発性物質を飽和させた，澄明な液状の製剤である．
（２） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，精油2mL又は揮発性物質2gに微温の精製水1000mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，12時間以上放置する．次に潤したろ紙を用いてろ過し，精製水を加え，混和して1000mLとするか，又は精油2mL若しくは揮発性物質2gをタルク，精製ケイソウ土若しくはパルプ状としたろ紙の適量とよく混和し，精製水1000mLを加え，10分間よくかき混ぜた後，ろ過する．ろ液が澄明でないときはろ過を繰り返し，ろ紙を通した精製水を加え，1000mLとする．
（３） 本剤は，これを製するに用いた精油又は揮発性物質の臭味を有する．
（４） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

8. 流エキス剤
Fluidextracts

（１） 流エキス剤は，生薬の浸出液で，その1mL中に生薬1g中の可溶性成分を含むように製した液状の製剤である．ただし，成分含量に規定のあるものはその規定を優先する．
（２） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，生薬を粗末又は細切とし，次の浸出法又はパーコレーション法による．
(ｉ) 浸出法：生薬の一定量をとり適切な容器に入れ，生薬が覆われるまで浸出剤を加え，密閉して時々かき混ぜながら約5日間又は可溶性成分が十分に溶けるまで室温で放置した後，遠心分離などにより固液分離する．通例，浸出液のうち生薬の質量の約3／4に相当する量を第1浸出液として別に保存し，更に，残留物に適量の浸出剤を加えて洗い，洗液を第１浸出液の残りと合わせ，必要に応じて濃縮し，第1浸出液に合わせたものをA液とし，必要に応じて浸出剤を加え，生薬の質量と等倍量とする．約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．
(ⅱ) パーコレーション法：生薬1000gをとり，第1浸出剤を加え，よく混和して潤し，容器を密閉して室温で約2時間放置する．これを適切な浸出器になるべく密に詰め，浸出器の下口を開いた後，生薬が覆われるまで徐々に上方から第2浸出剤を加え，浸出液が滴下し始めたとき，下口を閉じて密閉し，室温で2～3日間放置した後，毎分0.5～1.0mLの速度で浸出液を流出させる．最初に得た850mLを第1浸出液として別に保存し，更に浸出器に第2浸出剤を追加して流出を続け，第2浸出液とする．
　ただし，放置時間及び流出速度は，生薬の種類と量によって適切に変更することができる．流出速度は生薬の使用量により，通例，次のように調節する．

生薬の質量	1分間の流出量
1000g以下	0.5～1.0mL
3000g以下	1.0～2.0mL
10000g以下	2.0～4.0mL

　次に第2浸出液をなるべく生薬の揮発成分を失わないように注意しながら濃縮して，第1浸出液に合わせたものをA液とし，第2浸出剤を加えて1000mLとし，約2日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．
　ただし，前記のいずれかの方法によって得た製剤で，成分含量又はエタノールの含量の規定があるものはA液の一部をとり，含量を測定し，結果に従い浸出剤などを加えて規定の含量に調節する．
（３） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．
（４） 本剤は，別に規定するもののほか，次に示す流エキス剤における重金属試験法の検液及び比較液の調製を行った後，重金属試験法〈*1.07*〉に適合する．
　なお，検液及び比較液の調製法は次による．
　本剤1.0gを強熱して灰化し，希塩酸3mLを加えて加温した後，ろ過し，残留物を水5mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，フェノールフタレイン試液を1滴加えた後，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，必要に応じてろ過し，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとし，検液とする．
　比較液は希塩酸3mLを量り，以下，検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする．
（５） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

一般試験法

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

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

1.　化学的試験法

1.01　アルコール数測定法

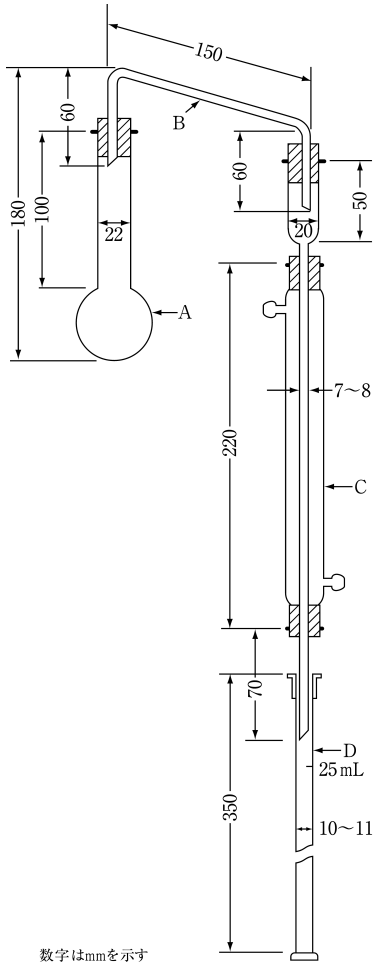
アルコール数とは，チンキ剤又はその他のエタノールを含む製剤について，次の方法で測定した15℃における試料10mL当たりのエタノール層の量(mL)をいう．

1.　第１法　蒸留法

15℃で試料10mLを量り，次の方法で蒸留して得た15℃におけるエタノール層の量(mL)を測定し，アルコール数とする方法である．

1.1.　装置

図1.01－1に示すものを用いる．総硬質ガラス製で接続部はすり合わせにしてもよい．



A：蒸留フラスコ(50mL)
B：連結管
C：冷却器
D：共栓メスシリンダー(25mL，0.1mL目盛りのあるもの.)

図1.01－1

1.2.　試液

(ｉ)　アルカリ性フェノールフタレイン試液：フェノールフタレイン1gに水酸化ナトリウム試液7mL及び水を加えて溶かし，全量を100mLとする．

1.3.　操作法

試料10mLを15±2℃で正確に量り，蒸留フラスコAに入れ，水5mLを加え，沸騰石を入れ，注意してエタノール分を蒸留し，留液は共栓メスシリンダーDにとる．

蒸留は試料のエタノール含量によってほぼ表1.01－1に示す留液(mL)を得るまで行う．

表1.01－1

試料のエタノール含量(vol%)	留液(mL)
80以上	13
80～70	12
70～60	11
60～50	10
50～40	9
40～30	8
30以下	7

蒸留に際して著しく泡立つときは，リン酸若しくは硫酸を加えて強酸性とするか，又は少量のパラフィン，ミツロウ若しくはシリコーン樹脂を加えて蒸留する．

試料に次の物質を含む場合は，蒸留前に次の操作を行う．

(ⅰ)　グリセリン：蒸留フラスコの残留物が少なくとも50%の水分を含むように適量の水を加える．

(ⅱ)　ヨウ素：亜鉛粉末を加えて脱色する．

(ⅲ)　揮発性物質：かなりの量の精油，クロロホルム，ジエチルエーテル又はカンフルなどを含む場合は，試料10mLを正確に量り，分液漏斗に入れ，塩化ナトリウム飽和溶液10mLを加えて混和し，石油ベンジン10mLを加え，振り混ぜた後，下層の水層を分取し，石油ベンジン層は塩化ナトリウム飽和溶液5mLずつで2回振り混ぜ，全水層を合わせて蒸留を行う．ただし，この場合は，試料のエタノール含量に応じて留液を表の量より2～3mL多くとる．

(ⅳ)　その他の物質：遊離アンモニアを含む場合は，希硫酸を加えて弱酸性とし，揮発性酸を含む場合は，水酸化ナトリウム試液を加えて弱アルカリ性とする．また，石ケンと共に揮発性物質を含む場合は，(ⅲ)の操作において石油ベンジンを加える前に，過量の希硫酸を加えて石ケンを分解する．

留液に炭酸カリウム4～6g及びアルカリ性フェノールフタレイン試液1～2滴を加え，強く振り混ぜる．水層が白濁しない場合は，更に適量の炭酸カリウムを加えて振り混ぜた後，15±2℃の水中に30分間放置し，浮上した赤色のエタノール層のmL数を読み取り，アルコール数とする．もし，両液層の接界面が明らかでない場合は，水を滴加し，強く振り混ぜ，前と同様にして観察する．

2.　第２法　ガスクロマトグラフィー

15℃で試料を量り，次のガスクロマトグラフィー〈2.02〉により操作し，エタノール(C_2H_5OH)の含量(vol%)を測定し，この値からアルコール数を求める方法である．

2.1.　試薬

(ⅰ)　アルコール数測定用エタノール：エタノール(C_2H_5OH)の含量を測定したエタノール(99.5)．ただし，エタノールの比重d^{15}_{15}とエタノール(C_2H_5OH)含量との関係は，0.797：99.46vol%，0.796：99.66vol%，0.795：99.86vol%である．

2.2.　試料溶液及び標準溶液の調製

(ⅰ)　試料溶液：エタノール(C_2H_5OH)約5mLに対応する量の試料を15±2℃で正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液25mLを正確に量り，これに内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて100mLとする．

(ⅱ)　標準溶液：試料と同じ温度のアルコール数測定用エタノール5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液25mLを正確に量り，これに内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて100mLとする．

2.3.　操作法

試料溶液及び標準溶液25mLずつを量り，それぞれ100mLのゴム栓付き細口円筒形のガラス瓶に入れ，ゴム栓をアルミキャップで巻き締めて密栓し，これをあらかじめ温度変化の少ない室内で1時間以上放置した水中に首まで入れ，液が栓に付着しないように穏やかに振り混ぜた後，30分間放置する．それぞれの容器内の気体1mLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するエタノールのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

アルコール数

$$= \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{5(\mathrm{mL})}{\text{試料の量}(\mathrm{mL})} \times \frac{\text{アルコール数測定用エタノール中のエタノール}(C_2H_5OH)\text{の含量}(\mathrm{vol\%})}{9.406}$$

内標準溶液　アセトニトリル溶液(3→50)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約1.5mのガラス管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0075μm，500～600m^2/g)を充てんする．

カラム温度：105～115℃の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が5～10分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液から得た容器内の気体1mLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

1.02　アンモニウム試験法

アンモニウム試験法は，医薬品中に混在するアンモニウム塩の限度試験である．

医薬品各条には，アンモニウム(NH_4^+として)の限度をパーセント(%)で(　)内に付記する．

1.　装置

図1.02－1に示すアンモニウム試験用蒸留装置を用いる．ただし，減圧蒸留法を適用する場合，図1.02－2の装置を用いる．いずれの装置も総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．また，装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で10～30分間煮沸し，次に水中で30～60分間煮沸し，最後に水でよく洗ってから用いる．

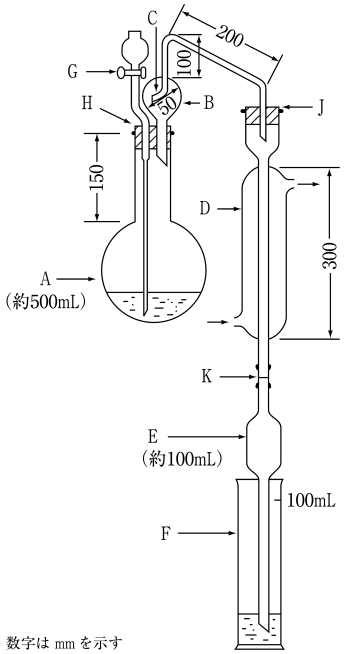
2.　操作法

2.1.　検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか，次の方法により検液及び比較液を調製する．

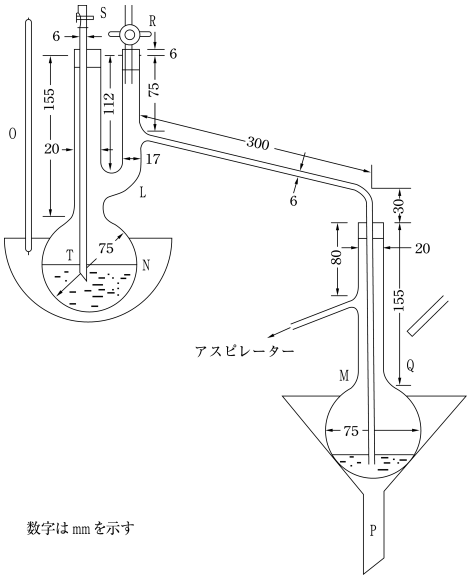
医薬品各条に規定する量の試料を蒸留フラスコAにとり，水140mL及び酸化マグネシウム2gを加え，蒸留装置(図1.02－1)を連結する．受器F(メスシリンダー)には吸収液としてホウ酸溶液(1→200)20mLを入れ，冷却器の下端を吸収液に浸し，1分間5～7mLの留出速度となるように加熱温度を調節し，留液60mLを得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，水を加えて100mLとし，検液とする．

減圧蒸留法を適用する場合，医薬品各条に規定する量の試料を減圧蒸留フラスコLにとり，水70mL及び酸化マグネシウム1gを加え，減圧蒸留装置(図1.02－2)を連結する．受器M(フラスコ)には吸収液としてホウ酸溶液(1→200)20mLを入れ，減圧蒸留フラスコの枝の先端を吸収液に浸し，水浴又はこれに代わる装置を用い60℃に保ち，1分間に1～2mLの留出速度となるように減圧度を調整し，留液30mLを得るまで減圧で蒸留する．



A：蒸留フラスコ
B：しぶき止め
C：小孔
D：冷却器
E：逆流止め
F：受器(メスシリンダー)
G：コック
H：ゴム栓
J：ゴム栓
K：ゴム管

図1.02－1　アンモニウム試験用蒸留装置



L：減圧蒸留フラスコ(200mL)
M：受器(フラスコ200mL)
N：水浴
O：温度計
P：漏斗
Q：冷却水
R：ガラスコック
S：スクリューコック付ゴム管
T：突沸防止用ガラス管

図1.02－2　アンモニウム試験用減圧蒸留装置

蒸留中は受器M(フラスコ)の球部を水で冷却する．枝の先端から液面を離し，少量の水でその部分を洗い込み，水を加えて100mLとする．これを検液とし，試験を行う．

比較液は医薬品各条に規定する量のアンモニウム標準液を蒸留フラスコA又は減圧蒸留フラスコLにとり，以下検液の調製法と同様に操作する．

2.2.　検液及び比較液の試験

別に規定するもののほか，次の方法による．

検液及び比較液30mLずつをネスラー管にとり，フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液6.0mLを加えて混和する．次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液4mL及び水を加えて50mLとし，混和した後，60分間放置する．両管を白色の背景を用い，上方又は側方から観察して液の色を比較する．

検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

1.03　塩化物試験法

塩化物試験法は，医薬品中に混在する塩化物の限度試験である．

医薬品各条には，塩化物(Clとして)の限度をパーセント(%)で(　)内に付記する．

1.　操作法

別に規定するもののほか，医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり，水適量に溶かし40mLとする．これに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，検液とする．別に医薬品各条に規定する量の0.01mol/L塩酸をとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，比較液とする．この場合，検液が澄明でないときは，両液を同条件でろ過する．

検液及び比較液に硝酸銀試液1mLずつを加えて混和し，直射日光を避け，5分間放置した後，黒色の背景を用い，ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する．

検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない．

1.04　炎色反応試験法

炎色反応試験法は，ある種の元素が鋭敏にブンゼンバーナーの無色炎をそれぞれ固有の色に染める性質を利用して，その元素の定性を行う方法である．

（1）　金属塩の炎色反応

試験に用いる白金線は径約0.8mmで，先端は直線のままで用いる．試料が固体の場合は塩酸少量を加えてかゆ状とし，その少量を白金線の先端から約5mmまでの部分に付け，水平に保って無色炎中に入れ，試験する．また，試料が液体の場合は白金線の先端を試料中に約5mm浸し，静かに引き上げて，以下固体の場合と同様に試験する．

（2）　ハロゲン化合物の炎色反応

網目の開き0.25mm，線径0.174mmの銅網を幅1.5cm，長さ5cmに切り，銅線の一端に巻き付ける．これをブンゼンバーナーの無色炎中で，炎が緑色又は青色を呈しなくなるまで強熱した後，冷却し，更にこの操作を数回繰り返して酸化銅の被膜を

完全に付ける．次に冷時，この銅網上に，別に規定するもののほか，試料1mgを付け，点火して燃焼させ，この操作を3回繰り返した後，銅網を無色炎中に入れ，試験する．

炎色反応が持続するとは，その反応が約4秒間持続することをいう．

1.05　鉱油試験法

鉱油試験法は，注射剤及び点眼剤に用いる非水性溶剤中の鉱油を試験する方法である．

1.　操作法

試料10mLを100mLのフラスコに入れ，水酸化ナトリウム溶液(1→6)15mL及びエタノール(95)30mLを加え，フラスコの口に足の短い小漏斗をのせ，しばしば振り混ぜて水浴上で澄明になるまで加熱する．次に浅い磁製の皿に移し，水浴上で加熱してエタノールを蒸発し，残留物に水100mLを加え，水浴上で加熱するとき，液は濁らない．

1.06　酸素フラスコ燃焼法

酸素フラスコ燃焼法は，塩素，臭素，ヨウ素，フッ素又はイオウなどを含む有機化合物を，酸素を満たしたフラスコ中で燃焼分解し，その中に含まれるハロゲン又はイオウなどを確認又は定量する方法である．

1.　装置

図1.06－1に示すものを用いる．

2.　検液及び空試験液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法による．

2.1.　試料のとり方

(ⅰ)　試料が固体の場合：医薬品各条に規定する量の試料を図に示すろ紙の中央部に精密に量りとり，こぼれないように折れ線に沿って包み，白金製のかご又は白金網筒Bの中に，点火部を外に出して入れる．

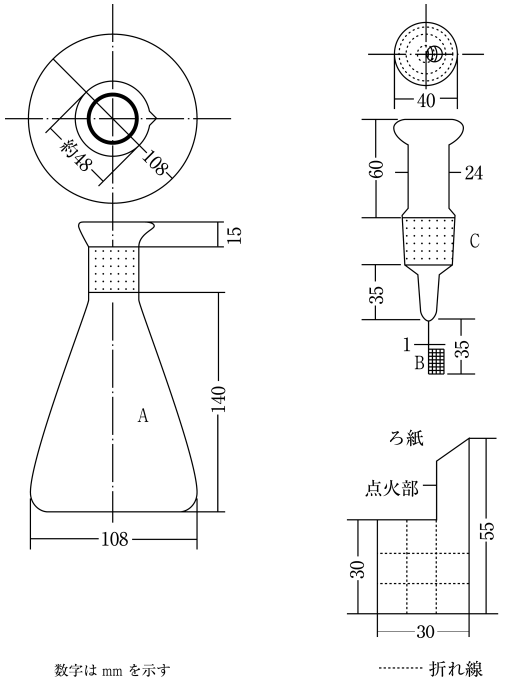
(ⅱ)　試料が液状の場合：あらかじめ適当量の脱脂綿を，縦50mm，横5mmのろ紙を用いて，その先端約20mm(点火部)を残すように巻き込み，白金製のかご又は白金網筒Bの中に入れる．適当なガラス管に試料を採取し，質量を精密に量り，一端を脱脂綿に接触させて医薬品各条で規定する量の試料をしみ込ませる．

2.2.　燃焼法

医薬品各条に規定する吸収液をフラスコAに入れ，A内にあらかじめ酸素を充満し，栓Cのすり合わせを水で潤した後，点火部に点火し，直ちにA中に入れ，完全に燃焼が終わるまで気密に保持する．次にA内の白煙が完全に消えるまで時々振り混ぜた後，15～30分間放置し検液とする．別に試料を用いないで同様に操作し，空試験液を調製する．

3.　定量操作法

医薬品各条で別に規定するもののほか，次の方法による．



A：内容500mLの無色，肉厚(約2mm)の硬質ガラス製のフラスコで，口の上部を受け皿状にしたもの．ただし，フッ素の定量には石英製のものを用いる．
B：白金製のかご又は白金網筒(白金線を用いて栓Cの下端につるす.)
C：硬質ガラス製の共栓．ただし，フッ素の定量には石英製のものを用いる．

図1.06－1

3.1.　塩素又は臭素

Aの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，検液をビーカーに移す．2－プロパノール15mLでC，B及びAの内壁を洗い，洗液を検液に合わせる．この液にブロモフェノールブルー試液1滴を加え，液の色が黄色になるまで希硝酸を滴加した後，2－プロパノール25mLを加え，滴定終点検出法〈2.50〉の電位差滴定法により0.005mol/L硝酸銀液で滴定する．空試験液につき同様に試験を行い，補正する．

0.005mol/L硝酸銀液1mL＝0.1773mg Cl
0.005mol/L硝酸銀液1mL＝0.3995mg Br

3.2.　ヨウ素

Aの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，検液にヒドラジン一水和物2滴を加え，栓Cを施し，激しく振り混ぜて脱色する．Aの内容物をビーカーに移し，2－プロパノール25mLでC，B及びAの内壁を洗い，洗液は先のビーカーに移す．この液にブロモフェノールブルー試液1滴を加え，液の色が黄色になるまで希硝酸を滴加した後，滴定終点検出法〈2.50〉の電位差滴定法により0.005mol/L硝酸銀液で滴定する．空試験液につき同様に試験を行い，補正する．

0.005mol/L硝酸銀液1mL＝0.6345mg I

3.3.　フッ素

Aの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，検液及び空試験液をそれぞれ50mLのメスフラスコに移し，C，B及びAの内壁を水で洗い，洗液及び水を加えて50mLとし，試験液及び補正液とする．フッ素約30μgに対応する試験液(V mL)，補正

液V mL及びフッ素標準液5mLを正確に量り，それぞれ別の50mLのメスフラスコに入れ，よく振り混ぜながらそれぞれにアリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)30mLを加え，水を加えて50mLとし，1時間放置する．これらの液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試験液，補正液及び標準液から得たそれぞれの液の波長600nmにおける吸光度A_T，A_C及びA_Sを測定する．

検液中のフッ素(F)の量(mg)

$$=\text{標準液5mL中のフッ素の量(mg)}\times\frac{A_T-A_C}{A_S}\times\frac{50}{V}$$

フッ素標準液：フッ化ナトリウム(標準試薬)を白金るつぼにとり，500～550℃で1時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，その約66.3mgを精密に量り，水を加えて溶かし，正確に500mLとする．この液10mLを正確にとり，水を加えて正確に100mLとする．

3.4.　**イオウ**

Aの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，メタノール15mLでC，B及びAの内壁を洗い込む．この液にメタノール40mLを加え，次に0.005mol/L過塩素酸バリウム液25mLを正確に加え，10分間放置した後，アルセナゾⅢ試液0.15mLをメスピペットを用いて加え，0.005mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する．空試験液につき同様に試験を行う．

0.005mol/L過塩素酸バリウム液1mL＝0.1604mg S

1.07　重金属試験法

重金属試験法は，医薬品中に混在する重金属の限度試験である．この重金属とは，酸性で硫化ナトリウム試液によって呈色する金属性混在物をいい，その量は鉛(Pb)の量として表す．

医薬品各条には，重金属(Pbとして)の限度をppmで(　)内に付記する．

1.　**検液及び比較液の調製法**

別に規定するもののほか，次の方法によって検液及び比較液を調製する．

1.1.　**第１法**

医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり，水適量に溶かし，40mLとする．これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとし，検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉛標準液をネスラー管にとり，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．

1.2.　**第２法**

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるつぼに量り，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mL及び硫酸5滴を加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10mLを加えて2分間加温する．次にフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとし，検液とする．

比較液は硝酸2mL，硫酸5滴及び塩酸2mLを水浴上で蒸発し，更に砂浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，以下検液の調製法と同様に操作し，医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50mLとする．

1.3.　**第３法**

医薬品各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるつぼに量り，初めは注意して弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．冷後，王水1mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10mLを加えて2分間加温する．次にフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとし，検液とする．

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

1.4.　**第４法**

医薬品各条に規定する量の試料を白金製又は磁製のるつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して炭化する．冷後，硫酸1mLを加え，注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸3mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，水10mLを加え，加温して溶かす．次にフェノールフタレイン試液を1滴加えた後，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとし，検液とする．

比較液は硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLをとり，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，注意して加熱した後，500～600℃で強熱する．冷後，塩酸3mLを加え，以下検液の調製法と同様に操作し，医薬品各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50mLとする．

2.　**操作法**

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液1滴ずつを加えて混和し，5分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方又は側方から観察して液の色を比較する．

検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

1.08　窒素定量法(セミミクロケルダール法)

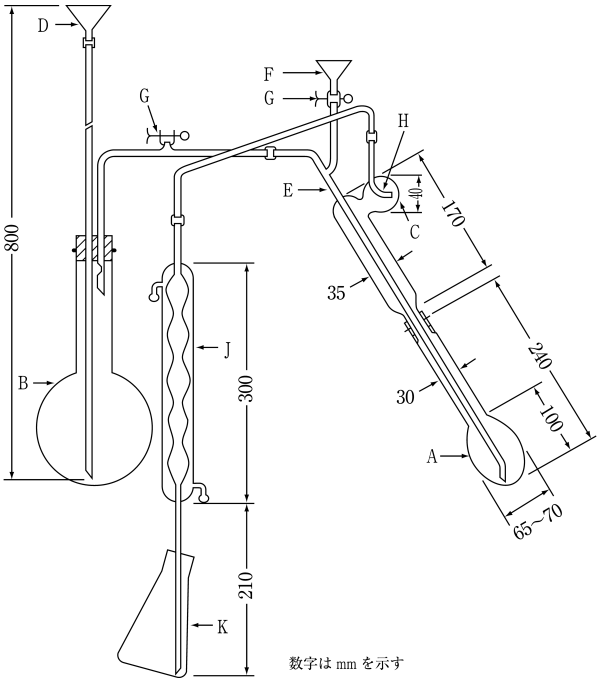
窒素定量法は，窒素を含む有機化合物を硫酸で加熱分解し，窒素をアンモニア性窒素とした後，アルカリにより遊離させ，水蒸気蒸留法により捕集したアンモニアを滴定法により定量する方法である．

1.　**装置**

図1.08－1に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．装置に用いるゴムはすべて水酸化

ナトリウム試液中で10～30分間煮沸し，次に水中で30～60分間煮沸し，最後に水でよく洗ってから用いる．

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



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

図1.08－1

2.　装置適合性

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

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

3.　試薬・試液

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

4.　操作法

別に規定するもののほか，次の方法による．

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

次に，フラスコを振り動かしながら，過酸化水素(30)1mLを少量ずつ内壁に沿って注意して加える．フラスコを徐々に加熱し，更にフラスコの首で硫酸が液化する程度に加熱する．液が青色澄明を経て鮮やかな緑色澄明となり，フラスコの内壁に炭化物を認めなくなったとき，加熱をやめる．必要ならば冷却した後，過酸化水素(30)少量を追加し，再び加熱する．冷後，水20mLを注意しながら加えて冷却する．

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

0.005mol/L硫酸1mL＝0.1401mg N

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

1.09　定性反応

定性反応は，医薬品の確認試験に用い，通例，医薬品各条に規定する液2～5mLをとり，試験を行う．

亜鉛塩

(1)　亜鉛塩の中性～アルカリ性溶液に硫化アンモニウム試液又は硫化ナトリウム試液を加えるとき，帯白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに希酢酸を加えても溶けないが，希塩酸を追加するとき，溶ける．

(2)　亜鉛塩の溶液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，この一部に希塩酸を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部に水酸化ナトリウム試液を追加するとき，溶ける．

(3)　亜鉛塩の中性～弱酸性溶液にピリジン1～2滴及びチオシアン酸カリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

亜硝酸塩

(1)　亜硝酸塩の溶液に希硫酸を加えて酸性とするとき，特異なにおいのある黄褐色のガスを発生し，少量の硫酸鉄(Ⅱ)七水和物の結晶を追加するとき，液は暗褐色を呈する．

(2)　亜硝酸塩の溶液にヨウ化カリウム試液2～3滴を加え，希硫酸を滴加するとき，液は黄褐色となり，次に黒紫色の沈殿を生じ，クロロホルム2mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈する．

(3)　亜硝酸塩の溶液にチオ尿素試液を加え，希硫酸を加えて酸性とし，塩化鉄(Ⅲ)試液を滴加するとき，液は暗赤色を呈し，ジエチルエーテル2mLを加えて振り混ぜるとき，ジエチルエ

ーテル層は赤色を呈する．

亜ヒ酸塩

（1）　亜ヒ酸塩の塩酸酸性溶液に硫化ナトリウム試液1～2滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に塩酸を加えても溶けない．また，他の一部に炭酸アンモニウム試液を加えるとき，溶ける．

（2）　亜ヒ酸塩の微アルカリ性溶液に硝酸銀試液を加えるとき，黄白色の沈殿を生じ，この一部にアンモニア試液を，また，他の一部に希硝酸を追加するとき，いずれも沈殿は溶ける．

（3）　亜ヒ酸塩の微アルカリ性溶液に硫酸銅(Ⅱ)試液を加えるとき，緑色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに水酸化ナトリウム試液を加えて煮沸するとき，赤褐色に変わる．

亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩

（1）　亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の酢酸酸性溶液にヨウ素試液を滴加するとき，試液の色は消える．

（2）　亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の溶液に等容量の希塩酸を加えるとき，二酸化イオウのにおいを発し，液は混濁しない(チオ硫酸塩との区別)．これに硫化ナトリウム試液1滴を追加するとき，液は直ちに白濁し，白濁は徐々に淡黄色の沈殿に変わる．

アルミニウム塩

（1）　アルミニウム塩の溶液に塩化アンモニウム試液及びアンモニア試液を加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，過量のアンモニア試液を追加しても沈殿は溶けない．

（2）　アルミニウム塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，過量の水酸化ナトリウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3）　アルミニウム塩の溶液に硫化ナトリウム試液を加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，過量の硫化ナトリウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

（4）　アルミニウム塩の溶液に白色のゲル状の沈殿を生じるまでアンモニア試液を加え，アリザリンレッドS試液5滴を追加するとき，沈殿は赤色に変わる．

安息香酸塩

（1）　安息香酸塩の濃溶液に希塩酸を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿を分取し，冷水でよく洗い，乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は120～124℃である．

（2）　安息香酸塩の中性溶液に塩化鉄(Ⅲ)試液を滴加するとき，淡黄赤色の沈殿を生じ，希塩酸を追加するとき，白色の沈殿に変わる．

アンチモン塩，第一

（1）　第一アンチモン塩をなるべく少量の塩酸に溶かし，水を加えて薄めるとき，白濁する．硫化ナトリウム試液1～2滴を追加するとき，だいだい色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に硫化ナトリウム試液を，また，他の一部に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，いずれも溶ける．

（2）　第一アンチモン塩の塩酸酸性溶液にわずかに沈殿を生じるまで水を加え，チオ硫酸ナトリウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．この溶液を加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

アンモニウム塩

　アンモニウム塩に過量の水酸化ナトリウム試液を加えて加温するとき，アンモニアのにおいを発し，このガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

塩化物

（1）　塩化物の溶液に硫酸及び過マンガン酸カリウムを加えて加熱するとき，塩素ガスを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（2）　塩化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

塩素酸塩

（1）　塩素酸塩の溶液に硝酸銀試液を加えても，沈殿を生じないが，亜硝酸ナトリウム試液2～3滴及び希硝酸を追加するとき，徐々に白色の沈殿を生じ，更にアンモニア試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

（2）　塩素酸塩の中性溶液にインジゴカルミン試液を液が淡青色を呈するまで滴加し，希硫酸を加えて酸性とし，更に亜硫酸水素ナトリウム試液を滴加するとき，速やかに青色は消える．

過酸化物

（1）　過酸化物の溶液に等容量の酢酸エチル及び二クロム酸カリウム試液1～2滴を加え，更に希硫酸を加えて酸性とし，直ちに振り混ぜて放置するとき，酢酸エチル層は青色を呈する．

（2）　過酸化物の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム試液を滴加するとき，試液の色は消え，泡立ってガスを発生する．

過マンガン酸塩

（1）　過マンガン酸塩の溶液は赤紫色を呈する．

（2）　過マンガン酸塩の硫酸酸性溶液に過量の過酸化水素試液を加えるとき，泡立って脱色する．

（3）　過マンガン酸塩の硫酸酸性溶液に過量のシュウ酸試液を加えて加温するとき，脱色する．

カリウム塩

（1）　カリウム塩につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，淡紫色を呈する．炎が黄色のときは，コバルトガラスを通して観察すると赤紫色に見える．

（2）　カリウム塩の中性溶液に酒石酸水素ナトリウム試液を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿の生成を速くするには，ガラス棒で試験管の内壁をこする．沈殿を分取し，これにアンモニア試液，水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液を加えるとき，いずれも溶ける．

（3）　カリウム塩の酢酸酸性溶液にヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

（4）　カリウム塩に過量の水酸化ナトリウム試液を加えて加温しても，アンモニアのにおいを発しない(アンモニウム塩との区別)．

カルシウム塩

（1）　カルシウム塩につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，黄赤色を呈する．

（2）　カルシウム塩の溶液に炭酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　カルシウム塩の溶液にシュウ酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに希酢酸を加えても溶けないが，希塩酸を追加するとき，溶ける．

（4）　カルシウム塩の中性溶液にクロム酸カリウム試液10滴を加え，加熱しても沈殿を生じない(ストロンチウム塩との区別)．

銀塩

（1）　銀塩の溶液に希塩酸を加えるとき，白色の沈殿を生じ，この一部に希硝酸を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

（2） 銀塩の溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき，赤色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．
（3） 銀塩の溶液にアンモニア試液を滴加するとき，灰褐色の沈殿を生じる．更にアンモニア試液を滴加して沈殿を溶かし，ホルムアルデヒド液1～2滴を加えて加温するとき，器壁に銀鏡を生じる．

クエン酸塩

（1） クエン酸塩の溶液1～2滴にピリジン／無水酢酸混液(3：1)20mLを加え，2～3分間放置するとき，赤褐色を呈する．
（2） クエン酸塩の中性溶液に等容量の希硫酸を加え，その2／3容量の過マンガン酸カリウム試液を加え，試液の色が消えるまで加熱した後，全量の1／10容量の臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じる．
（3） クエン酸塩の中性溶液に過量の塩化カルシウム試液を加えて煮沸するとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に水酸化ナトリウム試液を加えても溶けない．また，他の一部に希塩酸を加えるとき，溶ける．

グリセロリン酸塩

（1） グリセロリン酸塩の溶液に塩化カルシウム試液を加えるとき，変化しないが，煮沸するとき，沈殿を生じる．
（2） グリセロリン酸塩の溶液に七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えるとき，冷時沈殿を生じないが，長く煮沸するとき，黄色の沈殿を生じる．
（3） グリセロリン酸塩に等量の硫酸水素カリウムの粉末を混ぜ，直火で穏やかに加熱するとき，アクロレインの刺激臭を発する．

クロム酸塩

（1） クロム酸塩の溶液は黄色を呈する．
（2） クロム酸塩の溶液に酢酸鉛(Ⅱ)試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，この一部に酢酸を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部に希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．
（3） クロム酸塩の硫酸酸性溶液に等容量の酢酸エチル及び過酸化水素試液1～2滴を加え，直ちに振り混ぜて放置するとき，酢酸エチル層は青色を呈する．

酢酸塩

（1） 酢酸塩に薄めた硫酸(1→2)を加えて加温するとき，酢酸のにおいを発する．
（2） 酢酸塩に硫酸及び少量のエタノール(95)を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．
（3） 酢酸塩の中性溶液に塩化鉄(Ⅲ)試液を加えるとき，液は赤褐色を呈し，煮沸するとき，赤褐色の沈殿を生じる．これに塩酸を追加するとき，沈殿は溶け，液の色は黄色に変わる．

サリチル酸塩

（1） サリチル酸塩を過量のソーダ石灰と混ぜて加熱するとき，フェノールのにおいを発する．
（2） サリチル酸塩の濃溶液に希塩酸を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿を分取し，冷水でよく洗い，乾燥するとき，その融点〈2.60〉は約159℃である．
（3） サリチル酸塩の中性溶液に希塩化鉄(Ⅲ)試液5～6滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に消える．

シアン化物

（1） シアン化物の溶液に過量の硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部にアンモニア試液を加えるとき，溶ける．
（2） シアン化物の溶液に硫酸鉄(Ⅱ)試液2～3滴，希塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜた後，希硫酸を加えて酸性にするとき，青色の沈殿を生じる．

臭化物

（1） 臭化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき，淡黄色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部にアンモニア水(28)を加えて振り混ぜた後，分離した液に希硝酸を加えて酸性にすると白濁する．
（2） 臭化物の溶液に塩素試液を加えるとき，黄褐色を呈する．これを二分し，この一部にクロロホルムを追加して振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄褐色～赤褐色を呈する．また，他の一部にフェノールを追加するとき，白色の沈殿を生じる．

重クロム酸塩

（1） 重クロム酸塩の溶液は黄赤色を呈する．
（2） 重クロム酸塩の溶液に酢酸鉛(Ⅱ)試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，この一部に酢酸(31)を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部に希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．
（3） 重クロム酸塩の硫酸酸性溶液に等容量の酢酸エチル及び過酸化水素試液1～2滴を加え，直ちに振り混ぜて放置するとき，酢酸エチル層は青色を呈する．

シュウ酸塩

（1） シュウ酸塩の硫酸酸性溶液に温時過マンガン酸カリウム試液を滴加するとき，試液の色は消える．
（2） シュウ酸塩の溶液に塩化カルシウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに希酢酸を加えても溶けないが，希塩酸を追加するとき，溶ける．

臭素酸塩

（1） 臭素酸塩の硝酸酸性溶液に硝酸銀試液2～3滴を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じ，加熱するとき，沈殿は溶ける．これに亜硝酸ナトリウム試液1滴を追加するとき，淡黄色の沈殿を生じる．
（2） 臭素酸塩の硝酸酸性溶液に亜硝酸ナトリウム試液5～6滴を加えるとき，液は黄色～赤褐色を呈し，これにクロロホルム1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色～赤褐色を呈する．

酒石酸塩

（1） 酒石酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に硝酸を加えるとき，溶ける．また，他の一部にアンモニア試液を加えて加温するとき，溶け，徐々に器壁に銀鏡を生じる．
（2） 酒石酸塩の溶液に酢酸(31)2滴，硫酸鉄(Ⅱ)試液1滴及び過酸化水素試液2～3滴を加え，更に過量の水酸化ナトリウム試液を加えるとき，赤紫色～紫色を呈する．
（3） 酒石酸塩の溶液2～3滴に，あらかじめ硫酸5mLにレソルシノール溶液(1→50)2～3滴及び臭化カリウム溶液(1→10)2～3滴を加えた液を加え，水浴上で5～10分間加熱するとき，濃青色を呈する．これを冷却して水3mLに加えるとき，液は赤色～赤だいだい色を呈する．

硝酸塩

（1） 硝酸塩の溶液に等容量の硫酸を混和し，冷却した後，硫酸鉄(Ⅱ)試液を層積するとき，接界面に暗褐色の輪帯を生じる．
（2） 硝酸塩の溶液にジフェニルアミン試液を加えるとき，液

は青色を呈する．

（3）　硝酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム試液を加えても，試液の赤紫色は退色しない(亜硝酸塩との区別).

水銀塩，第一

（1）　第一水銀塩の溶液に板状の銅を浸して放置した後，これを取り出して水で洗い，紙又は布でこするとき，銀白色に輝く(第二水銀塩と共通).

（2）　第一水銀塩又はその溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，黒色を呈する．

（3）　第一水銀塩の溶液に希塩酸を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これにアンモニア試液を加えるとき，黒色に変わる．

（4）　第一水銀塩の溶液にヨウ化カリウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．放置するとき，沈殿は緑色に変わり，過量のヨウ化カリウム試液を追加するとき，黒色に変わる．

水銀塩，第二

（1）　第二水銀塩の溶液に板状の銅を浸して放置した後，これを取り出して水で洗い，紙又は布でこするとき，銀白色に輝く(第一水銀塩と共通).

（2）　第二水銀塩の溶液に少量の硫化ナトリウム試液を加えるとき，黒色の沈殿を生じ，過量の硫化ナトリウム試液を追加するとき，溶ける．この液に塩化アンモニウム試液を追加するとき，再び黒色の沈殿を生じる．

（3）　第二水銀塩の中性溶液にヨウ化カリウム試液を滴加するとき，赤色の沈殿を生じ，過量のヨウ化カリウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

（4）　第二水銀塩の塩酸酸性溶液に少量の塩化スズ(Ⅱ)試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，過量の塩化スズ(Ⅱ)試液を追加するとき，沈殿は灰黒色に変わる．

スズ塩，第一

（1）　第一スズ塩の塩酸酸性溶液を，水を入れた試験管の外側底部に付着させ，これをブンゼンバーナーの無色炎中に入れるとき，試験管の底が青色の炎で包まれる(第二スズ塩と共通).

（2）　第一スズ塩の塩酸酸性溶液に粒状の亜鉛を浸すとき，その表面に灰色の海綿状の物質が析出する(第二スズ塩と共通).

（3）　第一スズ塩の溶液にヨウ素・デンプン試液を滴加するとき，試液の色は消える．

（4）　第一スズ塩の塩酸酸性溶液に，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を滴加し，硫化ナトリウム試液2～3滴を追加するとき，暗褐色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に硫化ナトリウム試液を加えても溶けない．また，他の一部に多硫化アンモニウム試液を加えるとき，溶ける．

スズ塩，第二

（1）　第二スズ塩の塩酸酸性溶液を，水を入れた試験管の外側底部に付着させ，これをブンゼンバーナーの無色炎中に入れるとき，試験管の底が青色の炎で包まれる(第一スズ塩と共通).

（2）　第二スズ塩の塩酸酸性溶液に粒状の亜鉛を浸すとき，その表面に灰色の海綿状の物質が析出する(第一スズ塩と共通).

（3）　第二スズ塩の塩酸酸性溶液に鉄粉を加えて放置した後，ろ過する．ろ液にヨウ素・デンプン試液を滴加するとき，試液の色は消える．

（4）　第二スズ塩の塩酸酸性溶液にわずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を滴加し，硫化ナトリウム試液2～3滴を追加するとき，淡黄色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに硫化ナトリウム試液を加えるとき，溶け，更に塩酸を追加するとき，再び淡黄色の沈殿を生じる．

セリウム塩

（1）　セリウム塩に2.5倍量の酸化鉛(Ⅳ)を加え，更に硝酸を加えて煮沸するとき，液は黄色を呈する．

（2）　セリウム塩の溶液に過酸化水素試液及びアンモニア試液を加えるとき，黄色～赤褐色の沈殿を生じる．

炭酸塩

（1）　炭酸塩に希塩酸を加えるとき，泡立ってガスを発生する．このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき，直ちに白色の沈殿を生じる(炭酸水素塩と共通).

（2）　炭酸塩の溶液に硫酸マグネシウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希酢酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3）　炭酸塩の冷溶液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈する(炭酸水素塩との区別).

炭酸水素塩

（1）　炭酸水素塩に希塩酸を加えるとき，泡立ってガスを発生する．このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき，直ちに白色の沈殿を生じる(炭酸塩と共通).

（2）　炭酸水素塩の溶液に硫酸マグネシウム試液を加えるとき，沈殿を生じないが，煮沸するとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　炭酸水素塩の冷溶液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈しないか，又は赤色を呈しても極めてうすい(炭酸塩との区別).

チオシアン酸塩

（1）　チオシアン酸塩の溶液に過量の硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，この一部に希硝酸を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部にアンモニア水(28)を追加するとき，沈殿は溶ける．

（2）　チオシアン酸塩の溶液に塩化鉄(Ⅲ)試液を加えるとき，液は赤色を呈し，この色は塩酸を追加しても消えない．

チオ硫酸塩

（1）　チオ硫酸塩の酢酸酸性溶液にヨウ素試液を滴加するとき，試液の色は消える．

（2）　チオ硫酸塩の溶液に等容量の希塩酸を加えるとき，二酸化イオウのにおいを発し，液は徐々に白濁し，この白濁は放置するとき，黄色に変わる．

（3）　チオ硫酸塩の溶液に過量の硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，放置するとき，沈殿は黒色に変わる．

鉄塩，第一

（1）　第一鉄塩の弱酸性溶液にヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液を加えるとき，青色の沈殿を生じ，希塩酸を追加しても沈殿は溶けない．

（2）　第一鉄塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，灰緑色のゲル状の沈殿を生じ，硫化ナトリウム試液を追加するとき，黒色の沈殿に変わる．沈殿を分取し，これに希塩酸を加えるとき，溶ける．

（3）　第一鉄塩の中性又は弱酸性溶液に1,10－フェナントロリン一水和物のエタノール(95)溶液(1→50)を滴加するとき，濃赤色を呈する．

鉄塩，第二

（1）　第二鉄塩の弱酸性溶液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液を加えるとき，青色の沈殿を生じ，希塩酸を追加しても沈殿は溶けない．

（2） 第二鉄塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，赤褐色のゲル状の沈殿を生じ，硫化ナトリウム試液を追加するとき，黒色の沈殿に変わる．沈殿を分取し，これに希塩酸を加えるとき，溶け，液は白濁する．

（3） 第二鉄塩の弱酸性溶液にスルホサリチル酸試液を加えるとき，液は紫色を呈する．

銅塩，第二

（1） 第二銅塩の塩酸酸性溶液によく磨いた板状の鉄を入れるとき，その表面に赤色の金属の膜を生じる．

（2） 第二銅塩の溶液に少量のアンモニア試液を加えるとき，淡青色の沈殿を生じ，過量のアンモニア試液を追加するとき，沈殿は溶け，液は濃青色を呈する．

（3） 第二銅塩の溶液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液を加えるとき，赤褐色の沈殿を生じ，この一部に希硝酸を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部にアンモニア試液を追加するとき，沈殿は溶け，液は濃青色を呈する．

（4） 第二銅塩の溶液に硫化ナトリウム試液を加えるとき，黒色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希塩酸，希硫酸又は水酸化ナトリウム試液を加えても溶けない．また，他の一部に熱希硝酸を加えるとき，溶ける．

ナトリウム塩

（1） ナトリウム塩につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，黄色を呈する．

（2） ナトリウム塩の中性又は弱アルカリ性濃溶液にヘキサヒドロキシアンチモン(V)酸カリウム試液を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿の生成を速くするには，ガラス棒で試験管の内壁をこする．

鉛塩

（1） 鉛塩の溶液に希硫酸を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に水酸化ナトリウム試液を加えて加温するか，又は酢酸アンモニウム試液を加えるとき，溶ける．

（2） 鉛塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，過量の水酸化ナトリウム試液を追加するとき，沈殿は溶け，更に硫化ナトリウム試液を追加するとき，黒色の沈殿を生じる．

（3） 鉛塩の希酢酸酸性溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，アンモニア試液を追加しても沈殿は溶けないが，更に水酸化ナトリウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

乳酸塩

（1） 乳酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム試液を加えて加熱するとき，アセトアルデヒドのにおいを発する．

バリウム塩

（1） バリウム塩につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄緑色を呈する．

（2） バリウム塩の溶液に希硫酸を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を追加しても沈殿は溶けない．

（3） バリウム塩の酢酸酸性溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

ヒ酸塩

（1） ヒ酸塩の中性溶液に硫化ナトリウム試液1～2滴を加えても沈殿を生じないが，塩酸を追加するとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに炭酸アンモニウム試液を加えるとき，溶ける．

（2） ヒ酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき，暗赤褐色の沈殿を生じ，この一部に希硝酸を，また，他の一部にアンモニア試液を追加するとき，いずれも沈殿は溶ける．

（3） ヒ酸塩の中性又はアンモニアアルカリ性溶液にマグネシア試液を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じ，希塩酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

ビスマス塩

（1） ビスマス塩をなるべく少量の塩酸に溶かし，水を加えて薄めるとき，白濁する．硫化ナトリウム試液1～2滴を追加するとき，暗褐色の沈殿を生じる．

（2） ビスマス塩の塩酸酸性溶液にチオ尿素試液を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3） ビスマス塩の希硝酸溶液又は希硫酸溶液にヨウ化カリウム試液を滴加するとき，黒色の沈殿を生じ，ヨウ化カリウム試液を追加するとき，沈殿は溶け，だいだい色を呈する．

フェリシアン化物

（1） フェリシアン化物の溶液は黄色を呈する．

（2） フェリシアン化物の溶液に硫酸鉄(Ⅱ)試液を加えるとき，青色の沈殿を生じ，希塩酸を追加しても沈殿は溶けない．

フェロシアン化物

（1） フェロシアン化物の溶液に塩化鉄(Ⅲ)試液を加えるとき，青色の沈殿を生じ，希塩酸を追加しても沈殿は溶けない．

（2） フェロシアン化物の溶液に硫酸銅(Ⅱ)試液を加えるとき，赤褐色の沈殿を生じ，希塩酸を追加しても沈殿は溶けない．

フッ化物

（1） フッ化物の溶液をクロム酸・硫酸試液に加えて加熱するとき，液は試験管の内壁を一様にぬらさない．

（2） フッ化物の中性又は弱酸性溶液にアリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液の混液(1：1：1)1.5mLを加えて放置するとき，液は青紫色を呈する．

芳香族アミン，第一

（1） 芳香族第一アミンの酸性溶液に氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液3滴を加えて振り混ぜ，2分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液1mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

ホウ酸塩

（1） ホウ酸塩に硫酸及びメタノールを混ぜて点火するとき，緑色の炎をあげて燃える．

（2） ホウ酸塩の塩酸酸性溶液で潤したクルクマ紙を加温して乾燥するとき，赤色を呈し，これにアンモニア試液を滴加するとき，青色に変わる．

マグネシウム塩

（1） マグネシウム塩の溶液に炭酸アンモニウム試液を加えて加温するとき，白色の沈殿を生じ，塩化アンモニウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．更にリン酸水素二ナトリウム試液を追加するとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

（2） マグネシウム塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，この一部にヨウ素試液を加えるとき，沈殿は暗褐色に染まる．また，他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けない．

マンガン塩

（1）　マンガン塩の溶液にアンモニア試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この一部に硝酸銀試液を追加するとき，沈殿は黒色に変わる．また，他の一部を放置するとき，沈殿の上部が褐色を帯びてくる．

（2）　マンガン塩の希硝酸酸性溶液に少量の三酸化ナトリウムビスマスの粉末を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

メシル酸塩

（1）　メシル酸塩に2倍量の水酸化ナトリウムを加え，穏やかに加熱して融解し，20～30秒間加熱を続ける．冷後，少量の水を加えた後，希塩酸を加え，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

（2）　メシル酸塩に3倍量の硝酸ナトリウム及び3倍量の無水炭酸ナトリウムを加えてよくかき混ぜ，徐々に加熱する．冷後，残留物を薄めた希塩酸(1→5)に溶かし，必要ならばろ過し，ろ液に塩化バリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

ヨウ化物

（1）　ヨウ化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．この一部に希硝酸を，また，他の一部にアンモニア水(28)を追加してもいずれも沈殿は溶けない．

（2）　ヨウ化物の酸性溶液に亜硝酸ナトリウム試液1～2滴を加えるとき，液は黄褐色を呈し，次に黒紫色の沈殿を生じる．デンプン試液を追加するとき，液は濃青色を呈する．

リチウム塩

（1）　リチウム塩につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する赤色を呈する．

（2）　リチウム塩の溶液にリン酸水素二ナトリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希塩酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3）　リチウム塩の溶液に希硫酸を加えても沈殿は生じない(ストロンチウム塩との区別)．

硫化物

（1）　多くの硫化物は，希塩酸を加えるとき，硫化水素のにおいを発し，このガスは潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙を黒変する．

硫酸塩

（1）　硫酸塩の溶液に塩化バリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を追加しても沈殿は溶けない．

（2）　硫酸塩の中性溶液に酢酸鉛(Ⅱ)試液を加えるとき，白色の沈殿を生じ，酢酸アンモニウム試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3）　硫酸塩の溶液に等容量の希塩酸を加えても白濁しない(チオ硫酸塩との区別)．また，二酸化イオウのにおいを発しない(亜硫酸塩との区別)．

リン酸塩（正リン酸塩）

（1）　リン酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸又はアンモニア試液を追加するとき，沈殿は溶ける．

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

（3）　リン酸塩の中性又はアンモニアアルカリ性溶液にマグネシア試液を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じ，希塩酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

1.10　鉄試験法

鉄試験法は，医薬品中に混在する鉄の限度試験である．その限度は鉄(Fe)の量として表す．

医薬品各条には，鉄(Feとして)の限度をppmで(　)内に付記する．

1.　検液及び比較液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法によって検液及び比較液を調製する．

1.1.　第１法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mLを加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をとり，鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mLを加えて比較液とする．

1.2.　第２法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，希塩酸10mLを加え，必要ならば加温して溶かす．次にL－酒石酸0.5gを加えて溶かした後，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，更に鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液20mLを加えて検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をとり，希塩酸10mLを加えた後，検液の調製法と同様に操作し，比較液とする．

1.3.　第３法

医薬品各条に規定する量の試料をるつぼに量り，硫酸少量を加えて試料を潤し，初めは注意して弱く加熱し，次に強熱して灰化する．冷後，薄めた塩酸(2→3)1mL及び薄めた硝酸(1→3)0.5mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，残留物に薄めた塩酸(2→3)0.5mL及び水10mLを加え，加温して溶かした後，鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mLを加えて，検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をるつぼに量り，薄めた塩酸(2→3)1mL及び薄めた硝酸(1→3)0.5mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，検液の調製法と同様に操作し，比較液とする．

ただし，るつぼは石英製又は磁製のるつぼを沸騰させた希塩酸中に1時間浸した後，十分に水洗し，乾燥したものを用いる．

2.　操作法

別に規定するもののほか，次の方法によって操作する．

2.1.　Ａ法

検液及び比較液をネスラー管にとり，L－アスコルビン酸溶液(1→100)2mLを加えて混和し，30分間放置した後，2,2′－ビピリジルのエタノール(95)溶液(1→200)1mL及び水を加えて50mLとし，30分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

2.2.　Ｂ法

検液及び比較液にL－アスコルビン酸0.2gを加えて溶かし，30分間放置した後，2,2′－ビピリジルのエタノール(95)溶液(1→200)1mLを加えて30分間放置する．次に2,4,6－トリニトロフェノール溶液(3→1000)2mL及び1,2－ジクロロエタン20mLを加え，激しく振り混ぜた後，1,2－ジクロロエタン層を分取

し，必要ならば脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム5gを層積した漏斗でろ過した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

1.11　ヒ素試験法

ヒ素試験法は，医薬品中に混在するヒ素の限度試験である．その限度は三酸化二ヒ素(As_2O_3)の量として表す．

医薬品各条には，ヒ素(As_2O_3として)の限度をppmで(　)内に付記する．

1.　装置

図1.11－1に示す装置を用いる．

排気管Bに約30mmの高さにガラス繊維Fを詰め，酢酸鉛(Ⅱ)試液及び水の等容量混液で均等に潤した後，下端から弱く吸引して，過量の液を除く．これをゴム栓Hの中心に垂直にさし込み，Bの下部の小孔Eは下にわずかに突き出るようにして発生瓶Aに付ける．Bの上端にはガラス管Cを垂直に固定したゴム栓Jを付ける．Cの排気管側の下端はゴム栓Jの下端と同一平面とする．

2.　検液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法による．

2.1.　第１法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，水5mLを加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．

2.2.　第２法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，水5mL及び硫酸1mLを加える．ただし，無機酸の場合には硫酸を加えない．これに亜硫酸水10mLを加え，小ビーカーに入れ，水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約2mLとなるまで蒸発し，水を加えて5mLとし，検液とする．

2.3.　第３法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸3mLを加え，水浴上で加温して溶かし，検液とする．

2.4.　第４法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱した後，強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，徐々に加熱した後，強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸3mLを加え，水浴上で加温して溶かし，検液とする．

2.5.　第５法

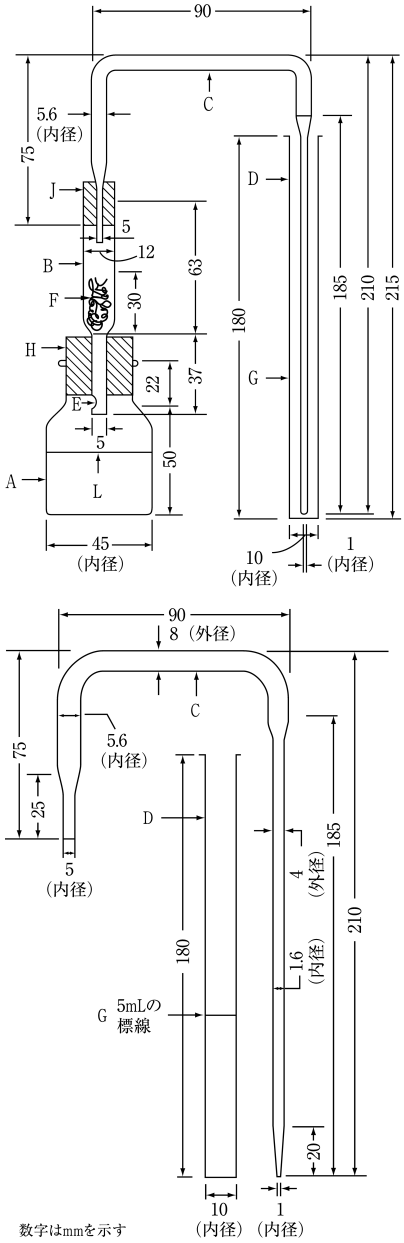
医薬品各条に規定する量の試料を量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLを加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．

3.　試液

(ⅰ)　ヒ化水素吸収液：*N,N*－ジエチルジチオカルバミド酸銀0.50gをピリジンに溶かし100mLとする．この液は遮光した共栓瓶に入れ，冷所に保存する．

(ⅱ)　ヒ素標準原液：三酸化二ヒ素を微細の粉末とし，105℃で4時間乾燥し，その0.100gを正確に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→5)5mLに溶かす．この液に希硫酸を加えて中性とし，更に希硫酸10mLを追加し，新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に1000mLとする．

(ⅲ)　ヒ素標準液：ヒ素標準原液10mLを正確に量り，希硫酸



A：発生瓶(肩までの内容約70mL)
B：排気管
C：ガラス管(内径5.6mm，吸収管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす.)
D：吸収管(10mm)
E：小孔
F：ガラスウール(約0.2g)
G：5mLの標線
H及びJ：ゴム栓
L：40mLの標線

図1.11－1　ヒ素試験装置

10mLを加え，新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLは三酸化二ヒ素(As_2O_3)1μgを含む．この液は用時調製し，共栓瓶に保存する．

4.　操作法

別に規定するもののほか，図1.11－1に示した装置を用いて試験を行う．

標準色の調製は同時に行う．

発生瓶Aに検液をとり，必要ならば少量の水で洗い込む．これにメチルオレンジ試液1滴を加え，アンモニア試液，アンモニア水(28)又は希塩酸を用いて中和した後，薄めた塩酸(1→2)5mL及びヨウ化カリウム試液5mLを加え，2～3分間放置した後，更に酸性塩化スズ(Ⅱ)試液5mLを加え，室温で10分間放置する．次に水を加えて40mLとし，ヒ素分析用亜鉛2gを加え，直ちにB及びCを連結したゴム栓Hを発生瓶Aに付ける．Cの細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液5mLを入れた吸収管Dの底に達するように入れておく．次に発生瓶Aは25℃の水中に肩まで浸し，1時間放置する．吸収管をはずし，必要ならばピリジンを加えて5mLとし，吸収液の色を観察する．この色は標準色より濃くない．

標準色の調製：発生瓶Aにヒ素標準液2mLを正確に加え，更に薄めた塩酸(1→2)5mL及びヨウ化カリウム試液5mLを加えて2～3分間放置した後，酸性塩化スズ(Ⅱ)試液5mLを加え，室温で10分間放置する．以下前記と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする．この色は三酸化二ヒ素(As_2O_3)2μgに対応する．

5.　注意

試験に用いる器具，試薬及び試液はヒ素を含まないか，又はほとんど含まないものを用い，必要ならば空試験を行う．

1.12　メタノール試験法

メタノール試験法は，エタノール中に混在するメタノールを試験する方法である．

1.　試液

(ⅰ)　メタノール標準液：メタノール1.0gに水を加えて正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール不含エタノール(95)2.5mL及び水を加えて正確に50mLとする．

(ⅱ)　A液：リン酸75mLに水を加えて500mLとし，これに過マンガン酸カリウム15gを加えて溶かす．

(ⅲ)　B液：硫酸を等容量の水に注意して加え，冷後，その500mLにシュウ酸二水和物25gを加えて溶かす．

2.　操作法

試料1mLを正確に量る．これに水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びメタノール標準液5mLずつをそれぞれ別の試験管に正確に量り，両試験管にA液2mLを加え，15分間放置した後，B液2mLを加えて脱色し，更にフクシン亜硫酸試液5mLを加えて混和し，30分間常温で放置するとき，試料溶液の呈する色はメタノール標準液の呈する色より濃くない．

1.13　油脂試験法

油脂試験法は，脂肪，脂肪油，ろう，脂肪酸，高級アルコール又はこれらに類似した物質に適用する試験法である．

1.　試料の調製

試料が固体の場合は，注意して融解し，必要ならば乾燥ろ紙を用いて温時ろ過する．試料が液体で混濁している場合は，約50℃に加温し，もし澄明にならないときは，乾燥ろ紙を用いて温時ろ過し，いずれの場合も混和し均等とする．

2.　融点

融点測定法第2法〈*2.60*〉による．

3.　脂肪酸の凝固点

3.1.　脂肪酸の製法

水酸化カリウム25gをグリセリン100gに溶かした液75gを1Lのビーカーに入れ，150℃に加熱する．これに試料50gを加え，しばしばかき混ぜながら約15分間加熱し，完全にけん化する．この間，温度が150℃以上にならないようにする．次に100℃に冷却し，熱湯500mLを加えて溶かし，薄めた硫酸(1→4)50mLを徐々に加え，脂肪酸が澄明な層となって明らかに分離するまで，しばしばかき混ぜながら加熱する．脂肪酸を分取し，洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで熱湯で洗った後，小ビーカーに移す．次に水分が分離して脂肪酸が澄明になるまで水浴上で加熱し，温時小ビーカーにろ過し，注意して130℃になるまで加熱し，水分を除く．

3.2.　凝固点の測定

凝固点測定法〈*2.42*〉による．

4.　比重

4.1.　常温で液体の試料

比重及び密度測定法〈*2.56*〉による．

4.2.　常温で固体の試料

別に規定するもののほか，20℃で比重瓶に水を満たし，その質量を精密に量り，次に水を捨て乾燥し，比重瓶の質量を精密に量る．この比重瓶にその深さの約3／4まで融解した試料を入れ，これを試料の融解温度よりやや高い温度に1時間放置し，試料中に残存する空気を完全に追いだし，規定の温度に調節し，その質量を精密に量り，更に20℃で試料の上に水を満たした後，その質量を精密に量る．

その他の操作は比重及び密度測定法第1法〈*2.56*〉による．

$$d=\frac{M_1-M}{(M_2-M)-(M_3-M_1)}$$

M：比重瓶の質量(g)

M_1：比重瓶に試料を入れたときの質量(g)

M_2：比重瓶に水を満たしたときの質量(g)

M_3：比重瓶に試料と水を満たしたときの質量(g)

5.　酸価

酸価とは，試料1gを中和するに要する水酸化カリウム(KOH)のmg数である．

5.1.　操作法

別に規定するもののほか，試料の酸価に応じて表1.13－1の試料採取量を250mLの共栓フラスコに精密に量り，溶媒としてジエチルエーテル／エタノール(95)混液(1：1又は2：1)を100mL加え，必要ならば加温して溶かし，フェノールフタレ

イン試液数滴を加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で30秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉する．ただし，冷時濁りを生じるときは，温時滴定する．使用する溶媒には，使用前にフェノールフタレイン試液を指示薬として，30秒間持続する淡赤色を呈するまで，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液を加える．

$$\text{酸価}=\frac{\text{0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量(mL)}\times 5.611}{\text{試料の量(g)}}$$

表1.13－1

酸価	試料採取量(g)
5未満	20
5以上15未満	10
15以上30未満	5
30以上100未満	2.5
100以上	1.0

6.　けん化価

けん化価とは，試料1g中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム(KOH)のmg数である．

6.1.　操作法

別に規定するもののほか，試料1～2gを精密に量り，200mLのフラスコに入れ，正確に0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液25mLを加え，これに小還流冷却器又は長さ750mm，直径6mmの空気冷却器を付け，水浴中でしばしば振り混ぜて1時間穏やかに加熱する．冷後，フェノールフタレイン試液1mLを加え，直ちに0.5mol/L塩酸で過量の水酸化カリウムを滴定〈2.50〉する．ただし，冷時濁りを生じるときは，温時滴定する．同様の方法で空試験を行う．

$$\text{けん化価}=\frac{(a-b)\times 28.05}{\text{試料の量(g)}}$$

a：空試験における0.5mol/L塩酸の消費量(mL)
b：試料を用いたときの0.5mol/L塩酸の消費量(mL)

7.　エステル価

エステル価とは，試料1g中のエステルをけん化するに要する水酸化カリウム(KOH)のmg数である．

7.1.　操作法

別に規定するもののほか，けん化価及び酸価を測定し，その差をエステル価とする．

8.　水酸基価

水酸基価とは，試料1gを次の条件でアセチル化するとき，水酸基と結合した酢酸を中和するに要する水酸化カリウム(KOH)のmg数である．

8.1.　操作法

試料約1gを精密に量り，内容約200mLの丸底フラスコ(図1.13－1)に入れ，正確に無水酢酸・ピリジン試液5mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，95～100℃の油浴中に底部を約1cm浸して加熱する．このときフラスコの首が浴の熱をうけて温度の上がるのを防ぐために，中に丸い穴をあけた厚紙の円盤をフラスコの首の付け根にかぶせる．1時間後フラスコを油浴から取り出し，冷後，漏斗から水1mLを加えて振り動かし無水酢酸を分解する．再びフラスコを油浴中で10分間加熱する．冷後，漏斗及びフラスコの首部を中和エタノール5mLで洗い込み，0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

$$\text{水酸基価}=\frac{(a-b)\times 28.05}{\text{試料の量(g)}}+\text{酸価}$$

a：空試験における0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量(mL)
b：試料を用いたときの0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量(mL)

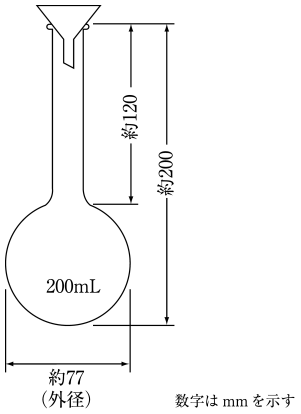


図1.13－1　水酸基価測定用フラスコ

9.　不けん化物

不けん化物とは，試料を次の方法で操作するとき，けん化されずジエチルエーテルに溶け，水に溶けない物質の量から，混入脂肪酸の量をオレイン酸に換算して差し引いたものをいい，医薬品各条にはその限度を%で示す．

9.1.　操作法

試料約5gを精密に量り，250mLのフラスコに入れ，水酸化カリウム・エタノール試液50mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上でしばしば振り混ぜながら1時間穏やかに煮沸し，第1の分液漏斗に移す．フラスコは温水100mLで洗い，洗液は第1の分液漏斗に入れ，更に水50mLを加えて室温になるまで放冷する．次にジエチルエーテル100mLでフラスコを洗い，洗液を第1の分液漏斗に加え，1分間激しく振り混ぜて抽出した後，明らかに二層に分かれるまで放置する．水層を第2の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル50mLを加え，同様に振り混ぜた後，放置し，水層は更に第3の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル50mLを加え，再び同様に振り混ぜ抽出する．第2及び第3の分液漏斗中のジエチルエーテル抽出液は，第1の分液漏斗に移し，それぞれの分液漏斗は少量のジエチルエーテルで洗い，洗液は第1の分液漏斗に合わせる．第1の分液漏斗に水30mLずつを加え，洗液がフェノールフタレイン試液2滴によって淡赤色を呈しなくなるまで洗う．ジエチルエーテル液は無水硫酸ナトリウム少量を加え，1時間放置した後，乾燥ろ紙を用いて質量既知のフラスコにろ過する．第1の分液漏斗はジエチルエーテルでよく洗い，洗液は先のろ紙を用いてフラスコ中に合わせる．ろ液及び洗液を水浴上でほとんど留去した後，アセトン3mLを加え，再び水浴上で蒸発乾固し，70～80℃で30分間減圧(約2.67kPa)で乾燥した後，デシケーター(減圧，シリカゲル)に移して30分間放冷し，質量を精密に量る．フラスコにジエチルエーテル2mLと中和エタノール10mLを加えてよく振り混ぜ，

抽出物を溶解した後，フェノールフタレイン試液数滴を加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で30秒間持続する淡赤色を呈するまで混入脂肪酸を滴定〈2.50〉する．

$$\text{不けん化物}(\%)=\frac{a-(b\times 0.0282)}{\text{試料の量(g)}}\times 100$$

a：抽出物の質量(g)
b：0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量(mL)

10.　ヨウ素価

ヨウ素価とは，次の条件で測定するとき，試料100gと結合するハロゲンの量をヨウ素(Ⅰ)に換算したg数である．

10.1.　操作法

別に規定するもののほか，試料のヨウ素価に応じて，表1.13－2の試料採取量を小ガラス容器に正確に量り，500mLの共栓フラスコ中に容器と共に入れ，シクロヘキサン20mLを加えて溶かし，正確にウィイス試液25mLを加え，よく混和する．密栓して遮光し，20～30℃で30分間(ヨウ素価が100以上のときは1時間)時々振り混ぜて放置する．次にヨウ化カリウム溶液(1→10)20mL及び水100mLを加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

$$\text{ヨウ素価}=\frac{(a-b)\times 1.269}{\text{試料の量(g)}}$$

a：空試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)
b：試料を用いたときの0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

表1.13－2　試料採取量

ヨウ素価	試料採取量(g)
30未満	1.0
30以上50未満	0.6
50以上100未満	0.3
100以上	0.2

1.14　硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は，医薬品中に混在する硫酸塩の限度試験である．

医薬品各条には，硫酸塩(SO_4として)の限度をパーセント(%)で(　)内に付記する．

1.　操作法

別に規定するもののほか，医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり，水適量に溶かし40mLとする．これに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし，検液とする．別に医薬品各条で規定する量の0.005mol/L硫酸をとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし，比較液とする．この場合，検液が澄明でないときは，両液を同条件でろ過する．

検液及び比較液に塩化バリウム試液2mLずつを加えて混和し，10分間放置した後，黒色の背景を用い，ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する．

検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない．

1.15　硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は，医薬品中に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法である．

1.　操作法

あらかじめネスラー管を硫酸呈色物用硫酸でよく洗う．別に規定するもののほか，試料が固体の場合にはネスラー管に硫酸呈色物用硫酸5mLを入れ，試料を粉末とし，医薬品各条に規定する量を少量ずつ加え，ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす．試料が液体の場合には医薬品各条に規定する量をとり，ネスラー管に入れ，硫酸呈色物用硫酸5mLを加えて振り混ぜる．この間，発熱し温度が上昇するものは冷却し，温度の影響のあるものは標準温度に保ち，15分間放置した後，液を白色の背景を用い，ネスラー管に入れた医薬品各条に規定する色の比較液と側方から観察して比色する．

2.　物理的試験法

クロマトグラフィー

2.01　液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは，適当な固定相を用いて作られたカラムに試料混合物を注入し，移動相として液体を用い，固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し，分析する方法であり，液体試料又は溶液にできる試料に適用でき，物質の確認，純度の試験又は定量などに用いる．

与えられたカラムに注入された混合物は各成分に固有の比率kで，移動相と固定相に分布する．

$$k=\frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率kは，液体クロマトグラフィーでは質量分布比などとよばれる．この比率kと移動相のカラム通過時間t_0($k=0$の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間)及び保持時間t_R(測定試料の注入時からピークの頂点までの時間)との間には次の関係があるので，同一条件では，保持時間は物質に固有の値となる．

$$t_R=(1+k)t_0$$

1.　装置

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

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

2. 操作法

装置をあらかじめ調整した後，医薬品各条に規定する試験条件の検出器，カラム，移動相を用い，移動相を規定の流量で流し，カラムを規定の温度で平衡にした後，医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて試料導入部より注入する．分離された成分を検出器により検出し，記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる．分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収，蛍光などの物性を持たない場合には，適当な誘導体化を行い検出する．誘導体化は，通例，プレカラム法又はポストカラム法による．

3. 確認及び純度の試験

本法を確認試験に用いる場合，試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること，又は試料に標準被検成分を添加しても試料の被検成分のピークの形状が崩れないことを確認する．なお，被検成分の化学構造に関する知見が同時に得られる検出器が用いられる場合，保持時間の一致に加えて，化学構造に関する情報が一致することにより，より特異性の高い確認を行うことができる．

本法を純度試験に用いる場合，通例，試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法，又は面積百分率法により試験を行う．別に規定するもののほか，試料の異性体比は面積百分率法により求める．

面積百分率法は，クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を100とし，それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める．ただし，正確な組成比を得るためには混在物の主成分に対する感度係数によるピーク面積の補正を行う．

4. 定量

4.1. 内標準法

内標準法においては，一般に，被検成分になるべく近い保持時間を持ち，いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ．医薬品各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する．この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから，内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める．この比を縦軸に，標準被検成分量，又は内標準物質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し，検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．

4.2. 絶対検量線法

標準被検試料を段階的にとり，標準溶液を調製し，この一定量ずつを正確に，再現性よく注入する．得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ，横軸に標準被検成分量をとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で試料溶液を調製する．次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．この方法は，注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保って行う．

5. ピーク測定法

通例，次の方法を用いる．

5.1. ピーク高さ測定法

(ⅰ) ピーク高さ法：ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線(基線)との交点から頂点までの長さを測定する．

(ⅱ) 自動ピーク高さ法：検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する．

5.2. ピーク面積測定法

(ⅰ) 半値幅法：ピーク高さの中点におけるピーク幅にピーク高さを乗じる．

(ⅱ) 自動積分法：検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク面積として測定する．

6. システム適合性

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

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

6.1. 検出の確認

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

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

6.2.　システムの性能

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

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

6.3.　システムの再現性

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

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

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

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

7.　試験条件の変更に関する留意事項

医薬品各条の試験条件のうち，カラムの内径及び長さ，充てん剤の粒径，カラム温度，移動相の組成比，移動相の緩衝液組成，移動相のpH，移動相のイオン対形成剤濃度，移動相の塩濃度，切替え回数，切替え時間，グラジエントプログラム及びその流量，誘導体化試薬の組成及び流量，移動相の流量並びに反応時間及び化学反応槽温度は，システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる．

8.　用語

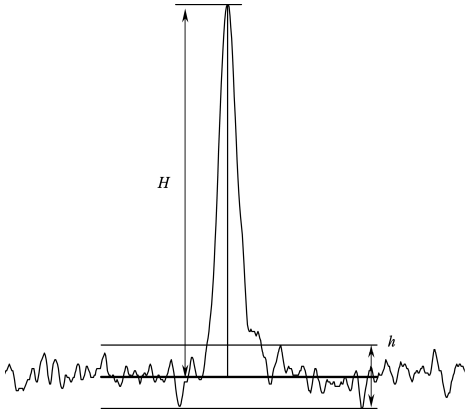
(ⅰ)　SN比：次の式で定義する．

$$\mathrm{S/N}=\frac{2H}{h}$$

H：対象物質のピークの基線(バックグラウンドノイズの中央値)からのピーク高さ，

h：対象物質のピークの前後における試料溶液または溶媒ブランクのクロマトグラムのバックグラウンドノイズの幅．

なお，基線及びバックグラウンドノイズは対象物質のピーク高さの中点におけるピーク幅の20倍に相当する範囲で測定する．また，溶媒ブランクを用いる場合，対象物質が溶出する位置付近で，上記とほぼ同様の範囲で測定する．



(ⅱ)　シンメトリー係数：クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すもので，シンメトリー係数Sとして次の式で定義する．

$$S=\frac{W_{0.05\mathrm{h}}}{2f}$$

$W_{0.05\mathrm{h}}$：ピークの基線からピーク高さの1／20の高さにおけるピーク幅，

f：$W_{0.05\mathrm{h}}$のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離．

ただし，$W_{0.05\mathrm{h}}$，fは同じ単位を用いる．

(ⅲ)　相対標準偏差：通例，次の式により定義される相対標準偏差(RSD)(%)で規定する．

$$\mathrm{RSD}(\%)=\frac{100}{\overline{X}}\times\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\overline{X})^2}{n-1}}$$

x_i＝測定値，

$\overline{X}$：測定値の平均値，

n：測定回数．

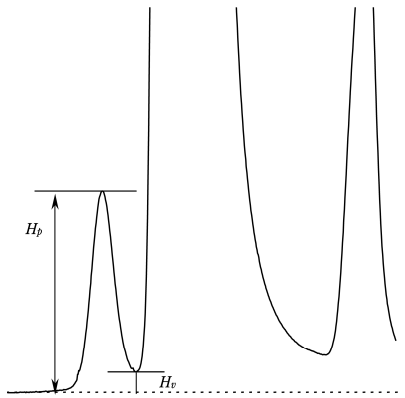
(ⅳ)　ピークの完全分離：ピークが完全に分離するとは，分離度1.5以上を意味する．ベースライン分離ともいう．

(ⅴ)　ピークバレー比：クロマトグラム上の二つのピークの間でベースライン分離が達成できないときに，それらのピークの間の分離の程度を示す指標となるもので，ピークバレー比p/vとして次の式で定義する．

$$p/v=\frac{H_\mathrm{p}}{H_\mathrm{v}}$$

H_p：マイナーピークのピークの基線からのピーク高さ，

H_v：マイナーピークとメジャーピークの分離曲線の最下点(ピークの谷)のピークの基線からの高さ．



(vi)　分離係数：クロマトグラム上のピーク相互の保持時間の関係を示すもので，分離係数αとして次の式で定義する．分離係数αは，二つの物質の分配の熱力学的な差違の指標で，基本的には，二つの物質の分配平衡係数の比又は二つの物質の質量分布比の比であるが，二つの物質の保持時間の比としてクロマトグラムから求める．

$$\alpha = \frac{t_{R2}-t_0}{t_{R1}-t_0}$$

t_{R1}，t_{R2}：分離度測定に用いる二つの物質の保持時間．ただし，$t_{R1}<t_{R2}$.

t_0：移動相のカラム通過時間($k=0$の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間).

(vii)　分離度：クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係を示すもので，分離度R_Sとして次の式で定義する．

$$R_S=1.18\times\frac{t_{R2}-t_{R1}}{W_{0.5h1}+W_{0.5h2}}$$

t_{R1}，t_{R2}：分離度測定に用いる二つの物質の保持時間．ただし，$t_{R1}<t_{R2}$.

$W_{0.5h1}$，$W_{0.5h2}$：それぞれのピークの高さの中点におけるピーク幅.

ただし，t_{R1}，t_{R2}，$W_{0.5h1}$，$W_{0.5h2}$は同じ単位を用いる．

(viii)　理論段数：カラム中における物質のバンドの広がりの度合いを示すもので，通例，理論段数Nとして次の式で定義する．

$$N=5.54\times\frac{t_R{}^2}{W_{0.5h}{}^2}$$

t_R：物質の保持時間,

$W_{0.5h}$：ピーク高さの中点におけるピーク幅.

ただし，t_R，$W_{0.5h}$は同じ単位を用いる．

9.　注意

標準被検試料，内標準物質，試験に用いる試薬及び試液は測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる．

2.02　ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは，適当な固定相を用いて作られたカラムに，試料混合物を注入し，移動相として気体(キャリヤーガス)を用い，固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し，分析する方法であり，気体試料又は気化できる試料に適用でき，物質の確認，純度の試験又は定量などに用いる．

与えられたカラムに注入された混合物は各成分に固有の比率kで，移動相と固定相に分布する．

$$k=\frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率kと移動相のカラム通過時間t_0($k=0$の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間)及び保持時間t_R(測定試料の注入時からピークの頂点までの時間)との間には次の関係があるので，同一条件では，保持時間は物質に固有の値となる．

$$t_R=(1+k)t_0$$

1.　装置

通例，キャリヤーガス導入部及び流量制御装置，試料導入装置，カラム，カラム恒温槽，検出器及び記録装置からなり，必要ならば燃焼ガス，助燃ガス及び付加ガスなどの導入装置並びに流量制御装置，ヘッドスペース用試料導入装置などを用いる．キャリヤーガス導入部及び流量制御装置は，キャリヤーガスを一定流量でカラムに送るもので，通例，調圧弁，流量調節弁及び圧力計などで構成される．試料導入装置は，一定量の試料を正確に再現性よくキャリヤーガス流路中に導入するための装置で，充てんカラム用とキャピラリーカラム用がある．なお，キャピラリーカラム用試料導入装置には，分割導入方式と非分割導入方式の装置がある．通例，カラムは，充てんカラム及びキャピラリーカラムの2種類に分けられる．充てんカラムは，一定の大きさにそろえたガスクロマトグラフィー用充てん剤を不活性な金属，ガラス又は合成樹脂などの管に均一に充てんしたものである．なお，充てんカラムのうち，内径が1mm以下のものは，充てんキャピラリーカラム(マイクロパックドカラム)ともいう．キャピラリーカラムは，不活性な金属，ガラス，石英又は合成樹脂などの管の内面にガスクロマトグラフィー用の固定相を保持させた中空構造のものである．カラム恒温槽は，必要な長さのカラムを収容できる容積があり，カラム温度を一定の温度に保つための温度制御機構を持つものである．検出器は，カラムで分離された成分を検出するもので，アルカリ熱イオン化検出器，炎光光度検出器，質量分析計，水素炎イオン化検出器，電子捕獲検出器，熱伝導度検出器などがある．記録装置は検出器により得られる信号の強さを記録するものである．

2.　操作法

別に規定するもののほか，次の方法による．装置をあらかじめ調整した後，医薬品各条に規定する試験条件の検出器，カラム及びキャリヤーガスを用い，キャリヤーガスを一定流量で流し，カラムを規定の温度で平衡にした後，医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて系内に注入する．分離された成分を検出器により検出し，記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる．

3.　確認及び純度の試験

本法を確認試験に用いる場合，試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること又は試料に標準被検成分を添加しても，試料の被検成分のピークの形状が崩れないことを確認す

る．

本法を純度試験に用いる場合，通例，試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法，又は面積百分率法により試験を行う．別に規定するもののほか，試料の異性体比は面積百分率法により求める．

面積百分率法は，クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を100とし，それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める．ただし，正確な組成比を得るためには，混在物の主成分に対する感度係数によるピーク面積の補正を行う．

4.　定量

通例，内標準法によるが，適当な内標準物質が得られない場合は絶対検量線法による．定量結果に対して被検成分以外の成分の影響が無視できない場合は標準添加法による．

4.1.　内標準法

内標準法においては，一般に，被検成分になるべく近い保持時間を持ち，いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ．医薬品各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する．この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから，内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める．この比を縦軸に，標準被検成分量，又は内標準物質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し，検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．

4.2.　絶対検量線法

標準被検試料を段階的にとり，標準溶液を調製し，この一定量ずつを正確に再現性よく注入する．得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ，横軸に標準被検成分量をとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で試料溶液を調製する．次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．この方法は全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う．

4.3.　標準添加法

試料の溶液から4個以上の一定量の液を正確にとる．このうちの1個を除き，採取した液に被検成分の標準溶液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える．これらの液及び先に除いた1個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し，それぞれ試料溶液とする．この液の一定量ずつを正確に再現性よく注入して得られたクロマトグラムから，それぞれのピーク面積又はピーク高さを求める．それぞれの試料溶液に加えられた被検成分の濃度を算出し，横軸に標準溶液の添加による被検成分の増加量，縦軸にピーク面積又はピーク高さをとり，グラフにそれぞれの値をプロットし，関係線を作成する．関係線の横軸との交点と原点との距離から被検成分量を求める．なお，本法は，絶対検量線法で被検成分の検量線を作成するとき，検量線が，原点を通る直線であるときに適用できる．また，全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う．

5.　ピーク測定法

通例，次の方法を用いる．

5.1.　ピーク高さ測定法

(ⅰ)　ピーク高さ法：ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線(基線)との交点から頂点までの長さを測定する．

(ⅱ)　自動ピーク高さ法：検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する．

5.2.　ピーク面積測定法

(ⅰ)　半値幅法：ピーク高さの中点におけるピーク幅にピーク高さを乗じる．

(ⅱ)　自動積分法：検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク面積として測定する．

6.　システム適合性

液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉のシステム適合性の規定を準用する．

7.　試験条件の変更に関する留意事項

医薬品各条の試験条件のうち，カラムの内径及び長さ，充てん剤の粒径，固定相の濃度又は厚さ，カラム温度，昇温速度，キャリヤーガスの種類及び流量，スプリット比は，システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる．また，ヘッドスペース用試料導入装置及びその操作条件は，規定の方法以上の真度及び精度が得られる範囲内で変更することができる．

8.　用語

液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉の用語の定義を準用する．

9.　注意

標準被検試料，内標準物質，試験に用いる試薬及び試液は測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる．

2.03　薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは，適当な固定相で作られた薄層を用い，混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり，物質の確認又は純度の試験などに用いる．

1.　薄層板の調製

通例，次の方法による．

50mm×200mm又は200mm×200mmの平滑で均一な厚さのガラス板を用い，その片面に，医薬品各条に規定する固定相固体の粉末を水で懸濁した液を適当な器具を用いて0.2～0.3mmの均一の厚さに塗布する．風乾後，105～120℃の間の一定温度で30～60分間加熱，乾燥して調製し，薄層板とする．ガラス板の代わりに適当なプラスチック板を使うことができる．

薄層板は湿気を避けて保存する．

2.　操作法

別に規定するもののほか，次の方法による．

薄層板の下端から約20mmの高さの位置を原線とし，左右両側から少なくとも10mm離し，原線上に医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を，マイクロピペットなどを用いて約10mm以上の適当な間隔で直径2～6mmの円形状にスポットし，風乾する．次に別に規定するもののほか，あらかじめ展開用容器の内壁に沿ってろ紙を巻き，ろ紙を展開溶媒で潤し，更に展開溶媒を約10mmの深さに入れ，展開用容器を密閉し，常温で約1時間放置し，これに先の薄層板を器壁に触れないように入れ，容器を密閉し，常温で展開を行う．

展開溶媒の先端が原線から医薬品各条に規定する距離まで上昇したとき，薄層板を取り出し，直ちに溶媒の先端の位置に印を付け，風乾した後，医薬品各条に規定する方法によって，それぞれのスポットの位置及び色などを調べる．R_f値は次の式によって求める．

$$R_f = \frac{\text{原線からスポット中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

2.04　たん白質のアミノ酸分析法

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

1.　たん白質及びペプチドの加水分解

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

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

（i）　方法1：フェノール添加塩酸加水分解(液相，気相)
トリプトファンの酸化防止

（ii）　方法2：メルカプトエタンスルホン酸加水分解(気相)

（iii）　方法3：チオグリコール酸添加塩酸加水分解(気相)
システイン／シスチン及びメチオニンの酸化

（iv）　方法4：過ギ酸酸化後，方法1又は方法2による加水分解
システイン／シスチンの酸化

（v）　方法5：アジ化ナトリウム添加塩酸加水分解(液相)

（vi）　方法6：ジメチルスルホキシド添加塩酸加水分解(気相)
システイン／シスチンの還元及びアルキル化

(vii)　方法7：気相ピリジルエチル化後に塩酸加水分解

(viii)　方法8：液相ピリジルエチル化後に塩酸加水分解

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

（x）　方法10：ジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸との反応後に塩酸加水分解
アスパラギン及びグルタミンの誘導体化

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

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

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

2.　アミノ酸分析方法

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

（i）　方法1：ニンヒドリン

（ii）　方法2：*o*－フタルアルデヒド(OPA)

（iii）　方法3：フェニルイソチオシアネート(PITC)

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

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

（vi）　方法6：9－フルオレニルメチルクロロギ酸(FMOC-Cl)

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

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

分光学的測定法

2.21　核磁気共鳴スペクトル測定法

核磁気共鳴(以下「NMR」という.)スペクトル測定法は，静磁場に置かれた物質の構成原子核がその核に特有の周波数のラジオ波に共鳴して低エネルギーの核スピン状態から高エネルギーの核スピン状態に遷移することに伴ってラジオ波を吸収する現象を利用したスペクトル測定法であり，測定対象とする核は主に^{1}H，^{13}C，^{15}N，^{19}F，^{31}Pなどである．

原子核の核スピンIは，0，1／2，1，3／2，…，n／2(ただし，nは整数)などの値(^{1}H及び^{13}CではI=1／2)をとる．核を磁場の中に置くと，核モーメントは磁気量子数m_Iに従って$2I+1$(^{1}H，^{13}Cなどでは2)個の方向に配向する．配向したエネルギー準位間に遷移を起こさせるには次式の周波数νのラジオ波を与える必要がある．すなわち，磁気回転比γの核を外部磁場H_0の中に置いたとき

$$\nu = \gamma \cdot \frac{H_0}{2\pi}$$

γ：磁気回転比
H_0：外部磁場

であるから，周波数νのラジオ波の照射によって共鳴条件が満たされ，その周波数のラジオ波の吸収(NMRシグナル)が観測される．どのような環境の核に対しても吸収の係数(遷移の確率)は一定であるので，得られたNMRシグナル強度は基本的に共鳴核の数に比例する．このような遷移によって高エネルギー準位に偏った核スピンは，一定時間後に再び熱平衡分布にもどる(緩和する)が，これに要する時間を緩和時間という．

分子を磁場の中に置くと分子内の電子が核を外部磁場から遮蔽する．分子内での核の環境が異なるとその遮蔽の度合も異なるので，それぞれの異なる環境の核の共鳴周波数も異なることになり，別々のシグナルとして観測される．このシグナルの位置は化学シフトδとして表現される．共鳴周波数は磁場に比例して変化するので，磁場によらない量として，化学シフトを次式のとおり定義する．

$$\delta = \frac{\nu_S - \nu_R}{\nu_R} + \delta_R$$

ν_S：試料核の共鳴周波数
ν_R：基準核の共鳴周波数
δ_R：基準核の化学シフト(0でない場合)

化学シフトは，通例，基準物質(基準核)のシグナルの位置を0としたppm単位で表すが，基準物質のシグナル位置が0とできない場合は，その基準物質のあらかじめ定められている化学シフトを用いて補正する．

分子内の各核における磁場は，周囲の電子の寄与(核遮蔽)だけでなく分子中の他の核磁石(核スピンを持っている核は，それ自身が一つの磁石である)の影響下にもあるので，核磁石間の化学結合によるカップリングによってシグナルは分裂する．この分裂の間隔をスピン－スピン結合定数Jという．Jはヘルツ(Hz)単位で表す．Jは外部磁場の大きさに依存せず，分裂のパターンは相互作用する核の数が増すにつれ複雑になる．

NMRスペクトルからは基本的には化学シフト，スピン－スピン結合定数，シグナル面積強度(^{1}H核では数に比例するが，^{13}C核などでは核オーバーハウザー効果(NOE)及び緩和などの影響を受ける)，緩和時間の四つのパラメータが得られ，これらを利用して物質の構造解析，確認又は定量を行うことができる．

構造解析のために，デカップリング，NOE，二次元NMRなどの種々の手法を用いることができる．

1.　装置

NMRスペクトルの測定は次のいずれかの装置による．

1.1.　パルスフーリエ変換NMR(FT-NMR)スペクトル測定装置

強力なラジオ周波数パルスで観測核を全周波数領域にわたって同時に励起する．パルスを切った後のFID(free induction decay，自由誘導減衰)を観測し，強度の時間関数であるFIDをフーリエ変換により周波数関数に変換してスペクトルを得る(図2.21－1)．FT-NMRでは，観測周波数に応じたデータポイント数，パルス角，取込み時間，遅延時間及び積算回数などを適切に設定する．

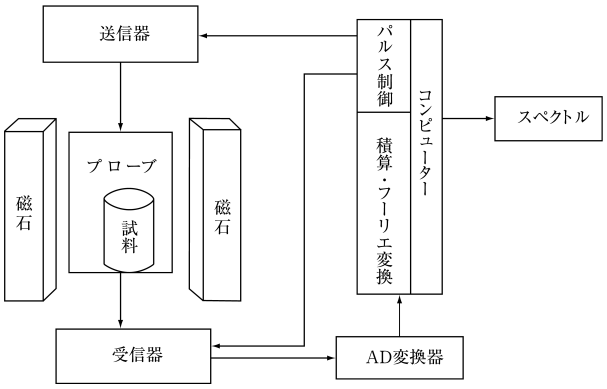


図2.21－1　FT-NMR装置

1.2.　連続波NMR(CW-NMR)スペクトル測定装置

CW法は，磁場又はラジオ周波数を連続的に変化させて，観測核の化学シフトの範囲を掃引する(図2.21－2)．

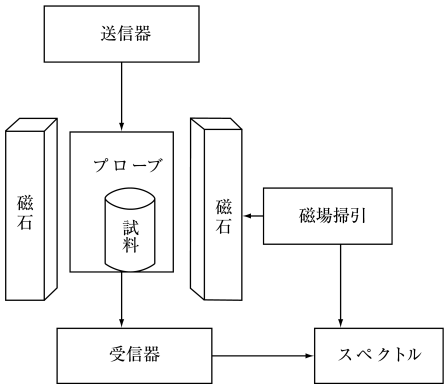


図2.21－2　CW-NMR装置

2.　操作法

装置の感度及び分解能をエチルベンゼン，1,2－ジクロロベンゼン又はアセトアルデヒドのNMR測定用重水素化溶媒溶液などを用いて至適条件に調整した後，通例，次の方法でスペクトルを測定する．

試料を溶媒に溶かし，少量の基準物質を加え，その溶液を

NMR試料管に注入する内部基準法，又は基準物質の溶液を封入した細管を試料溶液と共にNMR試料管に入れる外部基準法のいずれかの方法で用意した試料管をNMRプローブに設置して測定する．試料溶液は完全に均一な溶液であることが望ましい．特に，固形の異物の混入があると良いスペクトルが得られない．

測定溶媒としては，通例NMR測定用重水素化溶媒を用いる．溶媒の選択に当たっては，試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと，試料をよく溶かすこと，及び試料と反応しないことなどを考慮する必要がある．

溶媒の種類，溶液の濃度，重水素イオン濃度などにより化学シフトが変化することがあり，また，試料溶液の粘度が高い場合には分解能が低下するので注意する．

基準物質としては，NMR測定用試薬を用いる．通例，^{1}H，^{13}Cいずれも測定溶媒として有機溶媒を用いた場合はテトラメチルシラン(TMS)を，重水を用いた場合は3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム(DSS)又は3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4(TSP)を用いる．その他の核では，^{15}Nはニトロメタン，^{19}Fはトリクロロフルオロメタン，^{31}Pはリン酸などを用いる．また，基準物質を入れずに，重水素化溶媒中の残留プロトンや測定溶媒の^{13}Cの化学シフトを用いることもできる．

3.　装置及び測定条件の記載

測定条件の違いによりスペクトルは異なるので，スペクトルの比較などを適切に行うために，測定に用いた装置名，装置の周波数，測定溶媒，測定温度，試料濃度，基準物質，測定手法などの測定条件を記載する．

4.　確認方法

医薬品各条に規定する方法により試料溶液を調製し，操作法の項に規定する方法により試験を行う．通例，^{1}H NMRの場合，次に示す方法により確認を行う．

4.1.　化学シフト，多重度及び面積強度比による確認

確認しようとする物質の化学シフト，多重度，各シグナルの面積強度比が医薬品各条で定められている場合，規定されたすべてのシグナルの化学シフト，多重度及び各シグナルの面積強度比が適合するとき，試料と確認しようとする物質の同一性が確認される．

4.2.　標準品による確認

同一測定条件での試料スペクトルと標準品スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一化学シフトのところに同様の多重度のシグナルを与え，同様の各シグナルの面積強度比を与えるとき，試料と標準品の同一性が確認される．

5.　^{1}H NMR及び^{13}C NMRの各種測定法

NMR測定法には一次元NMR及び二次元NMR更には三次元以上の多次元NMRがあり，種々の目的に応じて使われている．

一次元^{1}H NMRでは，カップリングの相関を帰属できるスピンデカップリング及び空間的に近接する^{1}H間の相関が観測され，立体配置や立体配座を解析できるNOEがある．

一次元^{13}C NMRでは，スペクトルを単純化すると共に，NOEによる感度向上を得ることができる広帯域デカップリング，観測核に直接結合している磁気モーメントの大きい^{1}Hからの分極移動を利用して感度を向上させるINEPT(分極移動による低感度核の感度増大法)及びDEPT(分極移動による無歪感度増大法)が通常用いられ，1級，2級，3級及び4級炭素の決定に利用できる．

二次元NMRでは，スピン結合又はNOEにより相関している核間の相関ピークを一度の測定ですべて観測することが可能であり，同核種間，異核種間で多くの測定法がある．代表的な測定法には次のようなものがある．

（ｉ）　COSY(相関分光法)，HOHAHA(Hartmann-Hahn効果分光法)又はTOCSY(全相関分光法)：スピン結合している^{1}H間の相関が得られ，分子内の水素の化学結合関係がわかる．

（ii）　NOESY(二次元NOE及び化学交換分光法)：NOE効果を二次元で測定し，空間的に近い距離にある水素原子間のおおよその距離が得られ，立体構造の知見を得ることができる．

（iii）　INADEQUATE(天然存在比での二量子遷移分光法)：天然存在比での^{13}C－^{13}Cのスピン結合による二量子遷移によるので，感度が非常に悪いが，隣接した^{13}C核間の相関が得られ，炭素骨格を直接解析できる．

（iv）　HMQC(異核種間多量子コヒーレンス分光法)：直接スピン結合した^{1}Hと^{13}C間の相関を^{1}H検出で高感度に観測する測定法であり，分子内の水素と炭素の直接の化学結合がわかる．

（ｖ）　HMBC(異核種間遠隔相関分光法)：遠隔スピン結合している^{1}Hと^{13}C間の相関を^{1}H検出で高感度に観測でき，水素と炭素の化学結合関係がわかる．

（ｉ）～（ｖ）のほかに，J分解二次元スペクトル，DQF-COSY(二量子フィルター相関分光法)，HSQC(異核種間一量子コヒーレンス分光法)等数多くの手法があり，更に，高分子化合物では多次元NMRも利用される．

2.22　蛍光光度法

蛍光光度法は，蛍光物質の溶液に特定波長域の励起光を照射するとき，放射される蛍光の強度を測定する方法である．この方法はリン光物質にも適用される．

蛍光強度Fは，希薄溶液では，溶液中の蛍光物質の濃度c及び層長lに比例する．

$$F = k I_0 \phi \varepsilon c l$$

k：比例定数

I_0：励起光の強さ

ϕ：蛍光又はリン光の量子収率

$$\text{量子収率}\ \phi = \frac{\text{発光した蛍光又はリン光量子の数}}{\text{吸収した励起光量子の数}}$$

ε：励起光の波長におけるモル吸光係数

1.　装置

通例，蛍光分光光度計を用いる．

光源としてはキセノンランプ，レーザー，アルカリハライドランプなど励起光を安定に放射するものを用いる．蛍光測定には，通例，層長1cm×1cmの四面透明で無蛍光の石英製セルを用いる．

2.　操作法

励起スペクトルは，蛍光分光光度計の蛍光波長を適切な波長

に固定しておき，励起波長を変化させて試料溶液の蛍光強度を測定し，励起波長と蛍光強度との関係を示す曲線を描くことによって得られる．また，蛍光スペクトルは，適切な波長に固定した励起光を蛍光物質の希薄溶液に照射して得られる蛍光を，少しずつ異なった波長で測定し，波長と蛍光強度との関係を示す曲線を描くことによって得られる．必要ならば，装置の分光特性を加味したスペクトルの補正を行う．

蛍光強度は，通例，蛍光物質の励起及び蛍光スペクトルの極大波長付近において測定するが，蛍光強度はわずかな条件の変化に影響されるので比較となる標準の溶液を用いる．

別に規定するもののほか，医薬品各条に規定する方法で調製した標準溶液及び試料溶液並びに対照溶液につき，次の操作を行う．励起波長及び蛍光波長を規定する測定波長に固定し，次にゼロ点を合わせた後，標準溶液を入れた石英セルを試料室の光路に置き，蛍光強度が60～80％目盛りを示すように調整する．次に，試料溶液及び対照溶液の蛍光強度(％目盛り)を同じ条件で測定する．波長幅は，特に規定するもののほか適当に定める．

3.　注意

蛍光強度は溶液の濃度，温度，pH，溶媒又は試薬の種類及びそれらの純度などによって影響されることが多い．

2.23　原子吸光光度法

原子吸光光度法は，光が原子蒸気層を通過するとき，基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し，試料中の被検元素量(濃度)を測定する方法である．

1.　装置

通例，光源部，試料原子化部，分光部，測光部及び表示記録部からなる．また，バックグラウンド補正部を備えたものもある．光源部には中空陰極ランプ又は放電ランプなどを用いる．試料原子化部はフレーム方式，電気加熱方式及び冷蒸気方式があり，冷蒸気方式は更に還元気化法，加熱気化法に分けられる．フレーム方式はバーナー及びガス流量調節器，電気加熱方式は電気加熱炉及び電源部，冷蒸気方式は還元気化器や加熱気化器などの水銀発生部及び吸収セルからなる．分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる．測光部は検出器及び信号処理系からなる．表示記録部にはディスプレイ，記録装置などがある．バックグラウンド補正部はバックグラウンドを補正するためのもので，方式には連続スペクトル光源方式，ゼーマン方式，非共鳴近接線方式，自己反転方式がある．

その他の特殊な装置として，水素化物発生装置及び加熱吸収セルがあり，セレンなどの分析に用いることができる．水素化物発生装置には，貯留式又は連続式があり，加熱吸収セルには，フレームによる加熱用又は電気炉による加熱用のものがある．

2.　操作法

別に規定するもののほか，次のいずれかの方法による．

2.1.　フレーム方式

別に規定する光源ランプを装てんし，測光部に通電する．光源ランプを点灯し，分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後，適当な電流値とスリット幅に設定する．次に別に規定する支燃性ガス及び可燃性ガスを用い，これらの混合ガスに点火してガス流量，圧力を調節し，溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う．別に規定する方法で調製した試料溶液をフレーム中に噴霧し，その吸光度を測定する．

2.2.　電気加熱方式

別に規定する光源ランプを装てんし，測光部に通電する．光源ランプを点灯し，分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後，適当な電流値とスリット幅に設定する．次に別に規定する方法で調製した試料溶液の一定量を電気加熱炉(発熱体)に注入し，適当な流量のフローガスを流し，温度，時間，加熱モードを適当に設定して，乾燥，灰化，原子化を行い，その吸光度を測定する．

2.3.　冷蒸気方式

低圧水銀ランプを装てんし，測光部に通電する．光源ランプを点灯し，分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後，適当な電流値とスリット幅に設定する．次に還元気化法では，別に規定する方法で調製した試料溶液を密閉器にとり，適当な還元剤を加えて元素になるまで還元した後，気化させる．また，加熱気化法では試料を加熱して気化させる．これらの方法によって生じた原子蒸気の吸光度を測定する．

3.　定量法

通例，次のいずれかの方法による．なお，定量に際しては，干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある．

3.1.　検量線法

3種以上の濃度の異なる標準溶液を調製し，それぞれの標準溶液につき，その吸光度を測定し，得られた値から検量線を作成する．次に測定可能な濃度範囲に調製した試料溶液の吸光度を測定した後，検量線から被検元素量(濃度)を求める．

3.2.　標準添加法

同量の試料溶液3個以上をとり，それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準溶液を添加し，更に溶媒を加えて一定容量とする．それぞれの溶液につき，吸光度を測定し，横軸に添加した標準被検元素量(濃度)，縦軸に吸光度をとり，グラフにそれぞれの値をプロットする．プロットから得られた回帰線を延長し，横軸との交点と原点との距離から被検元素量(濃度)を求める．ただし，この方法は，3.1.による検量線が原点を通る直線の場合にのみ適用できる．

3.3.　内標準法

内標準元素の一定量に対し，標準被検元素の既知量をそれぞれ段階的に加え，標準溶液を調製する．それぞれの溶液につき，各元素の分析線波長で標準被検元素による吸光度及び内標準元素による吸光度を同一条件で測定し，標準被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求める．横軸に標準被検元素量(濃度)，縦軸に吸光度の比をとり，検量線を作成する．次に試料溶液の調製には，あらかじめ標準溶液の場合と同量の内標準元素を加える．次に検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求め，検量線から被検元素量(濃度)を求める．

4.　注意

試験に用いる試薬，試液及びガスは測定の妨げとならないものを用いる．

2.24 紫外可視吸光度測定法

紫外可視吸光度測定法は，通例，波長200nmから800nmまでの範囲の光が，物質により吸収される度合いを測定し，物質の確認，純度の試験及び定量などを行う方法である．ただし，原子吸光光度計を用いる方法は，別に規定する方法による．

単色光が，ある物質の溶液を通過するとき，透過光の強さIの入射光の強さI_0に対する比率を透過度tといい，これを百分率で表したものを透過率Tという．また透過度の逆数の常用対数を吸光度Aという．

$$t=\frac{I}{I_0} \quad T=\frac{I}{I_0}\times 100=100t \quad A=\log\frac{I_0}{I}$$

吸光度Aは溶液の濃度c及び層長lに比例する．

$A=kcl$（kは定数）

lを1cm，cを吸光物質の濃度1mol/Lの溶液に換算したときの定数をモル吸光係数εという．吸収極大波長におけるモル吸光係数はε_{max}で表す．

物質の溶液に光を通すとき，吸光度はその光の波長によって異なる．したがって，少しずつ波長の異なった光について吸光度を測定し，それらの吸光度と波長との関係を示す曲線を描くことにより，紫外可視吸収スペクトル(以下「吸収スペクトル」という)が得られる．この吸収スペクトルから，その物質の吸収極大波長λ_{max}及び吸収極小波長λ_{min}を知ることができる．また，吸収スペクトルはその物質の化学構造によって定まる．したがって，特定の波長範囲の吸収スペクトルを測定して参照スペクトルあるいは標準品の吸収スペクトルと比較するか，吸収極大波長などを測定するか，又は特定の二つの波長における吸光度の比を測定することなどによって，物質の確認を行うことができる．更に吸収極大波長における一定濃度の溶液などの吸光度を測定し，一定濃度の標準溶液などの吸光度と比較することによって，定量を行うことができる．

1. 装置及び調整法

測定装置として分光光度計又は光電光度計を用いる．

あらかじめ分光光度計又は光電光度計に添付されている操作方法により装置を調整した後，波長及び透過率が以下の試験に適合することを確認する．

波長は，波長校正用光学フィルターを用い，それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長付近における透過率を測定し，透過率が極小値を示す波長を読み取る試験を行うとき，その測定波長と基準値の波長のずれは±0.5nm以内で，測定を3回繰り返して行うとき，測定値はいずれも平均値±0.2nm以内である．なお，低圧水銀ランプの253.65nm，365.02nm，435.84nm，546.07nm又は重水素放電管の486.00nm，656.10nmの輝線を用いて試験を行うことができる．このときの測定波長と輝線の波長とのずれは±0.3nm以内で，測定を3回繰り返して行うとき，測定値はいずれも平均値±0.2nm以内である．

透過率又は吸光度は，透過率校正用光学フィルターを用い，それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長における透過率を読み取る試験を行うとき，その測定透過率と基準透過率のずれは試験成績書に示された相対精度の上限値及び下限値にそれぞれ1%を加えた値以内で，測定を3回繰り返して行うとき，吸光度の測定値(あるいは透過率の測定値を吸光度に換算した値)は，吸光度が0.500以下のとき，いずれも平均値±0.002以内にあり，吸光度が0.500を超えるとき，いずれも平均値±0.004以内にある．なお，同一波長において透過率の異なる透過率校正用光学フィルターの複数枚を用い，透過率の直線性の確認を行うことが望ましい．

2. 操作法

あらかじめ装置及び調整法の項に規定する方法により調整した装置を用い，光源，検出器，装置の測定モード，測定波長又は測定波長範囲，スペクトル幅及び波長走査速度などを選択し，設定する．装置を作動させ一定時間放置し，装置が安定に作動することを確認する．次に，通例，試料光路にシャッターを入れて光を遮り，測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値がゼロ%になるように調整する．更にシャッターを除き，測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値が100%(又は吸光度がゼロ)になるように調整する．

対照液などを入れたセルを光路に入れる．通例，対照液などを入れたセルを試料光路及び対照光路に置き，透過率の指示値を100%(又は吸光度をゼロ)に調整する．

対照液には，別に規定するもののほか，試験に用いた溶媒を用いる．

次に測定しようとする溶液などを入れたセルを試料光路に入れ，目的とする測定波長における吸光度又は目的とする測定波長範囲における吸収スペクトルを測定する．

なお，紫外部の吸収測定には石英製，可視部の吸収測定にはガラス製又は石英製のセルを用い，別に規定するもののほか，層長は1cmとする．また紫外部の吸収測定に用いる溶媒の吸収については特に考慮し，測定の妨げにならないものを用いる．

3. 比吸光度

日本薬局方では，lを1cm，cを薬品の濃度1w/v%の溶液に換算したときの吸光度を比吸光度といい，$E^{1\%}_{1cm}$で表す．

$$E^{1\%}_{1cm}=\frac{A}{c\times l}$$

l：層長(cm)
A：吸光度
c：溶液の濃度(w/v%)

医薬品各条に，例えば，$E^{1\%}_{1cm}$(241nm)：500～530(乾燥後，2mg，メタノール，200mL)と規定するものは，本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し，その約2mgをミクロ化学はかりを用いて精密に量り，メタノールに溶かして正確に200mLとし，この液につき，層長1cmで波長241nmにおける吸光度を操作法の項に規定する方法により測定するとき，$E^{1\%}_{1cm}$が500～530であることを示す．

4. 確認試験

医薬品各条に規定する方法により試料溶液を調製し，操作法の項に規定する方法により試験を行う．試料溶液から得た吸光度又は吸収スペクトルを用い，通例，次に示す方法を単独又は組み合わせた方法により確認を行う．ただし，装置の器差により生じると推定されるスペクトルの微少な差は無視できるものとする．

4.1.　参照スペクトルによる確認

試料から得られた吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波長のところに同様の強度の吸収を与えるとき，互いの同一性が確認される．なお，紫外可視吸光度測定法による確認試験において，この参照スペクトルによる試験の方法が設定された医薬品各条品目について，比較の際の対象となる参照スペクトルが「参照紫外可視吸収スペクトル」の項に規定されている．比較する波長範囲は，参照スペクトルに示される範囲とする．

4.2.　標準品による確認

試料から得られた吸収スペクトルと確認しようとする物質の標準品から得られた吸収スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波長のところに同様の強度の吸収を与えるとき，互いの同一性が確認される．なお，比較する波長範囲は，参照スペクトルに示される範囲とする．ただし，参照スペクトルが示されていないときは医薬品各条に規定する波長範囲で比較する．

4.3.　吸収波長による確認

試料から得られた吸収スペクトルの吸収極大波長が確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸収極大波長範囲に含まれるかどうかを検討し，試料から得られた吸収極大波長が医薬品各条の規定に合致するとき，試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される．

4.4.　特定の二つ以上の波長における吸光度の比による確認

試料から得られた吸収スペクトルの特定の二つ以上の波長における吸光度の比を求め，確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸光度の比の値と比較し，試料から得られた吸光度の比が医薬品各条の規定に合致するとき，試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される．

5.　定量

医薬品各条に規定する方法で対照液，試料溶液及び標準溶液を調製し，操作法の項に規定する方法により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度を求め，両者の吸光度を比較することにより定量しようとする物質の量を求める．

2.25　赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は，赤外線が試料を通過するときに吸収される度合いを，各波数について測定する方法である．赤外吸収スペクトルは通例，横軸に波数を，縦軸に透過率又は吸光度をとったグラフで示される．吸収ピークの波数及び透過率(又は吸光度)はグラフ上で読み取ることができるほか，データ処理装置による算出値を用いることができる．赤外吸収スペクトルの吸収波数とその強度は，対象とする物質の化学構造によって定まることから，物質の確認又は定量のために用いることができる．

1.　装置及び調整法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる．

あらかじめ分光光度計を調整した後，分解能，透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する．厚さ約0.04mmのポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき，得られた吸収スペクトルの2870cm^{-1}付近の極小と2850cm^{-1}付近の極大における透過率(%)の差は18%以上である．また，1589cm^{-1}付近の極小と1583cm^{-1}付近の極大の透過率(%)の差は12%以上である．

波数目盛りは，通例，ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数(cm^{-1})のうち，いくつかを用いて補正する．なお，(　)内の数値はこれらの値の許容範囲を示す．

3060.0(±1.5)
2849.5(±1.5)
1942.9(±1.5)
1601.2(±1.0)
1583.0(±1.0)
1154.5(±1.0)
1028.3(±1.0)

ただし，分散形装置を用いる場合の許容範囲は，1601.2cm^{-1}における吸収波数が1601.2±2.0cm^{-1}，1028.3cm^{-1}における吸収波数が1028.3±2.0cm^{-1}の範囲内にあることとする．

透過率及び波数の再現性は，ポリスチレン膜の3000～1000cm^{-1}における数点の吸収を2回繰り返し測定するとき，透過率の差は0.5%以内とし，波数の差は3000cm^{-1}付近で5cm^{-1}以内，1000cm^{-1}付近で1cm^{-1}以内とする．

2.　試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか，医薬品各条に「乾燥し」とあるときは，乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる．試料は主な吸収帯の透過率が5～80%の範囲になるように次のいずれかの方法によって調製する．窓板は塩化ナトリウム，臭化カリウムなどを使用する．対照は，通例，複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され，単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される．対照のとり方は試料調製法により異なり，測定雰囲気のバックグラウンド吸収が用いられることもある．

医薬品各条で特に規定されるもののほか，通例，試料の吸収スペクトルは波数4000～400cm^{-1}の範囲で測定する．なお，吸収スペクトルの測定は装置の分解能，波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う．

2.1.　臭化カリウム錠剤法又は塩化カリウム錠剤法

固体試料1～2mgをめのう製乳鉢で粉末とし，これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム0.10～0.20gを加え，湿気を吸わないように注意し，速やかによくすり混ぜた後，錠剤成型器に入れて加圧製錠する．通例，同様にして対照臭化カリウム錠剤又は対照塩化カリウム錠剤を製する．ただし，必要ならば，0.67kPa以下の減圧下に錠剤の単位面積(cm^2)当たり50～100kN(5000～10000kg)の圧力を5～8分間加えて透明な錠剤を製する．

2.2.　溶液法

医薬品各条に規定する方法で調製した試料溶液を液体用固定セルに注入し，通例，試料の調製に用いた溶媒を対照として測定する．なお，本法に用いる溶媒としては，試料との相互作用又は化学反応がなく，窓板を侵さないものを用いる．固定セルの厚さは，通例，0.1mm又は0.5mmとする．

2.3.　ペースト法

固体試料5～10mgをめのう製乳鉢で粉末とし，別に規定するもののほか，流動パラフィン1～2滴を加えてよく練り合わせ，試料ペーストを製する．調製した試料ペーストを1枚の窓板の中心部に薄く広げた後，空気が入らないように注意しなが

ら別の窓板で挟んで測定する．

2.4. 液膜法

液体試料1～2滴を2枚の窓板の間に挟み，測定する．液層を厚くする必要がある場合はアルミニウム箔などを2枚の窓板の間に挟み，その中に液体試料がたまるようにする．

2.5. 薄膜法

試料を薄膜のまま，又は医薬品各条に規定する方法によって薄膜を調製した後，測定する．

2.6. 気体試料測定法

試料を排気した5cm又は10cmの長さの光路を持つ気体セルに医薬品各条に規定する圧力で導入し，測定する．必要に応じて1m以上の光路を持つ長光路セルを用いることもある．

2.7. ATR法

ATR(減衰全反射)プリズム面に試料を密着させ，その反射スペクトルを測定する．

2.8. 拡散反射法

固体試料1～3mgをめのう製乳鉢で数十μm以下の微粉末とし，これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム0.05～0.10gを加え，湿気を吸わないように注意し，速やかによくすり混ぜた後，試料皿に盛り，その反射スペクトルを測定する．

3. 確認方法

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき，互いの同一性を確認することができる．また，確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条に規定されている場合，吸収の波数が一致していることにより，試料と確認しようとする物質の同一性を確認することができる．

3.1. 標準品による確認

試料の吸収スペクトルと標準品の吸収スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき，試料と標準品の同一性が確認される．なお，固体試料の吸収スペクトルが標準品の吸収スペクトルと異なった場合の取扱いが，医薬品各条に規定されているとき，試料と標準品を同一の条件で処理した後，再測定を行う．

3.2. 参照スペクトルによる確認

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき，試料と確認しようとする物質の同一性が確認される．なお，固体試料の吸収スペクトルが参照スペクトルと異なった場合の取扱いが，医薬品各条に規定されているとき，規定された条件で試料を処理した後，再測定を行う．医薬品各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき，通例，波数4000～400cm^{-1}における参照スペクトルを，「参照赤外吸収スペクトル」の項に掲げる．ただし，吸収波数による確認法が規定された品目を除く．

3.3. 吸収波数による確認

確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条に規定されている場合，試料による吸収が，規定されたすべての吸収波数で明確に認められるとき，試料と確認しようとする物質の同一性が確認される．

その他の物理的試験法

2.41 乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は，試料を医薬品各条に規定する条件で乾燥し，その減量を測定する方法である．この方法は乾燥することによって失われる試料中の水分，結晶水の全部又は一部及び揮発性物質などの量を測定するために用いる．

医薬品各条に，例えば1.0%以下(1g，105℃，4時間)と規定するものは，本品約1gを精密に量り，105℃で4時間乾燥するとき，その減量が本品1gにつき10mg以下であることを示し，また，0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)と規定するものは，本品約1gを精密に量り，酸化リン(V)を乾燥剤としたデシケーターに入れ，4時間減圧乾燥するとき，その減量が本品1gにつき5mg以下であることを示す．

1. 操作法

はかり瓶をあらかじめ，医薬品各条に規定する方法に準じて30分間乾燥し，その質量を精密に量る．試料は医薬品各条に規定する量の±10%の範囲内で採取し，はかり瓶に入れ，別に規定するもののほか，その層が5mm以下になるように広げた後，その質量を精密に量り，これを乾燥器に入れ，医薬品各条に規定する条件で乾燥する．試料が大きいときは，手早く粉砕して径2mm以下としたものを用いる．乾燥後，乾燥器から取り出し，質量を精密に量る．加熱して乾燥する場合は，加熱温度を医薬品各条に規定する温度の±2℃の範囲とし，乾燥後，デシケーター(シリカゲル)で放冷する．

医薬品各条に規定する乾燥温度よりも低温で融解する試料は，融解温度より5～10℃低い温度で，1～2時間乾燥した後，医薬品各条に規定する条件で乾燥する．乾燥剤は医薬品各条に規定するものを用い，しばしば取り替える．

2.42 凝固点測定法

凝固点は，次の方法で測定する．

1. 装置

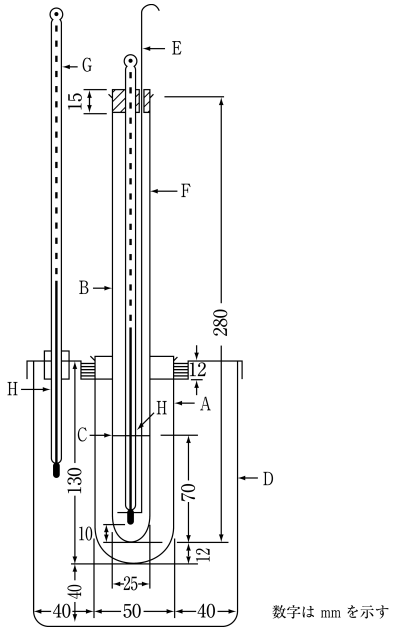
図2.42－1に示すものを用いる．

2. 操作法

試料を試料容器Bの標線Cまで入れる．試料が固体の場合には，予想した凝固点よりも20℃以上高くならないように注意して加温して溶かし，Bに入れる．ガラス製又はプラスチック製浴Dに予想した凝固点よりも5℃低い温度の水をほぼ全満する．試料が常温で液体の場合には，Dの水を予想した凝固点より10～15℃低くする．

試料をBに入れ，A中にさし込み，浸線付温度計Fの浸線Hを試料のメニスカスに合わせた後，試料の温度が予想した凝固点よりも5℃高い温度まで冷却されたとき，かき混ぜ棒Eを毎分60～80回の割合で上下に動かし，30秒ごとに温度を読む．温度は徐々に下がるが，結晶を析出し始めて温度が一定になるか，又はやや上がり始めたとき，かき混ぜをやめる．通例，温度上昇の後にしばらく維持された最高温度(Fの示度)を読み取る．温度上昇の起こらない場合には，しばらく静止した温度を読み取る．連続4回以上の読み取り温度の範囲が0.2℃以内のとき，

その平均値をとり，凝固点とする．



A：ガラス製円筒(内外の両壁に曇り止めのためシリコーン油を塗る.)
B：試料容器(硬質ガラス製試験管で，管の両壁に曇り止めのためシリコーン油を塗る．ただし，試料に接する部分には塗らない．A中にさし込み，コルク栓で固定する.)
C：標線
D：ガラス製又はプラスチック製浴
E：ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒(径3mm，下端を外径18mmの輪状にしたもの.)
F：浸線付温度計
G：浸線付温度計又は全没式温度計
H：浸線

図2.42－1

3.　注意

過冷の状態が予想されるときは，Bの内壁をこするか，温度が予想される凝固点に近づいたとき，固体試料の小片を投入して凝固を促進させる．

2.43　強熱減量試験法

強熱減量試験法は，試料を医薬品各条に規定する条件で強熱し，その減量を測定する方法である．この方法は，強熱することによって，その構成成分の一部又は混在物を失う無機薬品について用いる．

医薬品各条に，例えば40.0～52.0％(1g，450～550℃，3時間)と規定するものは，本品約1gを精密に量り，450～550℃で3時間強熱するとき，その減量が本品1gにつき400～520mgであることを示す．

1.　操作法

あらかじめ，白金製，石英製又は磁製のるつぼ又は皿を医薬品各条に規定する温度で恒量になるまで強熱し，放冷後，その質量を精密に量る．

試料は医薬品各条に規定する量の±10％の範囲内で採取し，前記の容器に入れ，その質量を精密に量る．これを医薬品各条に規定する条件で強熱し，放冷後，その質量を精密に量る．放冷はデシケーター(シリカゲル)で行う．

2.44　強熱残分試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

◆強熱残分試験法は，試料を次の操作法によって硫酸の存在下において強熱するとき，揮発せずに残留する物質の量を測定する方法である．この試験法は，通例，有機物中に不純物として含まれる無機物の含量を知るために用いる．

医薬品各条に，例えば0.1％以下(1g)と規定するものは，本品約1gを精密に量り，次の操作法によって強熱するとき，その残分が本品1gにつき1mg以下であることを示す．また，乾燥後とあるときは，乾燥減量の項の条件で乾燥した後，試料を採取する．◆

1.　操作法

あらかじめ，適切なるつぼ(例えば，シリカ製，白金製，石英製又は磁製)を600±50℃で30分間強熱し，デシケーター(シリカゲル又は他の適切な乾燥剤)中で放冷後，その質量を精密に量る．

医薬品各条に規定する量の試料を採取してこのるつぼに入れ，その質量を精密に量る．

次に，試料に硫酸少量，通例，1mLを加えて潤し，なるべく低温で徐々に加熱して，試料を完全に炭化させる．いったん放冷した後，再び硫酸少量，通例，1mLで潤して，白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し，更に600±50℃で強熱して，残留物を灰化する．操作中は，炎をあげて燃焼しないように注意する．るつぼをデシケーター(シリカゲル又は他の適切な乾燥剤)中で放冷し，その質量を精密に量り，残分の百分率を計算する．

残分の百分率が各条に規定された限度値を超える場合には，別に規定するもののほか，更に上記と同様の硫酸による湿潤，加熱及び30分間の強熱操作を繰り返し，前後の秤量差が0.5mg以下になるか，又は残分の百分率が各条に規定する限度値以下になったときに試験を終了する．

2.45　屈折率測定法

屈折率測定法は，試料の空気に対する屈折率を測定する方法である．一般に，光が一つの媒質から他の媒質に進むとき，その境界面で進行方向を変える．この現象を屈折という．光が等方性の第1の媒質から第2の媒質に入るとき，入射角iの正弦と屈折角rの正弦との比は，入射角によらずに，この二つの媒質間では一定で，これを第2の媒質の第1の媒質に対する屈折率又は相対屈折率といい，nで表す．

$$n=\frac{\sin i}{\sin r}$$

第1の媒質が特に真空である場合の屈折率を第2の媒質の絶対屈折率といい，Nで表す．

等方性の物質において，波長，温度及び圧力が一定のとき，その屈折率は物質に固有の定数である．したがって，物質の純度の試験又は均質な2物質の混合物の組成の決定などに用いら

れる．

通例，温度は，20℃，光線はナトリウムスペクトルのD線を用い，n_D^{20}で表す．

1.　操作法

屈折率の測定には，通例，アッベ屈折計を用い，医薬品各条に規定する温度の±0.2℃の範囲内で行う．アッベ屈折計では，白色光を用いてn_Dを直接読むことができ，測定のできるn_Dの範囲は1.3～1.7，精密度は0.0002である．

2.46　残留溶媒試験法

残留溶媒試験法は，医薬品中に残留する有機溶媒の量をガスクロマトグラフィー〈2.02〉などにより測定する方法である．ただし，ヒトに対して低毒性と考えられる溶媒のみが残留する場合，乾燥減量試験法〈2.41〉でこれに代えることができる．

1.　操作方法及び試験方法

ガスクロマトグラフィー〈2.02〉などにより試験を行う．

試験の実施にあたっては，あらかじめ対象となる残留溶媒の分析に適切な試験方法となるように，試験に必要な事項を設定する．通例，ガスクロマトグラフィーでは，試料及び標準品(基準物質)の秤取量，試料溶液及び標準溶液の調製方法，ガスクロマトグラフへの注入量，計算式，ヘッドスペース装置の試験条件，ガスクロマトグラフィーの試験条件及びシステム適合性などである．

2.47　浸透圧測定法(オスモル濃度測定法)

浸透圧測定法は，試料のオスモル濃度を凝固点降下法を用いて測定する方法である．

ある溶液につき，溶媒は自由に通すが溶質は通さない半透膜を隔てて，純溶媒をおくとき，溶媒の一部はこの膜を透過して溶液内に浸透する．この溶媒の浸透によって半透膜の両側に生じる圧力差が，浸透圧Π(Pa)と定義される．浸透圧は溶液中の分子及びイオンなど粒子の総濃度に依存する物理量であり，溶質の種類によらない．浸透圧，凝固点降下，沸点上昇など，溶質の種類によらず，分子及びイオンなど総粒子濃度に依存する性質を溶液の束一的性質という．

高分子溶液の浸透圧は，セルロース膜などの半透膜を介しての静水圧の変化から直接測定されるが，低分子溶液の浸透圧測定のために用いられる適当な半透膜はない．低分子溶液の浸透圧を直接に測定することはできないが，ある溶液中の分子及びイオンなどの総粒子濃度を知れば，その溶液が生理的条件下に置かれたとき，細胞膜を隔てての溶媒(水)の移動の方向と大きさを知ることができる．純溶媒に対する溶液の凝固点降下，沸点上昇，蒸気圧降下など，他の束一的性質は，温度又は圧力などの直接測定から容易に求められる．溶液のこれらの束一的性質は，浸透圧と同様に総粒子濃度に依存する量であり，これらの性質を利用して測定される総粒子濃度をオスモル濃度と定義する．オスモル濃度は，質量基準で表すとき質量オスモル濃度(osmolality，mol/kg)，容量基準で表すとき，容量オスモル濃度(osmolarity，mol/L)と定義されるが，実用的には容量オスモル濃度が用いられる．

別に規定するもののほか，オスモル濃度の測定には凝固点降下法を用いる．凝固点降下法は，溶媒に溶質を溶かした溶液の凝固点が低下する現象を利用し，得られた凝固点降下度ΔT(℃)と質量オスモル濃度mの間にある次式の関係を用いて，凝固点降下度から質量オスモル濃度mを求める方法である．

$$\Delta T = K \cdot m$$

ここでKはモル凝固点降下定数であり，溶媒が水の場合1.86℃ kg/molである．モル凝固点降下定数は，質量モル濃度で定義されるため，上式の関係からは質量オスモル濃度が得られることになるが，希薄濃度領域では数値的にこの値を容量オスモル濃度c(mol/L)に等しいものとみなすことができる．本測定法では実用的な容量オスモル濃度を採用するものとし，その単位としてOsm(osmol/L)を用いる．1Osmは，溶液1L中にアボガドロ数(6.022×10^{23}/mol)に等しい個数の粒子が存在する濃度を表し，1Osmの1000分の1を1mOsmとする．

オスモル濃度は，通例，mOsmの単位を用いて示す．

1.　装置

通例，水の凝固点(氷点)降下度の測定から，オスモル濃度を求める．浸透圧測定装置は，一定量の溶液を入れる試料セル，温度制御用の冷却装置と冷却槽及びサーミスター温度計からなる．

2.　操作法

測定には，装置により定められた一定容量の試料溶液を用いる．

あらかじめ二点校正法により浸透圧(オスモル濃度)測定装置の校正を行う．予想される試料のオスモル濃度を挟む，高低二種の装置校正用オスモル濃度標準液を用いて凝固点温度を測定し，装置の校正を行う．なお，測定する試料のオスモル濃度が100mOsm以下の場合，二種のオスモル濃度標準液のうち一種は，水(0mOsm)を用いることができる．次に，試料セル及びサーミスターを装置指定の方法により清浄にした後，試料溶液について凝固点温度を測定し，凝固点降下度の濃度依存性より質量オスモル濃度を求め，これを容量オスモル濃度に読み替える．

なお，オスモル濃度が1000mOsmを超える場合，蒸留水を用いて試料をn倍希釈し(1→n)，この液につき同様な測定を行うことができる．この場合，n倍希釈溶液を用いて測定され，希釈倍数を掛けて得られたみかけのオスモル濃度であることを明示する．なお，希釈測定を行う場合，生理食塩液のオスモル濃度に近くなるよう，希釈倍数を選択する．

また，凍結乾燥品など試料が固体の場合，指定された溶解液に溶かして試料溶液とする．

3.　装置の適合性

測定しようとする試料溶液のオスモル濃度に近い濃度を有する標準液の一つを選び，6回以上の繰り返し測定を行って，装置の適合性を試験するとき，試験の再現性は，2.0%以内であり，規定のオスモル濃度からのずれは，3.0%以内である．これに適合しないとき，再度，二点校正を行った後，装置の適合性試験を繰り返す．

4.　装置校正用オスモル濃度標準液の調製

塩化ナトリウム(標準試薬)を500～650℃で40～50分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷する．表2.47－1

に示した各オスモル濃度標準液に対応する量の塩化ナトリウムを正確に量り，水100gを正確に加えて溶かし，各オスモル濃度標準液とする．

表2.47－1　装置校正用オスモル濃度標準液

装置校正用オスモル濃度標準液	塩化ナトリウムの量
100mOsm標準液	0.309g
200mOsm標準液	0.626g
300mOsm標準液	0.946g
400mOsm標準液	1.270g
500mOsm標準液	1.593g
700mOsm標準液	2.238g
1000mOsm標準液	3.223g

5.　浸透圧比

本測定法では生理食塩液の与えるオスモル濃度に対する試料溶液のオスモル濃度の比を浸透圧比と定義し，等張性の尺度とする．生理食塩液(0.900g／100mL)のオスモル濃度c_S(mOsm)は，一定(286mOsm)であることから，試料溶液のオスモル濃度c_T(mOsm)を測定すれば，次式より試料溶液の浸透圧比を計算することができる．

$$浸透圧比=\frac{c_T}{c_S}$$

c_S：286mOsm

なお，1000mOsmを超える試料につき，希釈溶液を調製して，測定を行った場合には，希釈倍数をn，測定されるオスモル濃度をc'_Tとするとき，溶質濃度に対するオスモル濃度の直線性を仮定して，$n \cdot c'_T = c_T$より，みかけの浸透圧比(オスモル比)を求める．ただし，希釈測定を行った場合，どのような希釈が行われたか，(1→n)のように明示する必要がある．

2.48　水分測定法(カールフィッシャー法)

水分測定法は，メタノールなどの低級アルコール及びピリジンなどの有機塩基の存在で，水がヨウ素及び二酸化イオウと次の式に示すように定量的に反応することを利用して水分を測定する方法である．

$$I_2+SO_2+3C_5H_5N+CH_3OH+H_2O$$
$$\rightarrow 2(C_5H_5N^+H)I^- + (C_5H_5N^+H)^-OSO_2OCH_3$$

測定法には，容量滴定法と電量滴定法がある．容量滴定法は，反応に必要なヨウ素を水分測定用試液中に溶解させ，試料中の水と反応して消費されたヨウ素の滴定量より，水分を測定する方法である．電量滴定法は，ヨウ化物イオンを混合した水分測定用試液を用い，電解によりヨウ素を発生させる．ヨウ素が定量的に水と反応することに基づき，電解に要した電気量より，水分を測定する方法である．

$$2I^- \rightarrow I_2+2e^-$$

1.　容量滴定法

1.1.　装置

通例，自動ビュレット，滴定フラスコ，かき混ぜ機及び定電圧分極電流滴定装置又は定電流分極電位差滴定装置からなる．

水分測定用試液は吸湿性が非常に強いので，装置は外部からの吸湿を防ぐようにする．防湿には，シリカゲル又は水分測定用塩化カルシウムなどを用いる．

1.2.　試薬

(ⅰ)　水分測定用クロロホルム：クロロホルム1000mLに乾燥用合成ゼオライト30gを加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約8時間放置し，更に約16時間静置後，澄明なクロロホルムを分取する．湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は0.1mg以下とする．

(ⅱ)　水分測定用メタノール：メタノール1000mLに乾燥用合成ゼオライト30gを加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約8時間放置し，更に約16時間静置後，澄明なメタノールを分取する．湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は0.1mg以下とする．

(ⅲ)　水分測定用炭酸プロピレン：炭酸プロピレン1000mLに乾燥用合成ゼオライト30gを加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約8時間放置し，更に約16時間静置した後，澄明な炭酸プロピレンを分取する．湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は0.3mg以下とする．

(ⅳ)　水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル：ジエチレングリコールモノエチルエーテル1000mLに乾燥用合成ゼオライト30gを加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約8時間放置し，更に約16時間静置後，澄明なジエチレングリコールモノエチルエーテルを分取する．湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は0.3mg以下とする．

(ⅴ)　水分測定用ピリジン：ピリジンに水酸化カリウム又は酸化バリウムを加え，密栓して数日間放置した後，そのまま湿気をさえぎって蒸留し，湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は1mg以下とする．

(ⅵ)　水分測定用イミダゾール：薄層クロマトグラフィー用イミダゾール．ただし，本品1mL中の水分は1mg以下とする．

(ⅶ)　水分測定用2－メチルアミノピリジン：2－メチルアミノピリジンをそのまま湿気をさえぎって蒸留し，湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は1mg以下とする．

1.3.　試液及び標準液の調製法

1.3.1.　水分測定用試液

本試液は，遮光して湿気を避け，冷所に保存する．

1.3.1.1.　調製

次のいずれかの方法により調製する．なお，安定化等の性能の向上を目的として添加剤を追加する場合は，規定の方法と同等の結果を与えることを検証した上で使用することができる．

(ⅰ)　調製法1：ヨウ素63gを水分測定用ピリジン100mLに溶かし，氷冷し，乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が32gに達したとき，水分測定用クロロホルム又は水分測定用メタノールを加えて500mLとし，24時間以上放置した後用いる．

(ⅱ)　調製法2：水分測定用イミダゾール102gを水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル350mLに溶かし，氷冷し，液温を25～30℃に保ちながら，乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が64gに達したとき，ヨウ素50gを加えて溶かし，24時間以上放置した後用いる．

(ⅲ)　調製法3：水分測定用炭酸プロピレン220mLに乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が32gに達したとき，水分測定用2－メチルアミノピリジン81gを水分測定用炭酸プロピレン又は水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル180mLに溶かして氷冷した液に加え，更にヨウ素36gを加えて溶かし，

24時間以上放置した後用いる．

1.3.1.2.　標定

水分測定用試液は日時の経過とともに変化するので用時標定する．操作法に従い，水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとる．これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水約30mgを精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する．水分測定用試液の1mLに対応する水(H_2O)のミリグラム数f(mg/mL)を次の式により求める．

$$f(\mathrm{mg/mL}) = \frac{\text{水}(H_2O)\text{の採取量}(\mathrm{mg})}{\text{水}(H_2O)\text{の滴定に要した水分測定用試液の量}(\mathrm{mL})}$$

1.3.2.　水・メタノール標準液

本標準液は，遮光して湿気を避け，冷所に保存する．

1.3.2.1.　調製

水分測定用メタノール500mLを1000mLの乾燥フラスコにとり，水2.0mLを加え，水分測定用メタノールを加えて1000mLとする．

1.3.2.2.　標定

本標準液の標定は，水分測定用試液の標定に続いて行う．操作法に従い，水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり，これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分測定用試液10mLを正確に加え，調製した水・メタノール標準液で終点まで滴定する．水・メタノール標準液1mL中の水(H_2O)のミリグラム数f'(mg/mL)を次の式によって求める．

$$f'(\mathrm{mg/mL}) = \frac{f(\mathrm{mg/mL}) \times 10(\mathrm{mL})}{\text{滴定に要した水・メタノール標準液の量}(\mathrm{mL})}$$

1.4.　操作法

水分測定用試液による滴定は湿気を避けて行い，原則として，これを標定したときの温度と同一の温度で行う．被滴定液中に一対の白金電極又は双白金電極を浸し，可変抵抗器を適当に調節して電極間に微小電圧を加え，水分測定用試液を滴加するとき変化する電流(μA)を測定し(定電圧分極電流滴定法)，滴定の進むにつれて回路中の電流が大きく変化し，数秒で再び元の位置に戻る．滴定の終点に達すると，この電流の変化が一定時間持続する(通例，30秒間以上)．この状態になったときを滴定の終点とする．又は電極間に微小電流を流しておき，水分測定用試液を滴加するとき，変化する電位差(mV)を測定し(定電流分極電位差滴定法)，滴定の進むにつれて回路中の電圧計の値が数百ミリボルトの分極状態から急に減少し，消極状態となり，数秒で再び元の位置に戻る．滴定の終点に達すると，消極状態が一定時間持続する(通例，30秒間以上)．この状態になったときを滴定の終点とする．ただし，逆滴定により定電圧分極電流滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は電流計の針が振り切れ，終点に達すると急に元の位置に戻る．定電流分極電位差滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は電圧計の値が元の位置にあり，終点に達すると一定の電圧がかかる．

水分測定用試液による滴定は，別に規定するもののほか，次のいずれの方法によってもよい．終点は，通例，逆滴定を行う場合の方が明瞭に判別できる．

1.4.1.　直接滴定

別に規定するもののほか，次の方法による．

水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり，水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分5～30mgを含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，かき混ぜて溶かし，激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する．試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし，水分5～30mgを含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，湿気を避けて5～30分間かき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定を行う．別に，試料が溶剤に溶けないとき，又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは，水分気化装置を用いて試料を加熱し，窒素をキャリヤーとして試料中の水分を滴定フラスコに導入することができる．

なお，滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが，滴定に長時間を要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は，試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い，補正する．

$$\text{水}(H_2O)\% = \frac{\text{試料の滴定に要した水分測定用試液の量}(\mathrm{mL}) \times f(\mathrm{mg/mL})}{\text{試料の質量}(\mathrm{mg})} \times 100$$

1.4.2.　逆滴定

別に規定するもののほか，次の方法による．

水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり，水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分5～30mgを含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，かき混ぜて溶かし，激しくかき混ぜながら水・メタノール標準液で終点まで滴定する．試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし，その質量を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，湿気を避けて5～30分間かき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定する．

$$\text{水}(H_2O)\% = \frac{\left[\text{水分測定用試液の量}(\mathrm{mL})\right] \times f(\mathrm{mg/mL}) - \left[\text{滴定に要した水・メタノール標準液の量}(\mathrm{mL})\right] \times f'(\mathrm{mg/mL})}{\text{試料の質量}(\mathrm{mg})} \times 100$$

2.　電量滴定法

2.1.　装置

通例，ヨウ素発生用電解槽を備えた滴定フラスコ，かき混ぜ機及び定電流分極電位差滴定装置からなる．ヨウ素発生用装置は，隔膜で隔てられた陽極及び陰極より構成され．陽極は水分測定用陽極液(発生液)中に，陰極は水分測定用陰極液(対極液)中に浸される．通例，両極とも白金網が用いられる．

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は吸湿性が非常に強いので，装置は外部からの吸湿を防ぐようにする．防湿には，シリカゲル又は水分測定用塩化カルシウムなどを用いる．

2.2.　水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液の調製法

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は，一組の試薬とし

て，次のいずれかの方法により調製する．

2.2.1.　**調製法１**

(ｉ)　水分測定用陽極液：水分測定用イミダゾール102gを水分測定用メタノール900mLに溶かし，氷冷し，液温を30℃以下に保ちながら，乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が64gに達したとき，ヨウ素12gを加えて溶かし，かき混ぜながら，液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加し，水分測定用メタノールを加えて1000mLとする．

(ⅱ)　水分測定用陰極液：塩酸ジエタノールアミン24gを水分測定用メタノール100mLに溶かす．

2.2.2.　**調製法２**

(ｉ)　水分測定用陽極液：1,3－ジー(4－ピリジル)プロパン40g及びジエタノールアミン30gを水分測定用メタノール約200mLに溶かし，乾燥二酸化イオウを増量が25gになるまで通じる．炭酸プロピレン50mLを加え，ヨウ素6gを溶かした後，水分測定用メタノールを加えて500mLとし，液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する．

(ⅱ)　水分測定用陰極液：塩化コリン30gを水分測定用メタノールに溶かし100mLとする．

2.2.3.　**調製法３**

(ｉ)　水分測定用陽極液：ジエタノールアミン100gを水分測定用メタノール又は水分測定用メタノール／水分測定用クロロホルム混液(3：1)900mLに溶かし，冷却しながら，乾燥二酸化イオウを通じ，増量が64gに達したとき，ヨウ素20gを加えて溶かし，液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する．

(ⅱ)　水分測定用陰極液：塩化リチウム25gを水分測定用メタノール／ニトロエタン混液(4：1)1000mLに溶かす．

2.3.　**操作法**

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後，この液中に定電流分極電位差滴定装置の一対の白金電極又は双白金電極を浸す．別に，水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生用装置を水分測定用陽極液中に浸す．あらかじめ電解電流を流して，滴定フラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分0.2～5mgを含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，かき混ぜて溶かし，激しくかき混ぜながら終点まで滴定する．試料が陽極液に溶けないときは，手早く粉末とし，水分0.2～5mgを含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，湿気を避けて5～30分間かき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定する．別に，試料が溶剤に溶けないとき，又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは，水分気化装置を用いて試料を加熱し，窒素をキャリヤーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる．

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量(C)[電流(A)×時間(秒)]を測定し，次の式より試料中の水分量(%)を求める．

なお，滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが，滴定に長時間要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は，試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い，補正する．

$$水(H_2O)\% = \frac{ヨウ素の発生に要した電気量(C)}{10.72\times 試料の質量(mg)}\times 100$$

10.72：水(H_2O)1mgに対応する電気量(C/mg)

2.49　旋光度測定法

旋光度測定法は，試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である．

一般に光線の振動は，進行の方向に垂直に起こるが，通常の光線では，その振動方向は限定されない．しかし，一般に偏光といわれる平面偏光では，振動は進行方向を含む一平面内にのみ起こり，このような光線は，偏光面を有するという．薬品又はその溶液には，偏光面を右又は左に回転させる性質を持つものがある．この性質を光学活性又は旋光性といい，物質の化学構造に関係がある．

旋光度は，光学活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度で，旋光計によって測定する．この値は測定管の層長に比例し，溶液の濃度，温度及び波長に関係する．旋光の性質は，偏光の進行方向に向き合って，偏光面を右に回転するものを右旋性，左に回転するものを左旋性とし，偏光面を回転する角度を示す数字の前に，それぞれ，記号＋又は－をつけて示す．例えば，＋20°は右に20°，－20°は左に20°回転することを意味する．

旋光度α_x^tとは，特定の単色光x(波長又は名称で記載する)を用い，温度t℃で測定したときの旋光度を意味し，その測定は，通例，温度は20℃又は25℃，層長は100mm，光線はナトリウムスペクトルのD線で行う．

比旋光度$[\alpha]_x^t$は，次の式で表す．

$$[\alpha]_x^t = \frac{\alpha}{lc}\times 100$$

t：測定時の温度

x：用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称(D線を用いたときは，Dと記載する．)

α：偏光面を回転した角度

l：試料溶液の層，すなわち，測定に用いた測定管の長さ(mm)

c：日本薬局方では，溶液1mL中に存在する薬品のg数である．液状薬品を溶液としないでそのまま用いたときは，その密度である．ただし，別に規定するもののほか，この密度の代わりに，その比重を用いる．

医薬品各条で，例えば$[\alpha]_D^{20}$：－33.0～－36.0°(乾燥後，1g，水，20mL，100mm)とは，本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し，その約1gを精密に量り，水に溶かし正確に20mLとし，この液につき，20℃，層長100mmで測定するとき，$[\alpha]_D^{20}$が－33.0～－36.0°であることを示す．

2.50　滴定終点検出法

滴定とは，容量分析を行うために用いられる方法又はその操作をいい，被滴定液と滴定液(容量分析用標準液)との間に生じる化学量論的な反応の種類又は現象の差異により，酸塩基滴定(中和滴定又はpH滴定)，沈殿滴定，錯滴定及び酸化還元滴定などがある．また，非水溶媒系で行われる滴定は一般に非水滴定と通称され，弱酸，弱塩基又はこれらの塩類の滴定にしばしば用いられる．反応の終点は，指示薬の色調の変化又は電気的

信号(電位差又は電流)の変化により知ることができる．

指示薬法は，被滴定液中に溶解させた指示薬の色調が，当量点の近傍で劇的に変化する性質を利用して，滴定の終点を検出しようとする方法であり，通例，目視により行う．どのような指示薬を用い，どのような色調の変化をとらえて終点とするかは，医薬品各条において定めることとし，当量点の前後におけるpHなど，被滴定液の液性(物理化学的性質)のわずかな変化に鋭敏に反応して，その色調を変化させる指示薬を選択する必要がある．

電気的終点検出法には電位差法と電流法があり，これらの検出法が用いられる滴定法をそれぞれ電位差滴定法，電流滴定法といい，両者を総称して電気滴定法という．電位差滴定法においては，通例，滴加量に対する起電力の変化が最大となる点をとらえ，滴定の終点を検出する．また，電流滴定法においては，別に規定するもののほか，定電圧分極電流滴定法が用いられ，滴定の進行に伴って変化する微小電流の変化をとらえ，滴定の終点を検出する．別に，化学反応の変化を電気的に追跡する手段として，電気量(電流×時間)が用いられることもあり，水分測定法〈2.48〉の電量滴定法として規定されている．

なお，滴定系の構成(試料採取量，溶解溶媒，容量分析用標準液，終点検出法，標準液1mL当たりの被滴定物質の当量(mg))は，医薬品各条で規定される．容量分析用標準液の標定及び試料の滴定は，測定温度など同一条件の下で行うことが望ましい．両者の測定温度に著しい差がある場合，標準液の容量変化に対して適切な補正を行う必要がある．

1.　指示薬法

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された量の試料を三角フラスコなど適切な容器に量り，規定量の溶媒を加えて溶かす．この液に規定された指示薬を加えて被滴定液とした後，ビュレットより容量分析用標準液を滴加して滴定を行う．終点の前後では0.1mL又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え，色調の変化を観察する．滴定の開始から，医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された色調変化が観察されるまでに要した滴定量をビュレットの目盛りより読み取る．通例，ビュレットからの容量分析用標準液の滴加は手動により行うが，自動ビュレットを用いることもできる．

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで，「同様の方法で空試験を行い，補正する」とは，通例，次の方法による．

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り，これを試料溶液として試験を行い，規定された色調変化を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め，これを空試験の量とする．ただし，空試験値が非常に小さく，正確に求められないときには，空試験値＝0(mL)とみなすことができる．

2.　電気的終点検出法

2.1.　電位差滴定法

2.1.1.　装置

試料を入れるビーカー，容量分析用標準液を滴加するビュレット，指示電極と参照電極，両電極間の電位差を測定する電位差計又は適当なpH計，記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機よりなる．なお，滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる．

本滴定法では別に規定するもののほか，滴定の種類により表2.50－1に示す指示電極を用いる．また，参照電極としては，通例，銀－塩化銀電極を用いる．ただし，参照電極及び指示電極は複合型のものを用いることができる．

表2.50－1　滴定の種類と指示電極

滴定の種類	指示電極
酸塩基滴定(中和滴定，pH滴定)	ガラス電極
沈殿滴定(硝酸銀によるハロゲンイオンの滴定)	銀電極．ただし，参照電極は銀－塩化銀電極を用い，参照電極と被滴定溶液との間に飽和硝酸カリウム溶液の塩橋を挿入する．
酸化還元滴定(ジアゾ滴定など)	白金電極
錯滴定(キレート滴定)	水銀－塩化水銀(Ⅱ)電極
非水滴定(過塩素酸滴定，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド滴定)	ガラス電極

なお，pHを測定して電位差滴定法を行うときは，pH計の調整はpH測定法〈2.54〉による．

2.1.2.　操作法

医薬品各条に規定する試料をビーカーに量り，規定する容量の溶媒を加えて溶かす．電極はあらかじめ使用する溶媒でよく洗い，滴定する溶媒中に浸して電位差E (mV)又はpHの指示を安定させた後，参照電極及び指示電極を滴定ビーカー内の試料溶液中に浸す．試料溶液を穏やかにかき混ぜながら容量分析用標準液(滴定液)で滴定する．ビュレットの先端は試料溶液中に浸し，終点の前後では0.1mL又はそれ以下の容量の滴定液を滴加したときの電位差の変化を測定する．電位差をグラフの縦軸に，滴加量V (mL)を横軸にプロットして滴定曲線を描き，$\Delta E/\Delta V$の極大又は極小となる点，又は当量点に相当する起電力又はpHを与える滴加量Vを求め，これを滴定の終点とする．

なお，電位差滴定法における空試験は，通例，次の方法による．医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り，これを試料溶液として試験を行い，終点を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め，これを空試験の量とする．ただし，空試験値が非常に小さく，正確に求められないときには，空試験値＝0(mL)とみなすことができる．

別に規定するもののほか，滴定の終点は，次のいずれかの方法により求める．

(ⅰ)　作図法：得られた滴定曲線に対し，通例，勾配約45°の互いに平行な二つの接線を引く．次に，これらの互いに平行な2本の直線から等距離の位置に第3の平行線を引き，滴定曲線との交点を求め，この点より横軸に垂線を下ろしたときの滴加量を読み取り，滴定の終点とする．別に，微分曲線($\Delta E/\Delta V$の滴加量による変化)を求め，その極大又は極小を与える点の滴加量より，滴定の終点を求めることもできる．

(ⅱ)　自動検出法：自動滴定装置を用いて滴定を行う場合，それぞれの装置の指示に従って，自動的に終点を決定することができる．終点の決定は，電位差の変化率が最大になる点を検出し，これを終点とするか又は終点電位をあらかじめ設定しておき，指示電位差が終点電位に達したときの滴加量を滴定の終点とするか，いずれかの方法による．

2.2.　電流滴定法

2.2.1.　装置

試料を入れるビーカー，容量分析用標準液を滴加するビュレット，指示電極として二つの小さな同形の白金板又は白金線，両電極間に微小直流電圧を加えるための加電圧装置，電極間を

流れる指示電流を測定する電流計，記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機よりなる．なお，滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる．

2.2.2.　操作法

医薬品各条に規定する量の試料をビーカーに量り，規定する量の溶媒を加えて溶かした後，あらかじめ水でよく洗った2本の指示電極を試料溶液中に浸す．次に，加電圧装置を用いて測定に適した一定の電圧を電極間に加え，容量分析用標準液(滴定液)を用いて試料溶液を滴定する．ビュレットの先端は試料溶液中に浸し，終点の前後では0.1mL又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え，そのときの電流値の変化を測定する．電流値をグラフの縦軸に，滴加量(mL)を横軸にプロットして滴定曲線を描き，通例，滴定曲線の折れ曲がり点(折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点)を与える滴加量を滴定の終点とする．

別に規定するもののほか，滴定の終点は，次のいずれかの方法により求める．

(ⅰ)　作図法：通例，滴定曲線の折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点を求め，この点の与える滴加量を滴定の終点とする．

(ⅱ)　自動検出法：自動滴定装置を用いて滴定を行う場合，それぞれの装置の指示に従って，自動的に終点を決定することができる．終点の決定は，終点電流をあらかじめ設定しておき，指示電流が設定電流値に達したときの滴加量を滴定の終点とする．

3.　注意

指示薬法及び電気的終点検出法のいずれの終点検出法を用いる場合も，空気中の二酸化炭素又は酸素などの影響がある場合は，滴定ビーカーはふた付きのものを用い，窒素などの不活性ガス気流中で操作し，光によって変化する場合は直射日光を避け，遮光した容器を用いる．

2.51　導電率測定法

導電率測定法は，水溶液中での電流の流れやすさ(電気伝導性)を導電率計又は抵抗率計を用いて測定する方法であり，純度試験などに用いられる．本測定法は，医薬品各条で規定される導電率(電気伝導率)の試験に用いるほか，高純度の水を製造する際の水質監視用の試験法としても用いることができる．ただし，水質監視用に本測定法を用いる場合，その細部は本測定法に準じて利用者がそれぞれ定めることとする．

溶液の導電率(電気伝導率) κ ($S\cdot m^{-1}$)は，抵抗率 ρ ($\Omega\cdot m$)の逆数により定義される量であり，液性導電体におけるイオン伝導性の強弱の指標となる．抵抗率は単位面積，単位長さ当たりの電気抵抗を意味し，抵抗率 ρ，断面積A(m^2)，長さl (m)とするとき，抵抗R (Ω)は，

$$R=\rho(l/A)$$

で表される．したがって，導電率 κ は，

$$\kappa=1/\rho=(1/R)(l/A)$$

で表され，l/Aが既知であれば，抵抗R 又はコンダクタンス(電気伝導度)$G(=R^{-1})$を測定することにより求めることができる．

国際単位系(SI)によれば，導電率の単位はジーメンス毎メーター($S\cdot m^{-1}$)であるが，通例，溶液の導電率は$\mu S\cdot cm^{-1}$で，抵抗率は$\Omega\cdot cm$で表される．

別に規定するもののほか，導電率又は抵抗率の表示は，20℃を基準温度とする．

なお，試料溶液の調製法，ブランク補正の必要性，計算方法，規格値，測定温度等は，必要に応じて医薬品各条で規定する．

1.　装置

導電率計又は抵抗率計は，指示部(操作部，表示部，記録部等)と検出部より構成され，検出部とは導電率測定用セルを意味する．導電率測定用セルには一対の白金電極が組み込まれており，二つの電極間に挟まれた液柱の電気抵抗又はコンダクタンスが測定される．この装置では，電極の分極による影響を避けるため交流電流が用いられる．また，通例，導電率の温度変化に対する温度補償機能が内蔵されている．

導電率の測定は，通例，浸漬形セルを用いて行う．セル内には平行に置かれた一対の白金電極があり，その表面は，通例，白金黒でコーティングされており，セル内の電極部分は，物理的衝撃を避けるためにガラス管で保護されている．

電極表面積A(cm^2)，電極間距離l (cm)とするとき，セル定数C(cm^{-1})は次式により与えられる．

$$C=\alpha\cdot(l/A)$$

α：セルのデザインにより定まる無次元の数値係数

なお，浸漬形セルと別に，流液形セル又は配管挿入形セルがあるが，これらのセルは高純度の水を製造する際に，流路系の適当な位置に設置又は挿入され，連続的又は間欠的な水質監視を行うために用いられる．

2.　塩化カリウム標準液

導電率測定用塩化カリウムを粉末とし，500～600℃で4時間乾燥する．表2.51－1に記載した量の乾燥した導電率測定用塩化カリウムをとり，新たに煮沸して冷却した蒸留水又は導電率2$\mu S\cdot cm^{-1}$以下の水に溶かして全量を1000.0gとし，それぞれの塩化カリウム標準液を調製する．これらの液の20℃における導電率及び抵抗率は，表2.51－1のとおりである．これらの塩化カリウム標準液は，ポリエチレン瓶又は硬質ガラス瓶に密栓して保存する．

表2.51－1　塩化カリウム標準液の導電率及び抵抗率(20℃)

濃度 (g/1000.0g)	導電率 κ ($\mu S\cdot cm^{-1}$)	抵抗率 ρ ($\Omega\cdot cm$)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

20℃での測定が行えない場合，表2.51－1中に示した塩化カリウム標準液の導電率を次式を用いて補正する．ただし，次式は15～30℃の温度範囲においてのみ有効である．

$$\kappa_T=\kappa_{20}[1+0.021(T-20)]$$

T: 医薬品各条で規定される測定温度(℃)

κ_T：T℃における塩化カリウム標準液の導電率(μS･cm^{-1})
κ_{20}：20℃における塩化カリウム標準液の導電率(μS･cm^{-1})

3.　操作法

3.1.　セル定数

導電率測定用セルは，予想される試料溶液の導電率に合わせて適切なものを選択する．予想される導電率が高いほど，電気抵抗Rが用いる装置の測定可能範囲に入るよう，大きなセル定数を持つセルを選択する必要がある．通例，0.1cm^{-1}，1cm^{-1}又は10cm^{-1}のオーダーのセル定数を持つセルが用いられる．

セル定数の決定又は確認に当たっては，予想される試料溶液の導電率に合わせて適切な塩化カリウム標準液を選択し，調製する．セルを蒸留水を用いて数回洗う．次に，セル定数の決定に用いようとする塩化カリウム標準液を用いて2～3回洗った後，測定容器中に入れた塩化カリウム標準液にセルを浸漬する．塩化カリウム標準液の温度が20±0.1℃又は医薬品各条に規定される温度に保たれていることを確認した後，この溶液の与える電気抵抗R_{KCl}又はコンダクタンスG_{KCl}を測定するとき，セル定数C(cm^{-1})は次式によって与えられる．

$C = R_{KCl} \cdot \kappa_{KCl}$又は
$C = \kappa_{KCl} / G_{KCl}$

R_{KCl}：測定された電気抵抗(megaΩ)
G_{KCl}：測定されたコンダクタンス(μS)
κ_{KCl}：用いた塩化カリウム標準液の導電率(μS･cm^{-1})

測定されたセル定数は，あらかじめ定められた値に5%以内で一致しなければならない．一致しない場合，白金黒メッキの再生を行うか又はセルを交換する．

3.2.　装置の適合性

予想される試料溶液の導電率に合わせて適切な塩化カリウム標準液を選択し，次のように装置の適合性試験を行う．導電率測定用セルを蒸留水を用いて数回洗浄し，次に選択した標準液を用いて2～3回洗浄を繰り返した後，測定容器中に標準液を満たす．測定系の温度が20±0.1℃の範囲にあることを確認した後，この標準液の導電率を測定する．この測定操作を数回繰り返すとき，その平均値は表2.51－1に掲げた数値に5%以内で一致し，相対標準偏差は2%以下でなければならない．

3.3.　測定

装置の適合性を確認した後，試料溶液の導電率測定を行う．別に規定するもののほか，試料溶液の調製法は医薬品各条で規定する．蒸留水を用いて数回セルを洗浄し，次に，試料溶液を用いて2～3回洗浄を繰り返した後，測定容器に入れた試料溶液中にセルを浸漬し，必要ならば，ゆるやかにかき混ぜる．試料溶液の温度が20±0.1℃又は医薬品各条で規定された温度になっていることを確認した後，試料溶液のコンダクタンスG_T(μS)又は電気抵抗R_T(megaΩ)を測定し，次式よりセル定数Cを用いて導電率κ_Tを求める．

$\kappa_T = CG_T$又は
$\kappa_T = C / R_T$

2.52　熱分析法

熱分析法は，物質の温度を一定の温度プログラムに従って変化させながら，その物理的性質を温度又は時間の関数として測定する分析法の総称である．

種々の物理的性質のうち，結晶などの固相／液相転移(融解，凝固)又は多形転移などの相変化，熱分解又は化学反応などに伴う，発熱又は吸熱の熱的挙動を観測する方法を示差熱分析法(DTA：Differential Thermal Analysis)又は示差走査熱量測定法(DSC：Differential Scanning Calorimetry)という．

DTAは，試料の熱的挙動を温度変化として検出する方法であり，DSCは，熱量(エンタルピー)変化として検出する方法である．一方，試料の温度変化に伴う，脱水，吸着又は脱離，酸化等による質量変化を観測する方法を熱質量測定法(TG：Thermogravimetry)という．

なお，本法における三種の異なる測定法のうち，TGは，乾燥減量試験法〈2.41〉又は水分測定法〈2.48〉の別法として用いることができる．ただし，水分測定法の別法として用いる場合，水以外に揮発性成分がないことを確認しておく必要がある．

1.　第１法　示差熱分析法(DTA)又は示差走査熱量測定法(DSC)

1.1.　装置

DTA又はDSC装置は，通例，加熱炉部，温度制御部，検出部，雰囲気調節部及び表示記録部から構成される．

DTAでは，加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し，試料と基準物質との間に生じる温度差を熱電対などを用いて，時間又は温度に対して連続的に測定し，記録できるように装置が設計されている．基準物質としては，通例，熱分析用α－アルミナが用いられる．

DSCでは，測定原理の異なる次の二つの方法がある．

(ⅰ)　入力補償示差走査熱量測定(入力補償DSC)：加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し，試料と基準物質との間に生じる温度差を白金抵抗温度計などで検出し，その温度差をゼロに保つよう補償回路を作動させる．両者に加えられた単位時間当たりの熱エネルギーの入力差を時間又は温度に対して連続的に測定し，記録できるように装置が設計されている．

(ⅱ)　熱流束示差走査熱量測定(熱流束DSC)：加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱し，試料と基準物質との間に生じる温度差を熱流束の差としてモニターし，DSC信号として記録する．熱流束DSCでは，試料と熱源の間の熱流束が試料と熱源の温度差に比例するように熱伝導体が用いられている．また，基準物質と熱源の間についても同様である．

いずれの測定法においても，基準物質としては，通例，熱分析用α－アルミナが用いられるが，単に空容器を基準とすることもある．

1.2.　操作法

試料及び基準物質を試料容器に充てんした後，一定の温度制御プログラムに従って，加熱炉部を加熱又は冷却し，この温度変化の過程で試料と基準物質間に発生する温度差(DTA)又は熱量変化(DSC)を連続的に測定し，記録する．なお，データ処理を含む装置の取扱いは，各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする．

あらかじめ，融解又は多形転移など，予想される物理的変化がどのような温度範囲にあるかを知り，かつ予想外の熱的変化が起こっていないことを確認するために，広い温度範囲(室温～分解開始温度)を速い加熱速度(10～20℃/分)で走査して予備的実験を行い，測定温度範囲を定める．定められた温度範囲につき，緩やかな加熱速度，通例，約2℃/分で試験を行う．ただし，ガラス転移など微少な熱変化しか観測されないような場合，加熱速度を上げるなど，観察しようとする物理的変化に対応した加熱速度の設定が必要となることがある．得られたDTA曲線又はDSC曲線の発熱又は吸熱ピークを解析し，融解又は多形転移など，観察しようとする物理的変化に伴う熱量の変化量及び温度(開始温度，ピーク温度及び終了温度など)を求める．

1.3.　装置の校正

1.3.1.　温度校正

DTA又はDSCにおける装置の温度校正は，高純度な金属又は有機物質の融点，あるいは無機塩類又は酸化物の結晶転移点などを用いて行う．通例，熱分析用インジウム，熱分析用スズの融点などが用いられる．

1.3.2.　熱量校正

試料の温度変化に伴う熱量の出入り(エンタルピー変化)を正しく評価するため，熱量標準物質を用いて装置を校正しておく必要がある．熱量標準物質としては，温度校正の場合と同様に，高純度の金属又は有機物の融解熱，あるいは無機塩類の結晶転移熱などを用いて，装置の熱量校正が行われる．通例，熱分析用インジウム，熱分析用スズの融解熱などが用いられる．

1.4.　操作条件の記載事項

DTA又はDSC測定を行った場合，その測定条件として，試料量，試料容器の開放・密閉の区別，加熱又は冷却速度，測定温度範囲及び雰囲気ガスの種類と流量などを記録しておく必要がある．

2.　第２法　熱質量測定法(TG)

2.1.　装置

TG装置の構成は，基本的にDTA又はDSC装置と同様である．ただし，検出部は天秤であり，熱天秤と通称され，吊り下げ型，上皿型，水平型がある．熱天秤の所定の位置にセットされた試料を一定の温度制御プログラムに従って加熱しながら，質量の温度又は時間に対する変化を連続的に測定し，記録できるように装置が設計されている．

2.2.　操作法

試料を試料容器に充てんし，熱天秤の所定の位置に設定した後，一定の温度制御プログラムに従って，加熱炉部を加熱し，この温度変化の過程での試料の質量変化を連続的に測定し，記録する．なお，データ処理を含む装置の取扱いは，各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする．

乾燥減量試験法又は水分測定法の別法としてTGを用いる場合，測定は室温から開始し，乾燥又は水分の揮散による質量変化が終了するまでを測定温度範囲とする．加熱速度は，通例，5℃/分を標準的な速度とし，直線的に加熱するが，試料及び測定温度範囲の広さにより，適宜，変更することができる．また，測定中，試料から発生する水その他の揮発性成分を速やかに除去し，あるいは試料の酸化等による化学反応を防ぐため，通例，乾燥空気又は乾燥窒素を一定流量で加熱炉中に流す．得られたTG曲線の質量－温度又は質量－時間曲線を解析し，乾燥に伴う質量変化の絶対値又は採取量に対する相対値(%)を求める．

酸化又は分解反応に伴う質量変化を求めようとする場合，反応の開始と終了後において安定した基線の得られる温度範囲を別途定め，以下，乾燥減量を測定する場合と同様に操作する．

2.3.　装置の校正

2.3.1.　温度校正

TGにおける装置の温度校正は，熱分析用ニッケルなどのキュリー温度を用いて行う．

ただし，DSC又はDTAとの同時測定が可能なTGにおいては，第1法におけると同様な温度校正を行えば，別途，TG装置のための温度校正を行う必要はない．

2.3.2.　目盛り校正と確認

TGにおいては，測定しようとする質量の計量範囲につき，化学はかり用又はセミミクロ化学はかり用分銅を用いて目盛り校正を行うものとし，これを第一次校正とする．この第一次校正は常温常圧下で行うものとし，装置の立ち上げ又は定期点検に際してこれを行うものとする．

試料の測定に際し，測定状態での雰囲気ガスによる浮力及び対流などの質量測定への影響を除くために，シュウ酸カルシウム一水和物標準品を用いて，目盛りの校正又は確認を行うものとし，これを第二次校正とする．第二次校正においては，下記に示す標準的なTG測定条件又は別途設定された測定条件下で，シュウ酸カルシウム一水和物標準品の水分を測定する．測定値と標準品の水分値(保証水分値)のずれが0.3%未満であるとき，装置の正常な作動が確認されたものとする．測定値と標準品の水分値のずれが0.3%以上あるとき，標準品の水分値に基づく目盛り校正を行うものとする．

標準的な測定条件は，次のとおりとする．

シュウ酸カルシウム一水和物標準品の量：10mg
加熱速度：5℃/分
測定温度範囲：室温～250℃
雰囲気ガス：乾燥窒素又は乾燥空気
雰囲気ガスの流量：吊り下げ型又は上皿型天秤では40mL/分，水平型天秤では100mL/分

2.4.　操作条件の記載事項

TG測定を行った場合，その測定条件として，試料量，加熱速度，測定温度範囲，雰囲気ガスの種類と流量などを記録しておく必要がある．

2.53　粘度測定法

粘度測定法は，試料の粘度を粘度計によって測定する方法である．

液体が一定方向に運動し，その流れに垂直な方向に速度の差があるとき，その流れに平行な平面の両側に内部摩擦力が生じる．その性質を粘性という．流れに平行な平面の単位面積当たりの内部摩擦力をずり応力又はせん断応力といい，流れに垂直な方向の速度勾配をずり速度又はせん断速度という．ずり応力がずり速度に比例する液体をニュートン液体といい，その比例定数ηは一定温度においてその液体に固有の定数で，粘度という．その単位は，パスカル秒(Pa･s)を用いるが，通例，ミリパスカル秒(mPa･s)で示す．

また，ずり応力がずり速度に比例しない液体を非ニュートン

液体といい，これらの液体の粘度はずり速度に応じてさまざまに変化することから，みかけの粘度という．この場合，ずり応力をこれに対応するずり速度で除した値がみかけの粘度であり，ずり速度とみかけの粘度の関係が得られれば，これら非ニュートン液体の流動特性を知ることができる．

粘度ηを同温度のその液体の密度で除した値を動粘度νといい，その単位として平方メートル毎秒(m^2/s)を用いるが，通例，平方ミリメートル毎秒(mm^2/s)で示す．

液体の粘度は，次に記載する方法のいずれかにより測定する．

1.　第１法　毛細管粘度計法

この測定法は，ニュートン液体の粘度を測定する方法で，一定体積の液体が，毛細管を通って流下するのに要する時間t(s)を測定し，次式によって動粘度νを算出する．

$$\nu = Kt$$

粘度ηを求めるには，更にその温度における液体の密度ρ(g/mL)を測定し，次式によって算出する．

$$\eta = \nu\ \rho = Kt\rho$$

K(mm^2/s^2)は粘度計の定数で，粘度計校正用標準液を用いてあらかじめ定めておく．水の粘度に近い粘度を測定する粘度計では，標準液として水を用いる．水の動粘度は20℃で1.0038mm^2/sである．比較的高い粘度を測定する粘度計では，標準液として粘度計校正用標準液を用いる．

高分子物質を含む液体の粘度の濃度依存性を測定し，得られた直線の濃度を0に外挿することにより，高分子物質の極限粘度[η](dL/g)を求めることができる．極限粘度は液体(試料溶液)中における高分子の拡がりの度合いを示すものであり，分子量の目安ともなる．極限粘度は，濃度c(g/dL)の試料溶液の流下時間t及び溶媒の流下時間t_0の測定値から次式により算出する．

$$[\eta] = \lim_{c\to 0}\frac{\left(\frac{t}{t_0}\right)-1}{c} \quad 又は [\eta] = \lim_{c\to 0}\frac{\ln\frac{t}{t_0}}{c}$$

ただし，$\{(t/t_0)-1\}/c$ の濃度依存性があまり大きくない場合，医薬品各条で規定された試料濃度について得られた$\{(t/t_0)-1\}/c$の値を極限粘度とすることができる．

次の装置及び操作法を用いて流下時間を測定する．

1.1.　装置

1～100000mm^2/sの液体の動粘度の測定には，図2.53－1に示すウベローデ型粘度計を用いる．毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲とのおよその関係を表2.53－1に示す．

なお，この表に示した以外の粘度計を用いることができるが，その場合，毛細管の内径として，試料溶液の流下時間が200～1000秒になるような粘度計を選ぶ．

1.2.　操作法

試料溶液を管1から静かに入れ，粘度計を垂直に静置したとき，試料溶液の液面が球Aの二つの標線の間にくるようにする．この粘度計を，医薬品各条に規定する温度(±0.1℃)の恒温槽中に，球Cが水の中に没するまで入れ，垂直に保持し，試料溶液が規定の温度になるまで約20分間放置する．管3を指で閉じて空気の泡が管2中に入らないようにし，管2の上端から弱く吸引して液面を球Cの中心部まで引き上げた後，吸引をやめ，

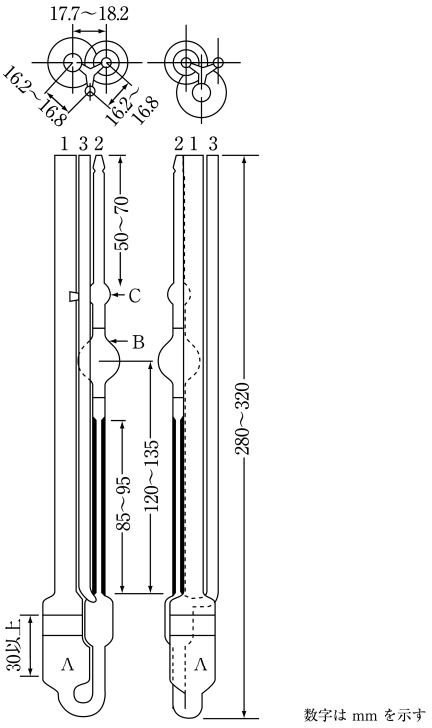


図2.53－1　毛細管粘度計の概略図

表2.53－1　ウベローデ型粘度計の規格

粘度計の概略の定数(K)(mm^2/s^2)	毛細管の内径(mm)[許容差：±10%]	球Bの容量(mL)[許容差:±10%]	動粘度の測定範囲(mm^2/s)
0.005	0.46	3.0	1 ～ 5
0.01	0.58	4.0	2 ～ 10
0.03	0.73	4.0	6 ～ 30
0.05	0.88	4.0	10 ～ 50
0.1	1.03	4.0	20 ～ 100
0.3	1.36	4.0	60 ～ 300
0.5	1.55	4.0	100 ～ 500
1.0	1.83	4.0	200 ～ 1000
3.0	2.43	4.0	600 ～ 3000
5.0	2.75	4.0	1000 ～ 5000
10.0	3.27	4.0	2000 ～ 10000
30.0	4.32	4.0	6000 ～ 30000
50.0	5.20	5.0	10000 ～ 50000
100	6.25	5.0	20000 ～ 100000

管3の管口を開き，直ちに管2の管口を閉じる．毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後，管2の管口を開き，液面が球Bの上の標線から下の標線まで流下するのに要する時間t(s)を測定する．

Kの値は，あらかじめ，粘度計校正用標準液で同様な実験を行って定めておく．ただし，このときの温度は，医薬品各条で規定された温度に合わせる必要がある．

2.　第２法　回転粘度計法

この測定法は，ニュートン液体あるいは非ニュートン液体に対して適用する方法であり，液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力(トルク)をバネのねじれ度で検出し，粘度に換算する原理等を応用した測定法である．

次の装置及び操作法を用いて粘度を測定する．

2.1.　装置

粘度測定は次のいずれかの装置による．

2.1.1.　共軸二重円筒形回転粘度計(クェット型粘度計)

共軸二重円筒形回転粘度計は，同一中心軸を持つ外筒及び内筒のすきまに液体を満たし，内筒又は外筒を回転させるとき，液体を介して円筒間に伝わるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である．

図2.53－2aに示すように，内筒をねじり定数kの針金で吊る．内筒及び外筒の半径をそれぞれR_i，R_oとし，内筒が液体に浸る部分の長さをlとする．外筒中に液体を入れ，一定の角速度ωで回転させるとき，液体の粘性のために内筒も回転を始めるが，針金にトルクTが生じるため，内筒はθだけ回転して釣り合う．このとき$T=k\theta$であり，ωとθとの関係を測定することにより，液体の粘度ηを次式によって算出する．内筒を回転させた場合にも，同様の式が成り立つ．

$$\eta=\frac{100T}{4\pi l\omega}\left(\frac{1}{R_i^2}-\frac{1}{R_o^2}\right)$$

η：液体の粘度(mPa･s)
π：円周率
l：円筒(内筒)の長さ(cm)
ω：角速度(rad/s)
T：円筒面に作用するトルク(10^{-7}N･m)
R_i：内筒の外径の1／2(cm)
R_o：外筒の内径の1／2(cm)

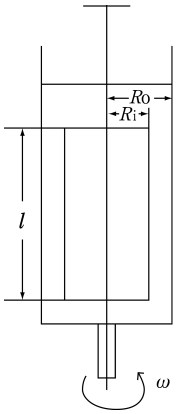


図2.53－2a　共軸二重円筒形回転粘度計

2.1.2　単一円筒形回転粘度計(ブルックフィールド型粘度計)

単一円筒形回転粘度計は，液体中の円筒を一定角速度で回転させたときのトルクを測定する粘度計である．装置の概略を図2.53－2bに示す．あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて実験的に装置定数K_Bを定めることにより，液体の粘度ηを次式によって算出する．

$$\eta=K_B\frac{T}{\omega}$$

η：液体の粘度(mPa･s)
K_B：装置定数(rad/cm^3)
ω：角速度(rad/s)
T：円筒面に作用するトルク(10^{-7}N･m)

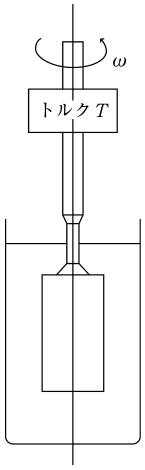


図2.53－2b　単一円筒形回転粘度計

2.1.3.　円すい－平板形回転粘度計(コーンプレート型粘度計)

円すい－平板形回転粘度計は，同一回転軸を持つ平円板及び頂角の大きい円すいの隙間に液体を挟んで，一方を回転させ，他方の受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である．装置の概略は図2.53－2cに示す．

円すいと平円板の角度αの隙間に液体を入れ，円すい又は平円板を一定の角速度若しくは一定のトルクで回転させ，定常状態に達したときの平円板又は円すいが受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定することにより，液体の粘度ηを次式によって算出する．

$$\eta=\frac{3\alpha}{2\pi R^3}\cdot\frac{100T}{\omega}$$

η：液体の粘度(mPa･s)
π：円周率
R：円すいの半径(cm)
α：平円板と円すいとがなす角度(rad)
ω：角速度(rad/s)
T：平円板又は円すい面に作用するトルク(10^{-7}N･m)

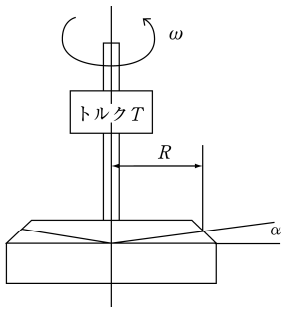


図2.53－2c　円すい－平板形回転粘度計

2.2.　操作法

粘度計は，その回転軸が水平面に対し垂直になるように設置する．測定に必要な量の試料溶液を装置に充てんした後，医薬品各条に規定する温度になるまで放置する．粘度の測定精度を1%以内とする必要がある場合，測定系の温度制御は±0.1℃以内に保つ必要がある．次に，試料溶液が，規定の温度にあることを確認した後，装置を作動させる．回転が定常状態に達し，回転数又はトルクに対応する粘度計の指示目盛が安定した後，指示値を読み取り，各々の装置に対応した計算式を用いて粘度

ηを算出する．また，あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて測定を行い，装置定数の決定又は確認及び操作法の妥当性の確認を行う．

なお，非ニュートン液体の場合，一定の回転速度又は一定のトルクを負荷してみかけの粘度を得る操作を，回転速度又はトルクを変えながら繰り返し，これら一連の測定から試料溶液のずり速度とずり応力の関係(流動曲線)を得る．

粘度計の校正は，水及び粘度計校正用標準液を用いて行う．これらは，回転粘度計の装置定数を決定又は確認するために用いる．また，粘度計の定期的な校正に用い，規定された測定精度が確保されていることを確認する．

2.54　pH測定法

pHは，水溶液中の水素イオン濃度の値に活動度係数を乗じた値，すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され，実用的には，試料溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる．

試料溶液のpHは，標準溶液のpH(pH_S)と関連づけて次の式で表され，ガラス電極を用いてpH計により測定される．

$$pH = pH_S + \frac{E - E_S}{2.3026RT/F}$$

pH_S：pH標準液のpH

E：試料溶液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力(V)で，電池の構成は次に示される．

ガラス電極｜試料溶液｜参照電極

E_S：pH標準液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力(V)で，電池の構成は次に示される．

ガラス電極｜pH標準液｜参照電極

R：気体定数

T：熱力学的温度

F：ファラデー定数

式中の$2.3026RT/F$は，単位pH当たりの起電力(V)の大きさを表し，表2.54－1に示すような温度依存性がある．

表2.54－1　起電力の温度依存性

液温(℃)	$2.3026RT/F$(V)	液温(℃)	$2.3026RT/F$(V)
5	0.05519	35	0.06114
10	0.05618	40	0.06213
15	0.05717	45	0.06313
20	0.05817	50	0.06412
25	0.05916	55	0.06511
30	0.06015	60	0.06610

1.　pH標準液

pH標準液はpHの基準として用いる．pH標準液の調製には，蒸留した水又は導電率2μS/cm(25℃)以下及び有機体炭素0.50mg/L以下の水を15分間以上煮沸した後，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けて冷却した水を用いる．表2.54－2に示す6種類のpH標準液を定めるが，それぞれのpH標準液は，規定された方法により調製する．

これらのpH標準液の各温度におけるpH値を表2.54－2に示す．この表にない温度のpH値は表の値から内挿法により求める．

表2.54－2　6種のpH標準液のpHの温度依存性

温度(℃)	シュウ酸塩pH標準液	フタル酸塩pH標準液	リン酸塩pH標準液	ホウ酸塩pH標準液	炭酸塩pH標準液	水酸化カルシウムpH標準液
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07		11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01		11.70
60	1.73	4.10	6.84	8.96		11.45

これらのpH標準液は，硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶中に密閉して保存する．なお，塩基性のpH標準液の保存には，二酸化炭素吸収管を付けての保存が有効である．また，長期間の保存によってpH値が変化することがあるので，調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して，pH値が同一であることを確認してから使用する必要がある．

(ⅰ)　シュウ酸塩pH標準液：pH測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物を粉末とし，デシケーター(シリカゲル)で乾燥した後，その12.71g(0.05mol)を正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．

(ⅱ)　フタル酸塩pH標準液：pH測定用フタル酸水素カリウムを粉末とし，110℃で恒量になるまで乾燥し，その10.21g(0.05mol)を正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．

(ⅲ)　リン酸塩pH標準液：pH測定用リン酸二水素カリウムを粉末とし，110℃で恒量になるまで乾燥したもの3.40g(0.025mol)及びpH測定用リン酸水素二ナトリウムを粉末とし，110℃で恒量になるまで乾燥したもの3.55g(0.025mol)を正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．

(ⅳ)　ホウ酸塩pH標準液：pH測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物をデシケーター(臭化ナトリウム飽和溶液)中に放置し，恒量とした後，その3.81g(0.01mol)を正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．

(ⅴ)　炭酸塩pH標準液：pH測定用炭酸水素ナトリウムをデシケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥したもの2.10g(0.025mol)及びpH測定用炭酸ナトリウムを300～500℃で恒量になるまで乾燥したもの2.65g(0.025mol)を正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．

(ⅵ)　水酸化カルシウムpH標準液：pH測定用水酸化カルシウムを粉末とし，その5gをフラスコにとり，水1000mLを加え，よく振り混ぜ，23～27℃とし，十分に飽和した後，その温度で上澄液をろ過し，澄明なろ液(約0.02mol/L)を用いる．

2.　装置

pH計は，通例，ガラス電極及び参照電極からなる検出部，検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示する指示部からなる．指示部には，ゼロ校正用つまみ及びスパン(感度)校正用つまみがある．その他，装置によっては温度補償用つまみなどを備えたものがある．

pH計は，次の操作法に従い，任意の1種類のpH標準液のpHを，毎回検出部を水でよく洗った後，5回繰り返し測定すると

き，pHの指示値の再現性が±0.05以内のものを用いる．

3.　操作法

ガラス電極は，あらかじめ水に数時間以上浸しておく．pH計に電源を入れ，装置が安定したことを確認した後，使用する．検出部をよく水で洗い，付着した水はろ紙などで軽くふきとる．

pH計の校正は，2種類のpH標準液を用いて，通例，次のように行う．電極をリン酸塩pH標準液に浸し，ゼロ校正用つまみを用いて表に掲げたpHに一致させる．次に，予想される試料溶液のpH値を挟むようなpH値をもつpH標準液を第二の標準液として，同様の条件でそのpHを測定する．得られたpHが表に掲げたpHに一致しないとき，スパン校正用つまみを用いて，規定のpHに一致させる．二つのpH標準液のpHが，調整操作なしに規定されたpH値に±0.05以内で一致するまで同様の操作を繰り返す．なお，温度補償用つまみがある装置を用いる場合，目盛値をpH標準液の温度に合わせた後，校正を行う．

なお，自動化された装置において，以上の操作を自動的に行う機能を有している場合，二つのpH標準液のpHが，規定されたpH値に±0.05以内で一致することを定期的に確認する必要がある．

装置の校正が終了した後，検出部をよく水で洗い，付着した水はろ紙などで軽くふきとる．検出部を試料溶液に浸し，安定な指示値を与えていることを確認した後，その値を読み取る．測定に当たり，必要ならば，試料溶液を緩やかにかき混ぜることができる．

なお，試料溶液の温度は，校正に用いたpH標準液の温度と等しくさせる必要がある(±2℃以内)．また，試料溶液がアルカリ性であるとき，必要ならば，測定用の容器はふた付きのものを用い，窒素などの不活性ガス気流中で測定を行う．また，pH11以上で，アルカリ金属イオンを含む液は誤差が大きいので，アルカリ誤差の少ない電極を用い，更に必要な補正をする．

4.　注意

pH計の構造及び操作法の細部はそれぞれのpH計によって異なる．

2.55　ビタミンA定量法

ビタミンA定量法は，「レチノール酢酸エステル」，「レチノールパルミチン酸エステル」，「ビタミンA油」，「肝油」及びその他の製剤中のビタミンAを定量する方法である．第1法は，合成のエステル型ビタミンAの定量法として用いられるものであり，紫外可視吸光度測定法(第1法－1)又は液体クロマトグラフィー(第1法－2)が適用される．第2法は，通例，多数の幾何異性体を含む天然のビタミンAの定量法として用いられるものであり，アルカリ溶液中でけん化・抽出後，アルコール型ビタミンAとして紫外可視吸光度測定法により測定する．

ビタミンA 1単位(ビタミンA 1国際単位と同じ)はアルコール型ビタミンA 0.300μgに相当する．

1.　操作法

操作は速やかに行い，光，空気，酸化剤，酸化触媒(例えば，銅，鉄)，酸類及び熱に曝すことを避ける．また，必要ならば，着色容器を用いることができる．

通例，合成のエステル型ビタミンAに対しては，第1法－1又は第1法－2を用いるが，天然のビタミンA又は第1法－1で測定できる条件に適合しないエステル型ビタミンA等には第2法を用いる．

1.1.　第１法－１

試料約0.1gを精密に量り，ビタミンA定量用2－プロパノールに溶かし，正確に50mLとする．この液につき，1mL中にビタミンA 10～15単位となるようにビタミンA定量用2－プロパノールを用いて正確に希釈して試料溶液とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．波長220～400nmの範囲で吸収スペクトルを測定し，吸収極大の波長を求める．また，波長300nm，310nm，320nm，326nm，330nm，340nm及び350nmにおける吸光度を測定し，波長326nmの吸光度(A_{326})に対する各波長における吸光度($A_{\lambda i}$)の比，$A_{\lambda i}/A_{326}$を求める．

吸収極大波長が325～328nmの範囲にあり，各波長における吸光度の比($A_{\lambda i}/A_{326}$)が，それぞれ表2.55－1に示した値の±0.030の範囲内にあるとき，次式を用いて試料1g中のビタミンA単位を算出する．

$$1\text{g中のビタミンA単位数}=\frac{A_{326}}{M}\times\frac{V}{100}\times1900$$

A_{326}：波長326nmにおける吸光度
V：調製した試料溶液の体積(mL)
M：試料溶液V mL中の試料量(g)
1900：エステル型レチノールの比吸光度の国際単位への変換係数(単位/g)

なお，本法は合成のエステル型ビタミンA(レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステル)を主成分とする原薬又は製剤の定量法として用いるが，吸収極大波長が325～328nmの範囲にないとき，又はそれぞれのエステル型ビタミンAの吸光度比($A_{\lambda i}/A_{326}$)が表2.55－1に示した値の±0.030の範囲内にないときには第2法を用いる．

表2.55－1　レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステルの吸光度比，$A_{\lambda i}/A_{326}$

λ_i(nm)	$A_{\lambda i}/A_{326}$	
	レチノール酢酸エステル	レチノールパルミチン酸エステル
300	0.578	0.590
310	0.815	0.825
320	0.948	0.950
330	0.972	0.981
340	0.786	0.795
350	0.523	0.527

1.2.　第１法－２

適量の試料をとり，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．

ただし，レチノール酢酸エステルの定量にはレチノール酢酸エステル標準品を，レチノールパルミチン酸エステルの定量にはレチノールパルミチン酸エステル標準品をそれぞれ用いる．また，本法による操作手順，試験条件及びシステム適合性は，分析対象となる試料の特性，共存物質の種類と量，いずれのエステル型ビタミンAを定量しようとするのか等に応じて，適切に設定する．

1.3.　第２法

別に規定するもののほか，ビタミンA 500単位以上に相当し，

油脂1g以下を含む試料を精密に量り，フラスコに入れ，無アルデヒドエタノール30mL及びピロガロールのエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加える．次に水酸化カリウム溶液(9→10)3mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱し，けん化する．速やかに常温まで冷却し，水30mLを加え，分液漏斗Aに移し，フラスコは水10mL，次いでジエチルエーテル40mLで洗い，洗液を分液漏斗Aに入れ，よく振り混ぜて放置する．水層を分液漏斗Bに分取し，ジエチルエーテル30mLでフラスコを洗った後，洗液を分液漏斗Bに入れ，振り混ぜて抽出する．水層はフラスコに分取し，ジエチルエーテル層は分液漏斗Aに合わせ，分取した水層は分液漏斗Bに入れ，ジエチルエーテル30mLを加え，振り混ぜて抽出する．ジエチルエーテル層は分液漏斗Aに合わせる．これに水10mLを加え，静かに2～3回倒立した後，静置し，分離した水層を除く．更に水50mLずつで3回洗い，回の進むにつれて次第に強く振る．更に洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水50mLずつで洗った後，10分間放置する．水をできるだけ除き，ジエチルエーテル抽出液を三角フラスコに移し，ジエチルエーテル10mLずつで2回洗い込む．次に無水硫酸ナトリウム5gを加えて振り混ぜた後，傾斜してジエチルエーテル抽出液をナス型フラスコに移す．残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル10mLずつで2回以上洗い，洗液をフラスコに合わせる．ジエチルエーテル抽出液を45℃の水浴中で振り動かしながら，アスピレーターを用い，濃縮して約1mLとし，直ちにビタミンA定量用2－プロパノールを加えて溶かし，1mL中にビタミンA 6～10単位となるように正確に薄め，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長310nm，325nm及び334nmにおける吸光度A_{310}，A_{325}及びA_{334}をそれぞれ測定する．

$$1\text{g中のビタミンA単位数}=\frac{A_{325}}{M}\times\frac{V}{100}\times f\times 1830$$

$$f=6.815-2.555\times\frac{A_{310}}{A_{325}}-4.260\times\frac{A_{334}}{A_{325}}$$

A_{325}：波長325nmにおける吸光度
V：調製した試料溶液の体積(mL)
M：試料溶液V mL中の試料量(g)
f：補正係数
1830：アルコール型レチノールの比吸光度の国際単位への変換係数(単位/g)

2.56　比重及び密度測定法

密度ρ (g/mL又はg/cm^3)とは物質の単位体積当たりの質量であり，比重dとは，ある体積を有する物質の質量とそれと等体積の標準物質の質量との比であり，相対密度ともいう．

比重$d_t^{t'}$とは，試料と水(H_2O)とのそれぞれの温度t'℃及びt℃における等体積の質量の比をいう．別に規定するもののほか，測定には第1法，第2法又は第4法を用い，数値に「約」を付記してあるときは第3法を用いてもよい．

1.　第１法　比重瓶による測定法

比重瓶は，通例，内容10～100mLのガラス製容器で，温度計付きのすり合わせの栓と標線及びすり合わせのふたのある側管とがある．あらかじめ清浄にし，乾燥した比重瓶の質量Mを量る．次に栓及びふたを除き，試料を満たして規定温度t'℃より1～3℃低くし，泡が残らないように注意して栓をする．徐々に温度を上げ，温度計が規定温度を示したとき，標線の上部の試料を側管から除き，側管にふたをし，外部をよくふいた後，質量M_1を量る．同じ比重瓶で水を用いて同様に操作し，その規定温度t℃における質量M_2を量り，次の式より比重$d_t^{t'}$を求める．

$$d_t^{t'}=\frac{M_1-M}{M_2-M}$$

また，試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき($t'=t$)，温度t'℃における試料の密度$\rho_T^{t'}$を表2.56－1に示した温度t'℃における水の密度$\rho_{S1}^{t'}$及び測定された比重$d_t^{t'}$を用いて，次の式より計算することができる．

$$\rho_T^{t'}=\rho_{S1}^{t'}\,d_t^{t'}$$

表2.56－1　水の密度

温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)
0	0.99984						
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259
10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565	40	0.99222

2.　第２法　シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターによる測定法

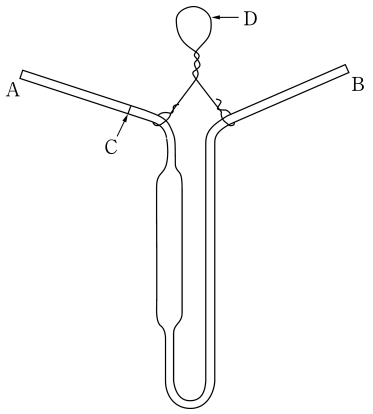


図2.56－1　シュプレンゲル・オストワルドピクノメーター

シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターは，通例，内容1～10mLのガラス製容器で，図2.56－1のように両端は肉厚細管(内径1～1.5mm，外径3～4mm)となっており，一方の細管Aには標線Cがある．あらかじめ清浄にし，乾燥したピクノメーターを白金又はアルミニウムなどの線Dで化学はかりの腕のかぎにかけて質量Mを量る．次に規定温度より3～5℃低い試料中に細管Bを浸す．Aにはゴム管又はすり合わせの細管を付け，泡が入らないように注意し，試料をCの上まで吸い上げる．次に規定温度t'℃の水浴中に約15分間浸した後，Bの端に

ろ紙片を当て，試料の先端をCに一致させる．水浴から取り出し，外部をよくふいた後，質量M_1を量る．同じピクノメーターで水を用いて同様に操作し，その規定温度t℃における質量M_2を量る．第1法の式により比重$d_t^{t'}$を計算する．

また，試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき($t'=t$)，第1法の式により温度t'℃における試料の密度$\rho_T^{t'}$を計算することができる．

3.　第３法　浮きばかりによる測定法

浮きばかりをエタノール(95)又はジエチルエーテルで清浄にした後，試料をガラス棒でよくかき混ぜ，浮きばかりを入れ，それを規定された温度t'℃にし，静止したとき，メニスカスの上縁で比重$d_t^{t'}$又は密度$\rho_T^{t'}$を読む．ただし，温度t℃はメニスカスが検定されたときの温度を示す．なお，読み方が表示してある浮きばかりでは，その方法に従う．また，試料の測定が行われた温度t'℃がメニスカスが検定されたときの温度に等しいとき($t'=t$)，第1法の式を用いて比重$d_t^{t'}$より温度t'℃における試料の密度$\rho_T^{t'}$を計算することができる．

4.　第４法　振動式密度計による測定法

振動式密度計による密度の測定は，液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期T (s)を測定することにより，試料の密度を求める方法である．密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき，試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する．試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば，そのときの固有振動周期の2乗と試料の密度との間には直線関係が成立する．

本法によって試料の密度を測定するためには，あらかじめ，規定温度t'℃において2種類の標準物質(密度ρ_{S1}，ρ_{S2})につき，それぞれの固有振動周期T_{S1}及びT_{S2}を測定し，試料セル定数$K_{t'}$(g･cm^{-3}s^{-2})を次式より定めておく必要がある．

$$K_{t'}=\frac{\rho_{S1}^{t'}-\rho_{S2}^{t'}}{T_{S1}^2-T_{S2}^2}$$

通例，標準物質として水及び乾燥空気が用いられる．温度t'℃における水の密度$\rho_{S1}^{t'}$は表2.56－1より求め，乾燥空気の密度$\rho_{S2}^{t'}$は次式より計算する．ただし，乾燥空気の気圧をp kPaとする．

$$\rho_{S2}^{t'}=0.0012932\times\{273.15/(273.15+t')\}\times(p/101.325)$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し，同様にして試料の固有振動周期T_Tを測定すれば，先に求めた標準物質の固有振動周期T_{S1}及び規定温度t'℃における水の密度$\rho_{S1}^{t'}$を用い，次式より試料の密度$\rho_T^{t'}$を求めることができる．

$$\rho_T^{t'}=\rho_{S1}^{t'}+K_{t'}(T_T^2-T_{S1}^2)$$

温度t℃の水に対する試料の比重$d_t^{t'}$は，表2.56－1に示した温度t℃の水の密度ρ_{S1}^{t}を用いて次式より求められる．

$$d_t^{t'}=\frac{\rho_T^{t'}}{\rho_{S1}^{t}}$$

4.1.　装置

振動式密度計は，通例，内容積約1mLの管状でその一端を固定したガラス製の試料セル，試料セルに初期振動を与える発振器，固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される．

振動式密度計の試料セル室周辺の構造を図2.56－2に示す．

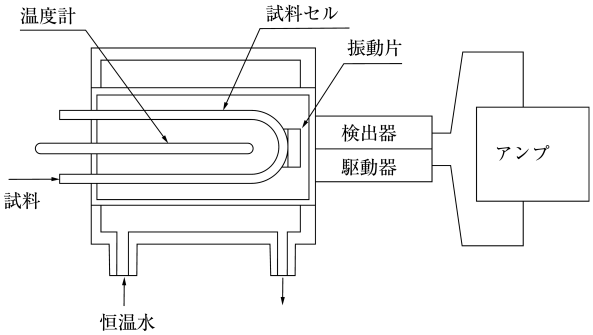


図2.56－2　振動式密度計

4.2.　操作法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度t'℃にあらかじめ調整しておく．試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後，乾燥空気を通気して十分に乾燥する．乾燥空気の流れを止め，一定温度が保持されていることを確認した後，乾燥空気の与える固有振動周期T_{S2}を測定する．別に，測定場所の大気圧p kPaを測定しておく．次に試料セルに水を導入し，水の与える固有振動周期T_{S1}を測定する．水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数$K_{t'}$を定める．

次に試料セル中に試料を導入し，一定温度が保持されていることを確認した後，試料の与える固有振動周期T_Tを測定する．水及び試料の固有振動周期，水の密度$\rho_{S1}^{t'}$及び試料セル定数$K_{t'}$より，試料の密度$\rho_T^{t'}$を求める．また，必要があれば，温度t ℃の水に対する試料の比重$d_t^{t'}$は，表2.56－1に示した水の密度ρ_{S1}^{t}を用いて計算される．

なお，試料セル中に試料又は水を導入するとき，気泡が入らないよう注意する必要がある．

2.57　沸点測定法及び蒸留試験法

沸点の測定及び蒸留試験は，別に規定するもののほか，次の第1法又は第2法による．沸点は，最初の留液5滴が冷却器の先端から留出したときから，最後の液がフラスコの底部から蒸発するときまでの温度とする．また，蒸留試験は規定の温度範囲の留分の容量を量るものである．

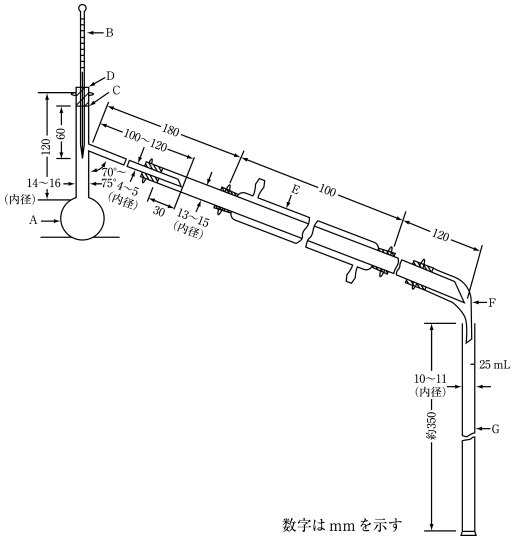
1.　第１法　規定の温度範囲が5℃未満のとき

1.1.　装置

図2.57－1に示すものを用いる．

1.2.　操作法

あらかじめ液温を測定した試料25mLを0.1mLの目盛りのあるメスシリンダーGを用いて量り，内容50～60mLの蒸留フラスコAに入れ，このメスシリンダーを洗わずに受器とし，Aに沸騰石を入れ，浸線付温度計Bは浸線Cがコルク栓Dの下端にくるように，また，水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け，Aに冷却器Ｅを連結し，Eにはアダプター Fを接続し，Fの先端は受器のメスシリンダーGの口にわずかに空気が流通するようにしてさし込む．Aを覆う高さの風よけを付け，適当な熱源を用いてAを加熱する．ただし，直火で加熱するときは，Aを耐熱性断熱材料の板[150mm×150mm，厚さ約6mmの耐熱性断熱材料製の板(又は150mm×150mmの金網に厚さ約6mmの耐熱性断熱材料を固着したもの)の中央に直径30mmの



A：蒸留フラスコ
B：浸線付温度計
C：浸線
D：コルク栓
E：冷却器
F：アダプター
G：メスシリンダー(25mL，0.1mL目盛りのあるもの)

図2.57－1

円形の穴をあけたもの]の穴にのせて加熱する．

別に規定するもののほか，測定温度200℃未満のものは1分間4～5mL，200℃以上のものは1分間3～4mLの留出速度で蒸留し，沸点を読み取り，また，蒸留試験では留液の温度を初めの試料の液温と等しくし，留分の容量を量る．

80℃以下で蒸留し始める液では，あらかじめ試料を10～15℃に冷却してその容量を量り，蒸留中はメスシリンダーの上部から25mm以下を氷冷する．

気圧に対する温度の補正は0.36kPaにつき0.1℃とし，気圧101.3kPa未満のときはこれを加え，101.3kPaを超えるときはこれを減じる．

2.　第２法　規定の温度範囲が5℃以上のとき

2.1.　装置

第1法と同様の装置を用いる．ただし，蒸留フラスコAは内容200mL，首の内径18～24mmで内径5～6mmの留出管が付いているものを用いる．また，直火で加熱するとき用いる耐熱性断熱材料製の板は中央部に直径50mmの円形の穴をあけたものとする．

2.2.　操作法

あらかじめ液温を測定した試料100mLを1mLの目盛りのあるメスシリンダーを用いて量り，第1法と同様に操作する．

2.58　粉末Ｘ線回折測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

◆粉末X線回折測定法は，粉末試料にX線を照射し，その物質中の電子を強制振動させることにより生じる干渉性散乱X線による回折強度を，各回折角について測定する方法である．◆

化合物のすべての結晶相は特徴的なX線回折パターンを示す．X線回折パターンは，微結晶又はある程度の大きさの結晶片からなる無配向化した結晶性粉末から得られる．単位格子の種類と大きさに依存した回折線の角度，主として原子の種類と配列並びに試料中の粒子配向に依存した回折線の強度，及び測定装置の解像力と微結晶の大きさ，歪み及び試料の厚さに依存した回折線の形状の3種類の情報が，通例，X線回折パターンから得られる．

回折線の角度及び強度の測定は，結晶物質の結晶相の同定などの定性的及び定量的な相分析に用いられる．また，非晶質と結晶の割合の評価も可能である[1)]．粉末X線回折測定法は，他の分析試験方法と比べ，非破壊的な測定法である(試料調製は，試料の無配向を保証するための粉砕に限られる)．粉末X線回折測定は，低温・低湿又は高温・高湿のような特別な条件においても可能である．

1.　原理

X線回折はX線と原子の電子雲との間の相互作用の結果生じる．原子配列に依存して，散乱X線に干渉が生じる．干渉は回折した二つのX線波の行路差が波長の整数倍異なる場合に強められる．この選択的条件はブラッグの法則と呼ばれ，ブラッグの式(次式)により表される(図2.58－1)．

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl}=n\lambda$$

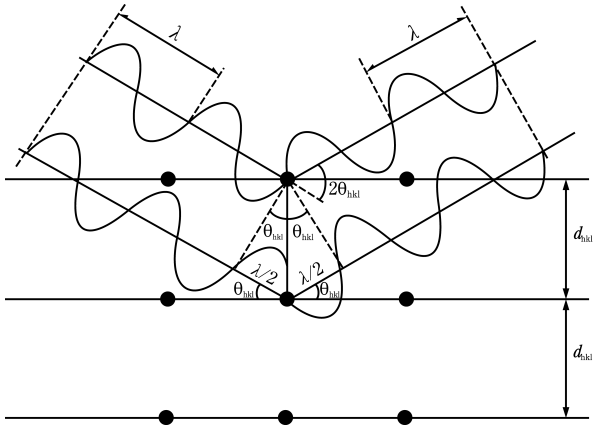


図2.58－1　ブラッグの法則に基づいた結晶によるX線回折

X線の波長λは，通例，連続する結晶格子面間の距離又は面間隔d_{hkl}と同程度の大きさである．θ_{hkl}は入射X線と格子面群との間の角度であり，$\sin\theta_{hkl}$は連続する結晶格子面間の距離又は面間隔d_{hkl}と反比例の関係となる．

単位格子軸に関連して，格子面の方向と間隔はミラー指数(hkl)により規定される．これらの指数は，結晶面が単位格子軸と作る切片の逆数の最も小さい整数である．単位格子の大きさは，軸長a，b，cとそれぞれの軸間の角度α，β，γにより与えられる．特定の平行なhkl面の組の格子面間隔はd_{hkl}により表される．それぞれの格子面の同系列の面は$1/n$(nは整数)の面間隔を持ち，nh，nk，nl面による高次の回折を示す．結晶のあらゆる組の格子面は，特定のλに対応するブラッグ回折角θ_{hkl}を有する．

粉末試料は多結晶であり，いずれの角度θ_{hkl}においてもブラッグの法則で示される回折が可能となる方向を向いている微結晶が存在する[2)]．一定の波長のX線に対して，回折ピーク(回折

線，反射又はブラッグ反射とも呼ばれる)の位置は結晶格子(d－間隔)の特性を示し，それらの理論的強度は結晶学的な単位格子の内容(原子の種類と位置)に依存し，回折線形状は結晶格子の完全性や結晶の大きさに依存する．これらの条件の下で，回折ピーク強度は，原子配列，原子の種類，熱運動及び構造の不完全性や測定装置特性などにより決められる．回折強度は構造因子，温度因子，結晶化度，偏光因子，多重度因子，ローレンツ因子などの多くの因子に依存する．回折パターンの主要な特徴は，2θの位置，ピーク高さ，ピーク面積及びピーク形状(例えば，ピークの幅や非対称性，あるいは解析関数や経験的な表現法などにより示される)である．ある物質の異なる五つの固体相で認められた粉末X線パターンの例を図2.58－2に示す．

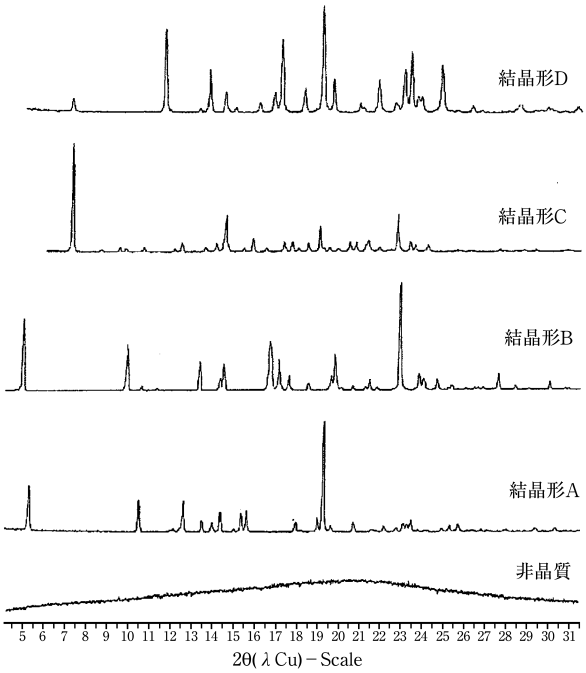


図2.58－2　ある物質の五つの異なる固体相で認められた粉末X線パターン(強度は規格化してある)

粉末X線回折測定では回折ピークに加えてある程度のバックグラウンドが発生し，ピークに重なって観察される．試料調製方法に加え，試料ホルダーなど装置及び空気による散漫散乱や，検出器のノイズ，X線管から発生する連続X線など，装置側の要因もバックグラウンドの原因となる．バックグラウンドを最小限にし，照射時間を延長することによってピーク対バックグラウンド比を増加させることができる．

2.　装置

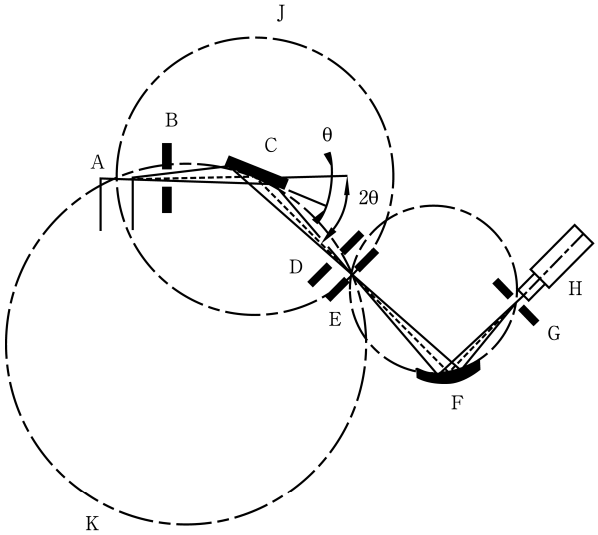
2.1.　装置の構成

粉末X線回折測定は，通例，粉末回折計か粉末カメラを用いる．粉末回折計は，一般的に五つの主要な部分から構成されている．それらはX線源，ビームの単色化，平行化や集束のための入射光に関わる光学系，ゴニオメーター，ビームの平行化や集束のための回折光にかかわる光学系及び検出器から構成される．別にX線回折測定装置には，通例，データの収集及びデータ処理システムが必要であり，これらは装備されている．

相の同定，定量分析，格子パラメーターの測定など，分析目的に応じて，装置の異なる配置や性能レベルが必要となる．粉末回折パターンを測定するための最も簡単な装置は粉末カメラである．通例，写真フィルムにより検出するが，光子検出器が組み込まれたブラッグ－ブレンターノ擬似集中法光学系が開発されている．ブラッグ－ブレンターノ集中法光学系は現在広く使用されているので，以下に簡潔に記載する．

装置の配置は，水平又は垂直なθ／2θの配置，若しくは垂直なθ／θの配置とすることができる．いずれの配置においても，入射X線ビームは試料面とθの角度をなし，回折X線ビームは試料面とはθの角度をなすが，入射X線ビームの方向とは2θの角度をなす．基本配置を図2.58－3に示す．X線管から放射された発散ビーム(一次ビーム)は平行板コリメーターと発散スリットを通過し，平らな試料面に入射する．試料中の適切に配向している微結晶により，2θの角度に回折されたすべてのX線は，受光スリットの一本の線に集束する．二組目の平行板コリメーターと散乱スリットは，受光スリットの前か後のいずれかに設置される．X線管の線焦点軸と受光スリット軸はゴニオメーター軸から等距離に設定される．X線強度は，通例，シンチレーション計数管，密閉ガス比例計数管又はイメージングプレート，若しくはCCD検出器のような二次元半導体検出器により求められる．受光スリットと検出器は組み合わされており，焦点円の接線方向に動く．θ／2θ走査では，ゴニオメーターは試料と検出器を同軸方向に回転させるが，試料は検出器の半分の回転速度で回転する．試料面は焦点円の接線方向と同一となる．平行板コリメーターはビームの軸方向発散を制限し，回折線の形状に部分的に影響を与える．

回折計は透過配置でも使用できる．この方法の利点は選択配向の影響を抑えられることである．約0.5～2mm径のキャピラリーが微量試料の測定に使用される．



A：X線管
B：発散スリット
C：試料
D：反拡散スリット
E：受光スリット
F：モノクロメーター
G：検出器側受光スリット
H：検出器
J：回折計円
K：焦点円

図2.58－3　ブラッグ－ブレンターノ集中法光学系の配置図

2.2. X線放射

実験室では，X線は熱電子効果により放出された電子を高電圧による強い電場で加速し金属陽極に衝撃を与えることによって得られる．電子の多くの運動エネルギーは熱に変換されるため，X線管の機能を保持させるためには，陽極の十分な冷却が必要となる．回転対陰極や最適化されたX線光学系を用いると，20～30倍の輝度が得られる．もう一つの方法として，X線フォトンはシンクロトロンのような大規模施設においても発生される．

高電圧で作動しているX線管から発生するX線のスペクトルは，多色放射の連続的なスペクトル(バックグラウンド)と陽極の種類によって決まる特性X線からなり，X線回折測定には，特性X線だけが用いられる．X線回折に用いられる主な放射線源には，銅，モリブデン，鉄，コバルト，クロムを陽極とする真空管が用いられる．有機物のX線回折測定においては，通例，銅，モリブデン，コバルトのX線が用いられる(コバルト陽極は，X線ピークの明確な分離に適している)．使用するX線の選定は，試料の吸収特性と試料中に存在する原子由来の蛍光発光の可能性も考慮して行う．粉末X線回折に使用するX線は，通例，陰極から発生するK_α線である．したがって，発生したX線からK_α線以外のすべての成分を除去し，X線ビームを単色化しなければならない．単色化は，通例，X線管より放出されるK_α線及びK_β線の波長の間に吸収端を有する金属フィルターをK_βフィルターとして用いて行われる．フィルターは，通例，単色X線管と試料の間に置かれる．単色X線ビームを得るより一般的な方法としては，大きなモノクロメーター用結晶(通例，モノクロメーターと呼ばれる)を用いることである．この結晶は試料の前又は後に設置され，K_α線及びK_β線による特性X線ピークを異なる角度に回折させることにより，一つの回折ピークのみを検出器に入射させる．特殊なモノクロメーターの使用により，$K_{\alpha1}$線と$K_{\alpha2}$線を分離することも可能である．ただし，フィルターやモノクロメーターを用いて単色ビームを得る際，その強度及び効率は低下する．K_α線及びK_β線を分離するもう一つの方法は，湾曲X線ミラーを使用することであり，これによって単色化，焦点合わせ，平行化を同時に行うことができる．

2.3. 放射線防護

人体のいかなる部分へのX線の暴露も健康に有害である．したがって，X線を使用する際には，当該作業者及びその周辺にいる人を保護するための適切な予防措置を講じることが必要である．放射線防護についての必要な訓練やX線暴露水準の許容限度は，労働安全衛生法で定められている．

3. 試料の調製と取付け

粉末試料の調製と試料ホルダーへの適切な充てんは，得られるデータの質に重大な影響を与えるので，特に粉末X線回折測定法では重要な操作となる[3)]．ブラッグ－ブレンターノ集中法光学系の装置を用いた場合における試料調製及び充てんに起因する主なエラーの要因を以下に示す．

3.1. 試料の調製

一般的には，多くの結晶粒子の形態は試料ホルダー中で試料に選択配向性を与える傾向がある．粉砕により微細な針状晶又は板状晶が生成する場合には，この傾向は特に顕著となる．試料中の選択配向は種々の反射強度に影響を与え，その結果，完全な無配向な試料で予測される反射に比べ，ある場合には強く，ある場合には弱く観察される．いくつかの手法が微結晶の配向のランダム化(結果として選択配向が最小になる)のために用いられるが，最良で最も簡便な方法は，粒子径を小さくすることである．微結晶の最適数は，回折装置の配置，必要な解像度及び試料によるX線ビームの減衰の程度に依存する．相の同定であれば，通例，50μm程度の粒子径によって十分な結果が得られる．しかしながら，過度の粉砕(結晶径が約0.5μm以下となる場合)は，線幅の広がりや下記のような，試料の性質の重大な変化の原因となることがある．

(ⅰ) 乳鉢，乳棒，ボールなどの粉砕装置から発生する粒子による試料の汚染
(ⅱ) 結晶化度の低下
(ⅲ) 他の多形への固相転移
(ⅳ) 化学的分解
(ⅴ) 内部応力の発現
(ⅵ) 固体反応

したがって，未粉砕試料の回折パターンと粉砕した粒子径の小さい試料の回折パターンを比較することが望ましい．得られた粉末X線回折パターンが利用目的に十分に適合するならば，粉砕操作は不要である．試料中に複数の相が存在し，特定の大きさの粒子を得るためふるいを用いた場合には，組成が初期状態から変化している可能性があることに注意すべきである．

4. 装置性能の管理

ゴニオメーターと入射及び回折X線ビーム光学装置には，調整を必要とする多くの部分がある．調整の程度や誤調整は，粉末X線回折の測定結果の質に直接影響する．したがって，系統誤差を最小限にするために，検出器で最適なX線強度が得られるように光学系及び機械システムなど，回折装置の種々の部分を注意深く調整しなければならない．回折装置の調整に際して，最大強度かつ最大解像度を探すことは容易ではない．したがって，手順どおりに調整を行い最適条件を求める必要がある．回折装置には多くの配置方法があり，個々の装置は特別な調整方法を必要とする．

回折装置全体の性能は，標準物質を用いて定期的に試験及び検査をしなければならない．この場合，認証された標準物質の使用が望ましいが，分析の種類によっては他の特定の標準物質を使用することもできる．

5. 定性分析(相の同定)

粉末X線回折による未知試料中の各相の同定は，通例，基準となる物質について実験的に又は計算により求められる回折パターンと，試料による回折パターンとの視覚的あるいはコンピューターによる比較に基づいて行われる．標準パターンは，理想的には特性が明確な単一相であることが確認された試料について測定されたものでなければならない．多くの場合，この方法によって回折角2θ又は面間隔d及び相対強度から結晶性化合物を同定することができる．コンピューターを用いた未知試料回折パターンと標準データとを比較する場合，ある程度の2θ範囲の回折パターン全体か，あるいは回折パターンの主要部分を用いるか，いずれかの方法により行われる．例えば，それぞれの回折パターンから得られた面間隔d及び標準化した強度I_{norm}の表，いわゆる(d, I_{norm})表は，その結晶性物質の指紋に相当するものであり，データベースに収載されている単一相試料の(d, I_{norm})表と比較対照することができる．

CuK_α線を用いた多くの有機結晶の測定では，できるだけ0°付近から少なくとも40°までの2θの範囲で回折パターンを記録

するのが，通例，適切である．同一結晶形の試料と基準となる物質との間の2θ回折角は，0.2°以内で一致する．しかしながら，試料と基準となる物質間の相対的強度は選択配向効果のためかなり変動することがある．転移しやすい水和物や溶媒和物は，単位格子の大きさが変化することが知られており，その場合回折パターン上，ピーク位置のシフトが生じる．これらの物質では，0.2°を超える2θ位置のシフトが予期されることから，0.2°以内というピーク位置の許容幅は適用しない．その他の無機塩類等の試料については，2θ測定範囲を40°以上に拡大する必要がある．一般的には，単一相試料の粉末X線回折データベースに収載されている，10本以上の強度の大きな反射を測定すれば十分である．

以下のように，相を同定することがしばしば困難であるか，あるいは不可能な場合がある．

（i）　結晶化していない物質，あるいは非晶質物質
（ii）　同定すべき成分が質量分率で少量(通例，10%未満)
（iii）　著しい選択配向性を示す
（iv）　当該相がデータベースに収載されていない
（v）　固溶体の生成
（vi）　単位格子を変化させる不規則構造の存在
（vii）　多数の相からなる
（viii）　単位格子の変形
（ix）　異なる相での構造類似性の存在

6.　定量分析

対象とする試料が最大一つの非晶質を含む複数の相からなっている場合，各結晶相の割合又は非晶相の割合(容積比又は質量比)を求めることは多くの場合可能である．定量分析は積分強度，複数の個々の回折線のピーク高さ又は全体のパターンに基づいて行われる[4]．これらの積分強度，ピーク高さ，全体のパターンは対応する基準となる物質の値と比較される．ここで基準となる物質は，単一の相又は混合物である．試料調製(試料中ではすべての相が均一に分散していることと各相の粒子径が適切であることが測定結果の真度と精度に必須である)とマトリックスの効果が定量分析における問題点である．最適の条件が整えば，固体試料中の10%程度の結晶相を定量することは可能である．

6.1.　多形試料

二つの多形相aとbからなる試料で，相aの割合F_aは定量的に次式で示される．

$$F_a=\frac{1}{1+K(I_b/I_a)}$$

この値は2相の強度比の測定と定数Kの値を得ることにより求められる．Kは二つの純粋な多形相の絶対強度比I_{oa}/I_{ob}であり，標準試料の測定から求められる．

6.2.　標準試料を用いる方法

定量分析に用いられる方法には，外部標準法，内部標準法，スパイキング法(標準添加法)がある．

外部標準法は最も一般的な方法であり，測定しようとする混合物のX線回折パターンや各ピーク強度を，標準試料の混合物を用いて測定した場合と比較する．構造が明らかであれば，構造モデルの理論強度と比較して求めることもできる．

内部標準法では，測定しようとする試料と回折パターンが重ならず粒子径やX線吸収係数が同等な内部標準となる物質が，マトリックスの効果による誤差を少なくするために使用される．既知量の内部標準となる物質を試料及び各標準試料の混合物に添加する．これらの条件の下では，ピーク強度と濃度との間に直線関係が成り立つ．内部標準法では回折強度を正確に測定する必要がある．

スパイキング法(標準添加法)では，未知濃度の相aを含む混合物に純粋な相aを一定量加える．添加量の異なるいくつかの試料を調製し，強度対濃度プロットを作成するとき，x軸のマイナスの切片が元の試料中の相aの濃度となる．

7.　非晶質と結晶の割合の評価

結晶と非晶質の混合物では，結晶相と非晶相の割合をいくつかの方法で求めることができる．試料の性質によって使用する方法を選択する．

（i）　試料が異なる複数の結晶成分と一つの非晶質成分からなる場合は，各結晶相の量は適切な標準試料を用いることにより求められ，非晶質の量はその差により間接的に推定される．

（ii）　試料が同じ元素組成の一つの結晶成分と一つの非晶質成分からなる場合，1相性あるいは2相性の混合物であっても，結晶相の量(結晶化度)は回折パターンの三つの面積を測定することで評価できる．

A＝試料中の結晶領域からの回折による全ピーク面積
B＝領域Aの下部の全面積
C＝バックグラウンドの面積(空気による散乱，蛍光，装置などによる)

これらの面積を測定することにより，およその結晶化度は次式により求められる．

$$\text{結晶化度}(\%)=100A/(A+B-C)$$

本法は結晶化度を得る絶対的な方法ではなく，一般的には，比較の目的にのみ利用可能である点に注意すべきである．ルーランド法のような，より精巧な方法を用いることもある．

8.　単結晶構造解析

一般的に結晶構造は単結晶を用いて得られたX線回折データから決定される．しかしながら，有機結晶では格子パラメーターが比較的大きく，対称性が低く，通常は散乱特性が極めて低いため，その構造解析を行うことは容易ではない．ある物質の結晶構造が既知である場合は，対応する粉末X線回折パターンの計算が可能であり，相の同定に利用可能な選択配向性のない標準粉末X線回折パターンが得られる．

[1]　結晶構造の決定・精密化，結晶相の結晶学的純度の測定，結晶組織の評価など，結晶性医薬品に適用可能な粉末X線回折法の応用例はほかにも多く存在するが，ここでは詳述しない．

[2]　X線回折測定のための「理想的な」粉末は，無配向化した多数の小球状微結晶(干渉回折する結晶性領域)である．微結晶数が十分多数であれば，いかなる回折方位でも再現性のある回折パターンが得られる．

[3]　同様に，温度，湿度などの影響で，測定中に試料の性質変化が認められることがある．

[4]　もし，すべての成分の結晶構造が既知の場合，リートベルト(Rietveld)法により高精度の定量分析が可能である．成分構造が既知ではない場合，ポーリー(Pawley)法又は最小二

乗法を用いることができる．

2.59 有機体炭素試験法

有機体炭素試験法は，水中に存在する有機物を構成する炭素(有機体炭素)の量を測定する方法である．通例，有機物を燃焼により分解する乾式分解法や，有機物を紫外線照射又は酸化剤を添加することにより分解する湿式分解法で二酸化炭素に分解した後，赤外線分析法，電気伝導率測定法又は比抵抗測定法などの適当な方法で二酸化炭素の量を定量し，その値から水中に存在する有機体炭素の量を求める方法である．

水中に存在する炭素には有機体の炭素と無機体の炭素があり，測定に際しては水中の総炭素量を測定した後，無機体の炭素の量を差し引くか，あらかじめ水中の無機体の炭素を除去した後，残った有機体炭素の量を測定する．

1. 装置

試料導入部，分解部，二酸化炭素分離部，検出部及びデータ処理装置又は記録装置よりなる有機体炭素測定装置で，有機体炭素を0.050mg/L以下まで測定可能な装置を用いる．

試料導入部は試料をマイクロシリンジを用いて注入するか，又は適当なサンプリング装置により一定量の試料を注入できる構造を持つ．分解部は乾式分解法による装置においては，各装置により規定された一定温度に調節された燃焼管及び加熱用電気炉などからなり，また，湿式分解法による装置においては，酸化反応用容器，紫外線ランプ，分解助剤注入装置及び加熱装置などからなる．なお，分解部はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液(0.806mg/L)の有機体炭素量を測定するとき，炭素として0.450mg/L以上を検出できる装置を用いる．二酸化炭素分離部は，分解により生じた二酸化炭素中の水分を除去する装置又は試料分解物から二酸化炭素を分離する装置である．検出器は赤外線ガス分析計，電気伝導率計(導電率計)又は比抵抗計などが用いられ，二酸化炭素分離部より導入された二酸化炭素をその濃度に比例した電気信号に変換するものである．データ処理装置は，検出器により変換された電気信号から試料中の有機体炭素濃度を算出するもので，記録装置は検出器により変換された電気信号の強さを記録するものである．

2. 試薬，標準液

(ⅰ) 有機体炭素の測定に用いる水(測定用水)：標準液又は分解助剤などの調製及び試験器具の最終すすぎなどに用いる水で，その有機体炭素値は，容器に採取して有機体炭素の測定を行うとき，その炭素値が0.250mg/L以下のものを用いる．

(ⅱ) フタル酸水素カリウム標準液：標準液の濃度は各装置の指定による．フタル酸水素カリウム(標準試薬)を105℃で4時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷した後，その一定量を正確に量り，測定用水を加えて調製する．

(ⅲ) 無機体炭素測定用標準液：標準液の濃度は各装置の指定による．炭酸水素ナトリウムをデシケーター(硫酸)で18時間以上乾燥する．別に，炭酸ナトリウム(標準試薬)を500～600℃で30分間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷する．これらの一定量を，その炭素量が1：1になるように正確に量り，測定用水を加えて調製する．

(ⅳ) 分解助剤：ペルオキソ二硫酸カリウム又はこれと同一の目的に使用し得る物質の一定量に測定用水を加えて溶かし，各装置で規定された濃度に調整する．

(ⅴ) 無機体炭素除去用ガス及びキャリヤーガス：窒素，酸素又はこれと同一の目的に使用し得る物質を用いる．

(ⅵ) 無機体炭素除去用酸：塩酸，リン酸又はこれと同一の目的に使用し得る物質に測定用水を加えて希釈し，各装置で指定された濃度に調整する．

3. 試験器具

(ⅰ) 試料採取用容器及び試薬調製用容器：容器表面から有機体炭素を溶出しないような材質，例えば硬質ガラス製の容器を用い，薄めた過酸化水素(30)(1→3)／希硝酸混液(1：1)に浸漬し，測定用水で十分に洗浄したものを用いる．

(ⅱ) マイクロシリンジ：水酸化ナトリウム溶液(1→20)／エタノール(99.5)混液(1：1)又は薄めた塩酸(1→4)で洗浄し，測定用水で十分に洗浄したものを用いる．

4. 操作法

測定の方法はそれぞれの装置に適する方法による．装置はフタル酸水素カリウム標準液を用いて，使用する装置が指定する操作方法により，校正を行う．

装置は試験対象とする水の製造ライン内に組み込んで設置することが望ましい．試料を容器に採取した後，測定を行うとき，試料採取及び測定は有機溶媒及びこれと同様に本試験の結果に影響を与える物質の使用を禁止した，できるだけ清浄な環境のもとで行い，できるだけ大きい容器に大量の試料を採取して行うことが望ましい．また，測定は試料採取後できるだけ速やかに行うことが望ましい．

4.1. 総炭素量から無機体炭素量を差し引き，有機体炭素量を測定する方法

各装置の操作法に従い，予想される総炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する．試料中の有機体炭素及び無機体炭素を分解し，生成した二酸化炭素を検出部で検出し，データ処理装置又は記録装置を用いて試料中の総炭素量を測定する．次に試料中の無機体炭素量のみを測定するように装置を設定し，総炭素量の測定と同様に操作し，無機体炭素の量を測定する．この値を総炭素量から差し引くことにより，試料中の有機体炭素の量を測定する．

4.2. あらかじめ無機体炭素を除去した後，有機体炭素量を測定する方法

試料に無機体炭素除去用酸を添加し，窒素などの無機体炭素除去用ガスを吹き込み，無機体炭素を除去した後，各装置の操作法に従い，予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する．試料を分解し，生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する．また，装置内において無機体炭素を除去した後，有機体炭素を測定する装置にあっては，各装置の操作法に従い，予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する．装置の分解部において試料に無機体炭素除去用酸を添加し，無機体炭素除去用ガスを吹き込み，無機体炭素を除去した後，有機体炭素を分解し，生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する．

2.60　融点測定法

融点とは，通例，結晶性物質が加熱により融解し，固相と液相が平衡状態にあるときの温度と定義されるが，実用的には試料の加熱昇温過程での状態変化を観察し，融け終わりの温度を測定して，これを融点とする．融点は，純物質においてはそれぞれの物質に固有の値を示すことから，物質の同定，確認に用いられるほか，純度の指標ともなる．

融点は，次のいずれかの方法で測定する．比較的純度が高く，粉末状に試料を調製できる物質の融点は第1法により，水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第2法により，ワセリン類の融点は第3法により測定する．

測定は，別に規定するもののほか，第1法により行う．

1.　第１法

通例，比較的純度が高く，粉末状に試料を調製できる物質に適用する．

1.1.　装置

図2.60－1に示すものを用いる．ただし，攪拌，加温及び冷却操作等が自動化された装置を用いることができる．

(ⅰ)　浴液：通例，常温における動粘度50～100mm^2/sの澄明なシリコーン油を用いる．

(ⅱ)　浸線付温度計：測定温度範囲により，1～6号の温度計がある．融点が50℃未満のときは1号，40℃以上100℃未満のときは2号，90℃以上150℃未満のときは3号，140℃以上200℃未満のときは4号，190℃以上250℃未満のときは5号，240℃以上320℃未満のときは6号を用いる．

(ⅲ)　毛細管：内径0.8～1.2mm，長さ120mm，壁の厚さ0.2～0.3mmで一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる．

1.2.　操作法

試料を微細の粉末とし，別に規定するもののほか，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥する．また，乾燥後とあるときは，乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる．

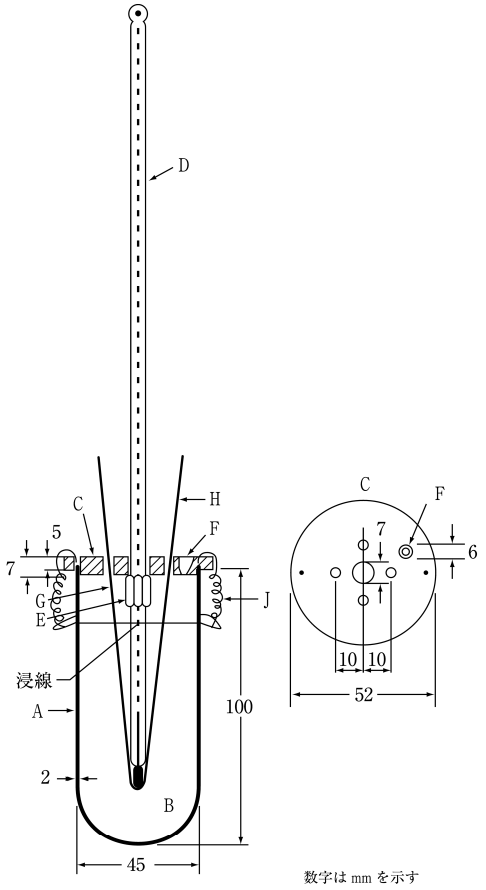
この試料を乾燥した毛細管Hに入れ，閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた長さ約70cmのガラス管の内部に落とし，はずませて固く詰め，層厚が2.5～3.5mmとなるようにする．

浴液Bを加熱し，予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に上げ，浸線付温度計Dの浸線を浴液のメニスカスに合わせ，試料を入れた毛細管をコイルスプリングGに挿入し，試料を詰めた部分が温度計の水銀球の中央にくるようにする．次に1分間に約3℃上昇するように加熱して温度を上げ，予想した融点より約5℃低い温度から1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．

試料が毛細管内で液化して，固体を全く認めなくなったときの温度計の示度を読み取り，融点とする．

1.2.1　装置適合性

装置適合性の確認は，融点標準品を用いて定期的に行う．融点標準品は，2～5号温度計を用いる場合の装置適合性評価のために調製されたものであり，異なる融点を持つ六種の高純度物質(アセトアニリド，アセトフェネチジン，カフェイン，スルファニルアミド，スルファピリジン，ワニリン)が選択されており，それぞれの物質の融点MP_f(融け終わり温度)が表示される．予想される試料の融点に合わせて温度計及び融点標準品を選択し，操作法に従って融点標準品の融点を測定するとき，



A：加熱容器(硬質ガラス製)
B：浴液
C：テフロン製ふた
D：浸線付温度計
E：温度計固定ばね
F：浴液量加減用小孔
G：コイルスプリング
H：毛細管
J：テフロン製ふた固定ばね

図2.60－1　融点測定装置

ワニリン及びアセトアニリドの融点がMP_f±0.5℃，アセトフェネチジン及びスルファニルアミドの融点がMP_f±0.8℃，スルファピリジン及びカフェインの融点がMP_f±1.0℃の範囲にあるとき，装置の適合性が確認されたものとする．ただし，上記の測定は繰り返し3回行い，その平均値をもって融点とする．なお，不適合と判定されたとき，上記の操作法に従って試料の充てん，温度計及び毛細管の位置，浴液の加熱・攪拌，温度上昇速度の制御等が正しく行われているか確認し，再試験を行う．これらの条件設定が正しく行われていても，なお上記の判定基準に適合しないとき，浸線付温度計の再検定又は交換を行う必要がある．

2.　第２法

脂肪，脂肪酸，パラフィン又はろうなどに適用する．

2.1.　装置

第1法の装置に替えて，水を入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる．温度計は，浸線付温度計又は全没式温度計を用いる．また，毛細管は，第1法で規定したものと同様なもので，両端を開いたものを用いる．

2.2. 操作法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し，これを，泡が入らないようにして毛細管中に吸い上げ，約10mmの高さとする．毛細管から試料が流出しないように保ち，10℃以下で24時間放置するか又は少なくとも1時間，氷上に放置した後，試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計に取り付ける．毛細管を取り付けた温度計を水を入れたビーカーに入れ，試料の下端を水面下30mmの位置になるよう固定する．水を絶えずかき混ぜながら加温して，予想した融点より5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．毛細管中で試料が浮上するときの温度計の示度を読み取り，融点とする．

3. 第３法

ワセリン類に適用する．

3.1. 装置

第1法の装置に替えて，水を入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる．温度計は，浸線付温度計又は全没式温度計を用いる．

3.2. 操作法

試料をよくかき混ぜながら徐々に90～92℃まで加熱して融解した後，加熱をやめ，試料の融点より8～10℃高い温度となるまで放冷する．温度計を5℃付近に冷却し，ぬぐって乾燥し，直ちに水銀球の半分を試料中にさし込み，直ちに抜き取り，垂直に保ち，放冷し，付着した試料が混濁してきたとき，16℃以下の水中に5分間浸す．次に試験管に温度計を挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が15mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を約16℃の水を入れたビーカー中に吊るし，浴液の温度が30℃になるまでは1分間に2℃上昇するように，その後は1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．温度計から，融解した試料の最初の1滴が離れたときの温度を測定する．この操作を3回行い，測定値の差が1℃未満のときはその平均値をとり，1℃以上のときは更にこの操作を2回繰り返し，合わせて5回の繰り返し試験の平均値をとり，融点とする．

3. 粉体物性測定法

3.01 かさ密度及びタップ密度測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

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

1. かさ密度

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

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

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

1.1. 第１法 （メスシリンダーを用いる方法）

1.1.1. 操作法

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

粉体の密度が小さすぎるか又は大きすぎる，すなわち，試料のゆるみかさ体積が250mL以上であるか又は150mL以下の場合には，試料量として100gを用いることはできない．したがって，このような場合には，試料のゆるみかさ体積が150mLから250mL(メスシリンダーの全容積中に占めるかさ体積が60％以上)となるような，別の試料量を選択しなければならない．この場合，試料の質量を結果の項目中に記載しておく．

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

1.2. 第２法 （ボリュメーターを用いる方法）

1.2.1. 装置

装置[1)](図3.01－1)は目開き1.0mmのふるいを取り付けた上部漏斗から構成される．この漏斗は，粉体が通過するときに，その上を滑落したり跳ね上がったりする4枚のガラス製邪魔板が取り付けられたバッフル・ボックスの上部に固定されている．バッフル・ボックスの底部には，ボックスの直下に置かれた，粉体を集めてカップに注入できるような漏斗がある．このカップは円筒形(容積25.00±0.05mL，内径30.00±2.00mm)又は立方体(容積16.39±0.20mL，一辺の長さ25.4±0.076mm)である．

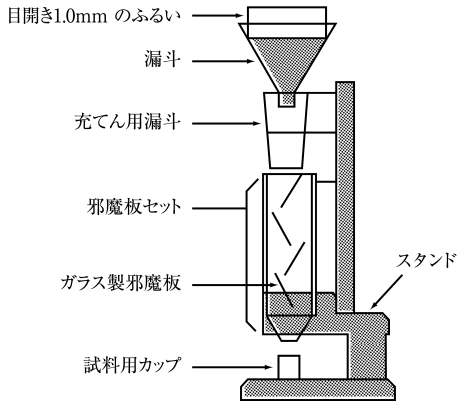


図3.01－1　ボリュメーター

1.2.2.　操作法

立方体カップの場合には最少量25cm^3，円筒形カップの場合には最少量35cm^{3}の粉体を用い，装置を通して試料の受器となるカップ内に過剰の粉体を溢れるまで流下させる．カップの上面に垂直に立てて接触させたヘラの刃を滑らかに動かし，圧密やカップからの粉体の溢流を防ぐためにヘラを垂直にしたままで，カップの上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす．カップの側面からも試料をすべて除去し，粉体の質量(m)を0.1%まで測定する．式m／V_0(V_0はカップの容積)によってかさ密度(g/mL)を計算する．三つの異なった試料を用いて，3回の測定値の平均値を記録する．

1.3.　第３法　(容器を用いる方法)

1.3.1.　装置

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

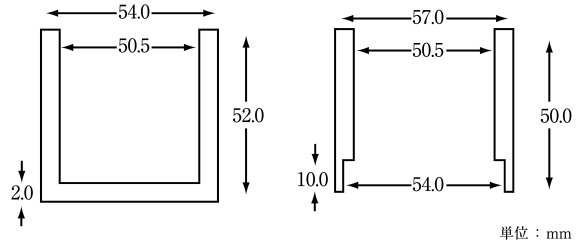


図3.01－2　測定用容器(左)と補助円筒(右)

1.3.2.　操作法

保存中に形成された凝集体を解砕し，得られた試料を測定用容器に溢れるまで自由に流入させるために，必要ならば，試験を行うのに十分な量の試料を1.0mmのふるいを通して調製する．第2法と同様に容器の上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす．あらかじめ測定しておいた空の測定用容器の質量を差し引くことによって，粉体の質量(m_0)を0.1%まで測定する．式m_0／100によってかさ密度(g/mL)を計算し，三つの異なった試料を用いて，3回の測定値の平均値を記録する．

2.　タップ密度

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

タップ密度は粉体試料を入れた測定用メスシリンダー又は容器を機械的にタップすることにより得られる．粉体の初期体積又は質量を測定した後，測定用メスシリンダー又は容器を機械的にタップし，体積又は質量変化がほとんど認められなくなるまで体積又は質量を読み取る．機械的タッピングは，メスシリンダー又は容器を持ち上げ，自重下で以下に述べる三つの方法のいずれかによって所定の距離を落下させることにより行う．タッピング中に生じる塊の分離をできるだけ最小限にするために，タッピング中にメスシリンダー又は容器を回転させることができるような装置がよい．

2.1.　第１法

2.1.1.　装置

装置(図3.01－3)は，次の部品から構成される．

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

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

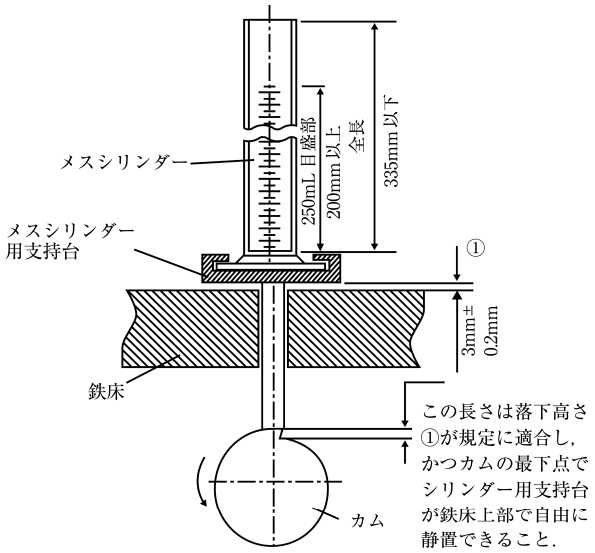


図3.01－3　タッピング装置

2.1.2.　操作法

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

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

2.2.　第２法

2.2.1.　操作法

250回/分の公称速度で3±0.2mmの固定した落下高さが得ら

れるタップ密度測定器を用いるほかは，第1法で指示されたように行う．

2.3.　第３法

2.3.1.　操作法

図3.01－2に示した補助円筒を装着した測定用容器を用いて，かさ密度の測定法に従って行う．適切なタップ密度測定器を用いて補助円筒付きの測定用容器を50～60回/分でタップする．200回タップして補助円筒を取り外し，かさ密度測定における第3法で示した測定用容器の上面から過剰の粉体を注意深くすり落とす．タップ操作を更に400回繰り返す．200回及び400回タップ後に得られた二つの質量の差が2%を超えた場合には，二つの連続した測定値間の差が2%未満となるまで更に200回ずつタップして，試験を行う．式m_f/100(m_fは測定用容器中の粉体質量)を用いてタップ密度(g/mL)を計算し，三つの異なった試料を用いて，3回の測定値の平均値を記録する．タップ高さも含めた試験条件を結果の項目中に記載しておく．

3.　粉体の圧縮性の尺度

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

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

圧縮性指数：次式によって計算する．

圧縮性指数＝$(V_0 - V_f) / V_0 \times 100$

V_0：ゆるみかさ体積

V_f：最終タップ体積

Hausner比：次式によって計算する．

Hausner比＝V_0 / V_f

試料によっては，圧縮性指数はV_0の代わりにV_{10}を用いて求めることができる．V_0の代わりにV_{10}を用いた場合は，試験結果に明記する．

[1] 装置(Scott Volumeter)は，ASTM 32990に準拠している．

3.02　比表面積測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

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

1.　解析法

1.1.　多点法

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

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

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

P_0：吸着気体の蒸気圧(Pa)

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

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

C：試料表面における吸着気体の吸着エンタルピーに関係する定数

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

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

N：アボガドロ数　6.022×10^{23}/mol

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

m：粉末試料の質量(g)

22400：標準状態における吸着気体1molの体積(mL)

少なくとも三つの測定点を必要とする．0.3付近のP / P_0値で非直線性が認められる場合は，追加の測定を行う．P / P_0値が0.05以下では非直線性が認められることがあるので，この範囲での測定は推奨されない．直線性の検証，データ処理，試料

の比表面積の算出は上記のように行う．

1.2.　一点法

動的流動法(第1法)又は容量法(第2法)による比表面積の測定については，通例，少なくとも三つの異なるP/P_0におけるV_aの測定が必要である．しかし，ある条件下では0.300付近のP/P_0(窒素では0.300，クリプトンでは0.001038モル分率に相当する．)で測定されたV_aの値から次式を用いてV_mを求め，比表面積を計算することができる．

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

一点法は，物質に関係する定数Cが1よりはるかに大きい物質の粉末試料について用いることができる．一点法が有効な条件については，一連の粉体試料について一点法で測定された比表面積の値を多点法で測定された値と比較することによって確認することができる．一点法により求めた比表面積と多点法により求めた値が近似していれば，$1/C$がほぼ0であることを示している．Cの値が極めて大きい試験物質の一連の類似の試料に対して，一点法は間接的に用いることができる．このような場合，一点法による誤差を減少させることは，定数Cをいずれかの試料の多点法のBETプロットから，$C=1+$(傾き／切片)として求めることにより可能となる．このとき，次式によってP/P_0において測定されたV_aの値からV_mが計算される．

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

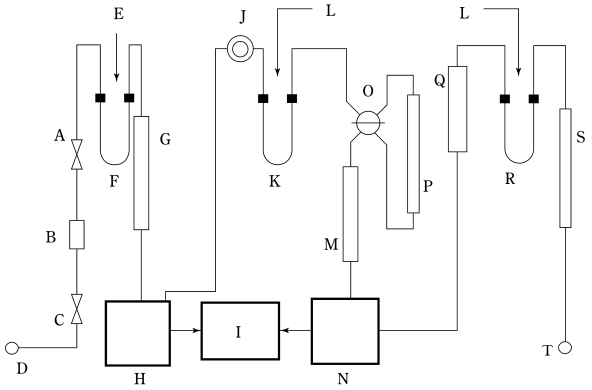
2.　試料の調製

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

3.　測定法

3.1.　第１法：動的流動法

動的流動法(図3.02－1)では，吸着気体として乾燥した窒素又はクリプトンを使用する．ヘリウムは吸着されないので希釈用気体として用いる．P/P_0が0.05～0.30の範囲内で吸着気体とヘリウムの混合比を変えた，少なくとも3種類の混合気体を調製する．所定の温度及び圧力条件下で気体濃度検出器は通過する気体の体積にほぼ比例する信号を出力し，通例，検出器として電子式積分計を内蔵した熱伝導度検出器が用いられる．P/P_0が0.05～0.30の範囲内で，少なくとも三つのデータを測定しなければならない．



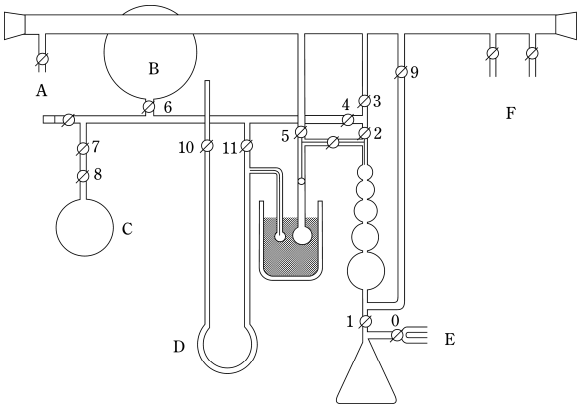
A：流量制御バルブ
B：微分流量制御計
C：開閉バルブ
D：気体流入口
E：Oリングシール
F：冷却トラップ
G：熱平衡管
H：検出器
I：デジタル画面
J：校正用隔膜
K：試験用セル
L：すり合せ連結管
M：短流路安定管
N：検出器
O：流路選択バルブ
P：長流路安定管
Q：流量計
R：脱気用部位
S：拡散調節装置
T：排気口

図3.02－1　動的流動法装置の概略図

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

3.2.　第２法：容量法

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



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

図3.02－2　容量法装置の概略図

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

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

4.　標準物質

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

3.03　粉体の粒子密度測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

粉体の粒子密度測定法は，◆粉末状医薬品又は医薬品原料の粒子密度を測定する方法であり，◆通例，気体置換型ピクノメーターを用いて測定する．この方法は，粉体により置換される気体の体積が，質量既知のその粉体の体積に等しいとみなすことにより求められる．ピクノメーター法による密度測定においては，気体の浸入が可能な開孔部のある空隙は，粉体の体積としないが，閉じた空隙又は気体が浸入できないような空隙は，粉体の体積として評価される．試験用気体としては，通例，開孔部のある微小な空隙への拡散性が高いヘリウムが用いられる．ヘリウム以外の気体が用いられる場合，粉体中への気体の浸入性は，開孔径と気体の分子断面積に依存することから，ヘリウムを用いて得られた密度とは異なる粒子密度が得られることになる．

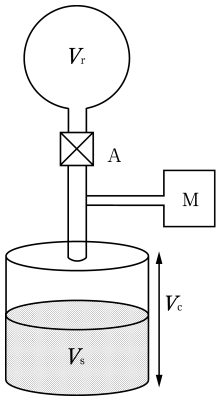
ピクノメーター法により測定される密度は，個々の粉体粒子の密度の体積加重平均密度である．通例，粒子密度と呼ばれ，固体の真密度(true density)又は粉体のかさ密度(bulk density)と区別される．

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

1.　装置

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

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



A：バルブ
V_r：対照セルの容積(cm^3)
V_c：試験用セルの容積(cm^3)
V_s：試料体積(cm^3)
M：圧力計

図3.03-1　気体置換型ピクノメーター(粒子密度測定装置)の模式図

2.　装置の校正

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

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

3.　操作法

気体置換型ピクノメーター法による粒子密度の測定は，15～30℃の温度範囲において行うこととし，測定中，2℃以上の温度変化があってはならない．

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

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

試験用セルと対照セルを接続しているバルブAを開き，系の圧力が一定であることを圧力計Mにより確認した後，対照圧力P_rを読み取る．次に，二つのセルを接続するバルブを閉じた後，測定用気体を試験用セルに導入して加圧状態とし，圧力計の指示が一定であることを確認した後，初期圧力P_iを読み取る．次に，バルブを開いて対照セルを試験用セルと接続し，圧力計の指示が一定であることを確認した後，最終圧力P_fを読み取り，次式により試料体積V_sを求める．

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

V_r：対照セルの容積(cm^3)
V_c：試験用セルの容積(cm^3)
V_s：試料体積(cm^3)
P_i：初期圧力(kPa)
P_f：最終圧力(kPa)
P_r：対照圧力(kPa)

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

$$\rho = m / V_s$$

ρ：粉体の粒子密度(g/cm^3)
m：最終試料質量(g)
V_s：試料体積(cm^3)

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

3.04　粒度測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

◆粒度測定法は，粉末状等の医薬品原薬，添加剤等の粒度特性を確認するために，外観，形状，大きさ及びその分布を直接又は間接に測定する方法であり，測定の目的と試料の性状により，光学顕微鏡法又はふるい分け法を用いる．◆

1.　第１法　光学顕微鏡法

◆光学顕微鏡法は，光学顕微鏡を用いて肉眼又は顕微鏡写真によって直接に個々の粒子の外観及び形状を観察し，その大きさを測定する方法である．また，これにより粒子径分布を求めることもできる．本法によれば，複数の異なる種類の固体粒子が混在する場合であっても，光学的に識別が可能であれば，それぞれの固体粒子の粒度測定が可能である．なお，粒子径分布を求める場合，画像解析などによるデータ処理も有用である．◆

粒子評価のための光学顕微鏡法は，一般には1μmより大きい粒子に適用できる．下限は顕微鏡の解像能による．上限はあまり明確ではなく，大粒子の粒子径を評価する際の困難さによって影響される．光学顕微鏡法の適用範囲外の粒子評価については，いくつかの別法が利用できる．光学顕微鏡法は非球形粒子を評価するのに特に有用である．本法は，より迅速かつ汎用的な方法の校正のための基礎的方法としても役立つ．

1.1.　装置

安定で防振対策がなされた顕微鏡を用いる．顕微鏡の総合倍率(対物レンズ倍率×接眼レンズ倍率×その他の拡大部品の倍率)は，試料中の最も小さい粒子を適切に評価するのに十分な大きさでなければならない．対物レンズの最大開口数は，各々の倍率に合わせて決める．適切な分析機器や検板と組み合わせて，偏光フィルターを用いてもよい．比較的狭い分光透過特性を持つ色ガラスフィルターは，アクロマート対物レンズと共に用いるが，アポクロマートレンズと共に用いる方がより望ましく，顕微鏡写真における演色のために必要である．少なくとも球面収差を補正したコンデンサーを光源と共に顕微鏡のサブステージ内で用いるべきである．コンデンサーの開口数は，使用条件下で対物レンズの開口数と釣り合っていなければならない．すなわち，開口数はコンデンサーの絞りとイマージョンオイルがあるかどうかによって影響される．

1.1.1.　調整

光学系のすべての装置が正確に調整されていることと，焦点が適切に調節されていることが必要である．装置の焦点の調節は，使用する顕微鏡に指定された方法に従う．厳密な軸調整もしておいた方がよい．

1.1.1.1.　照明

良好な照明のための必要条件は，視野全体にわたって光の強度が均一で，かつ調節可能であることである．このためにはケーラー照明がよい．着色粒子については，粒子像のコントラストと像の細部を調整できるように，用いるフィルターの色を選択する．

1.1.1.2.　目視による評価

倍率とレンズの開口数は，評価すべき粒子像を適切に確認す

るのに十分に大きくなければならない．接眼ミクロメーターを校正するために，あらかじめ校正された対物ミクロメーターを用いて実際の倍率を決定する．粒子像が接眼ミクロメーターで少なくとも10目盛はある，十分に高い倍率であれば，誤差を小さくすることができる．各々の対物ミクロメーターは個々に校正しておく．接眼スケールを校正するために，対物ミクロメーターのスケールと接眼スケールは平行にさせておかねばならない．このようにして，接眼用ステージの目盛間隔の長さを正確に測定することができる．

◆粒子径を測定する場合は，接眼ミクロメーターを接眼レンズの絞りの位置に入れた後，対物ミクロメーターをステージの中央に置き，固定する．接眼レンズを鏡筒に装着し，対物ミクロメーターの目盛に焦点を合わせる．次にこれら二つのミクロメーターの目盛の間隔を比較し，このレンズの組み合わせにおける接眼レンズの1目盛に相当する試料の大きさを次式により算出する．

接眼レンズ1目盛に相当する試料の大きさ(μm)
＝対物ミクロメーターの長さ(μm)／接眼ミクロメーターの目盛数

対物ミクロメーターを取り除き，試料をステージにのせ，焦点を合わせた後，読み取った接眼レンズの目盛数から，粒子径を測定する．◆

なお，粒子径分布幅が広い試料を評価するには，いくつかの異なった倍率が必要である．

1.1.1.3.　写真による評価

写真法によって粒子径を測定する場合には，フィルム面で被写体の焦点が確実に合うように注意しなければならない．十分な感度，解像力及びコントラストを持つ写真フィルムを用いて，校正された対物ミクロメーターの写真を別に撮影することによって，実際の倍率を測定する．試料及び倍率測定のための撮影に当たっては，露光と現像・焼付処理は同じでなければならない．写真上の粒子のみかけの大きさは，顕微鏡の解像力と同様に，露光や現像，焼付によって影響を受ける．

1.2.　試料の調製

固定剤は試料の物理的特性に応じて選択する．試料外縁の細部まで確実に確認できるように，試料と固定剤の間には過度にならない程度の十分なコントラストが必要である．粒子を平板上に置き，個々の粒子を識別するために適切に分散させる．更に，粒子は試料中の粒子径分布を代表していなければならず，マウントの調製中に変化してはならない．固定剤を選択する際には，試料の溶解性も考慮に入れておかねばならない．

1.3.　観察

1.3.1.　結晶性の評価

試料の結晶性は，医薬品各条中に記載されている結晶性に関する条件に適合するかどうかを決定するために評価される．各条中で別に規定するもののほか，清浄なスライドガラスの上で数個の試料粒子を鉱物油中に固定する．偏光顕微鏡を用いて試料を観察する．試料が結晶性の場合には，顕微鏡のステージを回転すると粒子は複屈折(干渉色)と暗視野を示す．

1.3.2.　顕微鏡法による粒子径の限界試験

適当量(例えば，粉体の場合10～100mg)の試料を量り，必要ならば分散剤を加えて試料が溶解しない適切な分散媒10mLに懸濁させる．粒子密度と近似又は一致した密度を持つ分散媒中に懸濁させ，適切にかき混ぜることによって粒子の均一な懸濁液を得る．均一な懸濁液の一部を適当な計数セルに入れ，粉体の場合，顕微鏡下で10μg以上の試料に相当する面積を走査し，所定の限界粒子径より大きい最大長さを持つすべての粒子を数える．限界粒子径とこれを超える粒子の許容個数は，物質ごとに決められる．

1.3.3.　粒子径の評価

粒子径の測定は粒子形状に依存して複雑に変化するので，評価される粒子個数は，測定された数値の信頼性を統計的に保証するのに十分な数でなければならない[1]．不規則な形状の粒子の場合には，粒子径に関する多数の定義が存在する．一般に，不規則な形状の粒子については，粒子径を評価する際に粒子形状に関する情報と同様に，測定した粒子径の種類に関する情報も含めなければならない．

汎用されているいくつかの粒子径測定では，以下のように定義されている(図3.04－1)．

(ⅰ)　フェレー径(定方向接線径)：ランダムに配向した粒子に接し，接眼スケールに垂直な仮想的平行線間の長さ
(ⅱ)　マーチン径(定方向面積等分径)：ランダムに配向した粒子を二つの等しい投影面積に分割する点における粒子の長さ
(ⅲ)　ヘイウッド径(投影面積円相当径)：粒子と同じ投影面積を持つ円の直径
(ⅳ)　長軸径：接眼スケールに対して平行に配向した粒子の外縁からもう一方の外縁までの最大長さ
(ⅴ)　短軸径：長軸径に対して直角に測定した粒子の最大長さ

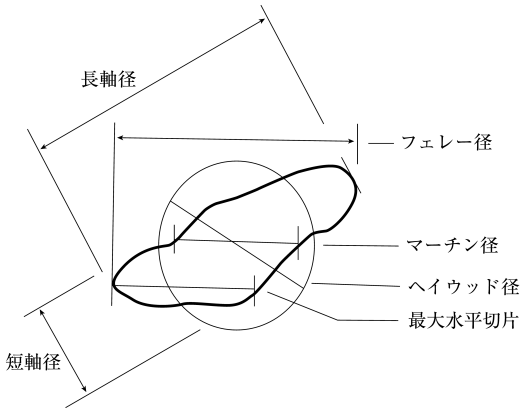


図3.04－1　一般的に用いられる粒子径

1.3.4.　粒子形状の評価

不規則な形状の粒子については，粒子径の評価に粒子形状に関する情報も含めなければならない．試料の均一性は適切な倍率を用いてチェックすべきである．

以下に示すものは，粒子形状に関して汎用されているいくつかの用語の定義である(図3.04－2)．

(ⅰ)　針状：短軸径と厚みがほぼ等しく，細長い針状の粒子
(ⅱ)　柱状：針状粒子より大きい短軸径と厚みを持つ，長くて薄い粒子
(ⅲ)　薄板状：長軸径と短軸径がほぼ等しく，薄くて扁平な粒子
(ⅳ)　板状：長軸径と短軸径がほぼ等しいが，薄板状より大きい厚みを持つ扁平な粒子
(ⅴ)　葉片状：長くて薄く，葉片状の粒子
(ⅵ)　等方状：ほぼ同じ長軸径，短軸径及び厚みを持つ粒子．

立方体状及び球状粒子が含まれる

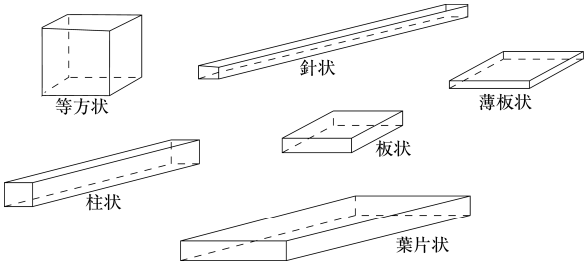


図3.04－2　一般的に用いられる粒子形状の記述

1.3.5.　一般的観察

1個の粒子を，通常，最小個別単位とみなす．粒子は液体又は半固体状の液滴，単結晶又は多結晶，非晶質又は凝集体であってもよい．複数の粒子が凝集していてもよい．

凝集の程度は次の用語によって表す．

(ⅰ)　層状：板状粒子が積み重なったもの
(ⅱ)　アグリゲイト：付着性粒子の塊
(ⅲ)　アグロメレイト：融解又は固結した粒子
(ⅳ)　コングロメレイト：2種類以上の粒子の混合物
(ⅴ)　スフェルライト：放射状のクラスター
(ⅵ)　ドルージ：小粒子で覆われた粒子

粒子の状態は次の用語で表す．

(ⅰ)　角・縁：角がある，丸みがある，滑らか，鋭い，破砕状である
(ⅱ)　色・透明度：着色している(適切なカラーフィルターを用いた場合)，透明な，半透明の，不透明な
(ⅲ)　粒子間の絡み合い：かみ合った，包み込んだ

表面特性は次の用語で表す．

(ⅰ)　ひび割れ：部分的に裂けている，砕けている，裂け目がある
(ⅱ)　平滑さ：不規則性，凹凸や突出部がない
(ⅲ)　多孔性：開孔部や通路を持つ
(ⅳ)　粗さ：凹凸がある，平坦でない，滑らかでない
(ⅴ)　凹み：小さいぎざぎざがある

2.　第２法　ふるい分け法

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

本法は，粒子径分布による粉体や顆粒を対象とした分級法の一つである．織布ふるいを用いるときは，ふるい分けは基本的には粒子をそれらの中間的な粒子径寸法(例えば，幅)によって分級する．機械的ふるい分け法は，粒子の大多数が約75μmより大きい場合に最も適している．比較的小さい粒子については軽量であるので，ふるい分け中に粒子が互いに付着したり，ふるいに付着する結果，ふるいを通過するはずの粒子が残留することになり，付着力や凝集力のような粒子間力に打ち勝つには不十分である．このような物質に対しては，エアー・ジェット法又はソニック・シフター法のような振とう法がより適している．ふるい分け法は，測定法の妥当性が確認できれば、75μmより小さい中位径を持つ粉体や顆粒についても用いることができる．ふるい分け法は，通常，比較的粗大な粉体や顆粒を分級するための方法である．本法は，粉体や顆粒が粒子径のみに基づいて分級される場合には特に適切な方法であり，ほとんどの場合，乾燥状態で行う．

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

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

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

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

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

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

2.1.　操作

2.1.1.　試験用ふるい

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

ふるいは，試料中の全粒子径範囲をカバーできるように選択する．ふるい目開き面積の $\sqrt{2}$ 級数を持つ一群のふるいを用いるのがよい．これらのふるいは，最も粗いふるいを最上段に，最も細かいふるいを最下段にして組み立てる．試験用ふるいの目開きの表示には，μm又はmmを用いる[注：メッシュ番号は表中で換算する場合のみに用いる]．試験用ふるいはステンレス網製であるが，真鍮製又は他の適切な不活性の網であってもよい．

表3.04－1　関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法

ISO　公称ふるい番号			USP ふるい番号	推奨される USP ふるい (microns)	EP ふるい番号	日本薬局方ふるい番号
主要寸法	補助寸法					
R20/3	R20	R40/3				
11.20mm	11.20mm	11.20mm			11200	
	10.00mm					
		9.50mm				
	9.00mm					
8.00mm	8.00mm	8.00mm				
	7.10mm					
		6.70mm				
	6.30mm					
5.60mm	5.60mm	5.60mm			5600	3.5
	5.00mm					
		4.75mm				4
	4.50mm					
4.00mm	4.00mm	4.00mm	5	4000	4000	4.7
	3.55mm					
		3.35mm	6			5.5
	3.15mm					
2.80mm	2.80mm	2.80mm	7	2800	2800	6.5
	2.50mm					
		2.36mm	8			7.5
	2.24mm					
2.00mm	2.00mm	2.00mm	10	2000	2000	8.6
	1.80mm					
		1.70mm	12			10
	1.60mm					
1.40mm	1.40mm	1.40mm	14	1400	1400	12
	1.25mm					
		1.18mm	16			14
	1.12mm					
1.00mm	1.00mm	1.00mm	18	1000	1000	16
	900μm					
		850μm	20			18
	800μm					
710μm	710μm	710μm	25	710	710	22
	630μm					
		600μm	30			26
	560μm					
500μm	500μm	500μm	35	500	500	30
	450μm					
		425μm	40			36
	400μm					
355μm	355μm	355μm	45	355	355	42
	315μm					
		300μm	50			50
	280μm					
250μm	250μm	250μm	60	250	250	60
	224μm					
		212μm	70			70
	200μm					
180μm	180μm	180μm	80	180	180	83
	160μm					
		150μm	100			100
	140μm					
125μm	125μm	125μm	120	125	125	119
	112μm					
		106μm	140			140
	100μm					
90μm	90μm	90μm	170	90	90	166
	80μm					
		75μm	200			200
	71μm					
63μm	63μm	63μm	230	63	63	235
	56μm					
		53μm	270			282
	50μm					
45μm	45μm	45μm	325	45	45	330
	40μm					
		38μm			38	391

2.1.1.1.　試験用ふるいの校正

ISO 3310－1[2)]に準じて行う．ふるいは使用前に著しい歪みや破断がないか，また，特に網面と枠の接合部についても注意深く検査しておく．網目の平均目開きや目開きの変動を評価する場合には、目視で検査してもよい．また，212～850μmの範囲内にある試験用ふるいの有効目開きを評価する際には，標準ガラス球を代用してもよい．各条中で別に規定するもののほか，ふるいの校正は調整された室温と環境相対湿度下で行う．

2.1.1.2.　ふるいの洗浄

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

2.1.2.　測定用試料

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

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

2.1.3.　振とう法

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

での粒子の飛散を利用してもよい．測定結果には，用いた振とう法と振とうに関係するパラメータ(これらを変化させることができる場合には)を記載しておかねばならない．

2.1.4.　終点の決定

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

2.2.　ふるい分け法

2.2.1.　機械的振とう法(乾式ふるい分け法)

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

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

いずれかのふるいの上に残留している粒子が単一粒子ではなく凝集体であり，機械的乾式ふるい分け法を用いても良好な再現性が期待できない場合には，他の粒子径測定法を用いる．

2.2.2.　気流中飛散法(エアー・ジェット法及びソニック・シフター法)

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

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

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

2.3.　結果の解析

個々のふるい上及び受け皿中に残留している試料の質量に加えて，試験記録には全試料質量，全ふるい分け時間，正確なふるい分け法及び変数パラメータに関する値を記載しておかねばならない．試験結果は積算質量基準分布に変換すると便利である．また，分布を積算ふるい下質量基準で表示するのが望ましい場合には，用いたふるい範囲に全試料が通過するふるいを含めておく．いずれかの試験ふるいについて，ふるい分け中にふるい上に残留している試料の凝集体の生成が確認された場合は，ふるい分け法は意味がない．

[1] 粒子径測定，試料量及びデータ解析に関するその他の情報は，例えば，ISO 9276において利用できる．

[2] International Organization for Standardization (ISO) Specification ISO 3310－1 ; Test sieves－Technical requirements and testing

4.　生物学的試験法／生化学的試験法／微生物学的試験法

4.01　エンドトキシン試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

エンドトキシン試験法は，カブトガニ(*Limulus polyphemus*又は*Tachypleus tridentatus*)の血球抽出成分より調製されたライセート試薬を用いて，グラム陰性菌由来のエンドトキシンを検出又は定量する方法である．本法には，エンドトキシンの作用によるライセート試液のゲル形成を指標とするゲル化法及び光学的変化を指標とする光学的測定法がある．光学的測定法には，ライセート試液のゲル化過程における濁度変化を指標とする比濁法，及び合成基質の加水分解による発色を指標とする比色法がある．

エンドトキシン試験は，ゲル化法，比濁法又は比色法によって行う．ただし，その結果について疑義がある場合又は係争が生じた場合は，別に規定するもののほか，ゲル化法によって最終の判定を行う．

本法はエンドトキシンによる汚染を避けて行う．

1.　器具

試験に用いるすべてのガラス製及びその他の耐熱性器具は，有効とされている方法により乾熱処理を行う．通例，少なくとも250℃で30分間の乾熱処理を行う．また，マルチウエルプレート及びマイクロピペット用チップなどのプラスチック製品を

用いる場合は，エンドトキシンが検出されないこと及びエンドトキシン試験に対する干渉作用のないことが確認されたものを用いる．

2. 溶液の調製

2.1. エンドトキシン標準原液の調製

エンドトキシン標準原液はエンドトキシン標準品をエンドトキシン試験用水で溶解して調製する．エンドトキシン標準品の力価は，世界保健機関のエンドトキシン国際標準品を基準として標定される．なお，エンドトキシン単位はEUで示し，1EUは1エンドトキシン国際単位(IU)に等しい．

2.2. エンドトキシン標準溶液の調製

エンドトキシン標準溶液はエンドトキシン標準原液を十分に振り混ぜた後，エンドトキシン試験用水で希釈して調製する．エンドトキシン標準溶液は，エンドトキシンの容器への吸着を避けるため，できるだけ速やかに使用する．

2.3. 試料溶液の調製

別に規定するもののほか，被検試料をエンドトキシン試験用水で溶解又は希釈し，試料溶液とする．ライセート試液と試料溶液の混液のpHが用いるライセート試薬に規定されるpH範囲になるように，試料溶液のpHの調整を必要とする場合もある．通例，試料溶液のpHは，6.0～8.0の範囲にあればよい．pHの調整に用いる試液又は溶液はエンドトキシン試験用水を用いて調製し，エンドトキシンが検出されない容器に保存する．これらの試液又は溶液は，エンドトキシンが検出されないこと，及び反応干渉因子を含まないことが保証されたものでなければならない．

3. 最大有効希釈倍数の求め方

最大有効希釈倍数とは，試料溶液中に存在する反応干渉因子の影響を希釈により回避できるとき，許容される試料溶液の最大の希釈倍数である．

最大有効希釈倍数は，次の式によって求める．

最大有効希釈倍数
＝(エンドトキシン規格値×試料溶液の濃度)／λ

エンドトキシン規格値：注射剤のエンドトキシン規格値は，投与量に基づいて規定されており，K/Mに等しい．なお，Kは発熱を誘起するといわれる体重1kg当たりのエンドトキシンの量(EU/kg)であり，Mは体重1kg当たり1回に投与される注射剤の最大量である．ただし，注射剤が頻回又は持続的に投与される場合は，Mは1時間以内に投与される注射剤の最大総量とする．

試料溶液の濃度：試料溶液の濃度の単位は，エンドトキシン規格値が質量当たり(EU/mg)で規定されている場合はmg/mL，当量当たり(EU/mEq)で規定されている場合はmEq/mL，生物学的単位当たり(EU/単位)で規定されている場合は単位/mL，容量当たり(EU/mL)で規定されている場合はmL/mLである．

λ：ゲル化法の場合はライセート試薬の表示感度(EU/mL)であり，比濁法又は比色法の場合は検量線の最小エンドトキシン濃度(EU/mL)である．

4. ゲル化法

本法は，エンドトキシンの存在によるライセート試液の凝固反応に基づいて，エンドトキシンを検出又は定量する方法である．

本法の精度と有効性を保証するために，「4.1.予備試験」として「4.1.1.ライセート試薬の表示感度確認試験」及び「4.1.2.反応干渉因子試験」を行う．

4.1. 予備試験

4.1.1. ライセート試薬の表示感度確認試験

ライセート試薬の表示感度とは，ライセート試薬に規定されている条件下でのライセート試液の凝固に必要な最小エンドトキシン濃度である．ライセート試薬は各ロットにつき，使用する前にその表示感度λを確認しなければならない．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

ライセート試薬の表示感度の確認は，次の方法により行う．

エンドトキシン標準原液をエンドトキシン試験用水で希釈し，2λ，1λ，0.5λ及び0.25λの4種の濃度のエンドトキシン標準溶液を調製する．

ライセート試液及びそれと等しい量，通例，0.1mLのエンドトキシン標準溶液を試験管にとり，混和する．単回試験用の凍結乾燥ライセート試薬を用いる場合は，その容器にエンドトキシン標準溶液を直接加え，ライセート試薬を溶解する．

これらの試験管又は容器を通例，37±1℃に保ち，振動を避けて60±2分間静置した後，穏やかに約180°転倒し，内容物を観察する．流出しない堅固なゲルが形成されているとき，陽性とする．ゲルを形成しないか，又は形成したゲルが流出するとき，陰性とする．

調製した4種の濃度のエンドトキシン標準溶液を用いて，この4種の液を一組とした試験を4回行う．

各回の試験において，濃度0.25λのエンドトキシン標準溶液がすべて陰性を示すとき，試験は有効である．試験が有効でないときは，試験条件を整備して再試験を行う．

各回の試験において，陽性を示す最小エンドトキシン濃度をエンドポイント濃度とし，次の式によって4回の試験の幾何平均エンドポイント濃度を求める．

幾何平均エンドポイント濃度＝antilog($\Sigma e/f$)

Σe：各回のエンドポイント濃度の対数eの和
f：試験の回数

求めた幾何平均エンドポイント濃度が0.5～2λの範囲にあるとき，ライセート試薬の表示感度は確認されたと判定し，以下の試験にはその表示感度を用いる．

4.1.2. 反応干渉因子試験

本試験は，試料溶液について，反応を促進又は阻害する因子の有無を調べる試験である．

表4.01－1に従い，A，B，C及びD液を調製し，A及びB液は4回，C及びD液は2回試験する．反応温度，反応時間及びゲル化判定法は，4.1.1.に従う．

B液及びC液の幾何平均エンドポイント濃度は，4.1.1.の計算式を準用して求める．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

A及びD液の試験結果がすべて陰性で，C液の試験結果によりライセート試薬の表示感度が確認されたとき，反応干渉因子試験は有効とする．

B液の試験結果において幾何平均エンドポイント濃度が0.5～2λの範囲にあるとき，反応干渉因子は試料溶液に存在しないものと判定し，試料溶液は反応干渉因子試験に適合とする．幾何平均エンドポイント濃度がこの範囲にないとき，試料溶液は反応干渉作用を有する．試料溶液に反応干渉作用が認められるとき，最大有効希釈倍数を超えない範囲で試料溶液を更に希釈し，試験を行う．より高感度のライセート試薬を用いることにより，被検試料の最大有効希釈倍数をより大きくすることができる．なお，試料溶液から反応干渉作用を除くために，試料溶液又は希釈した試料溶液につき，適切な処理(ろ過，反応干渉因子の中和，透析又は加熱処理など)を施すことができる．ただし，処理によりエンドトキシンが損失しないことを保証するために，エンドトキシンを添加した試料溶液に当該の処理を施すことにより，上記の試験に適合する結果が得られることを確認する．

表4.01－1

液	エンドトキシン濃度／被添加液	希釈液	希釈倍数	エンドトキシン濃度	試験の回数
A*1	0／試料溶液	－	－	－	4
B*2	2λ／試料溶液	試料溶液	1 2 4 8	2λ 1λ 0.5λ 0.25λ	4
C*3	2λ／エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	2λ 1λ 0.5λ 0.25λ	2
D*4	0／エンドトキシン試験用水	－	－	－	2

*1　陰性対照．試料溶液のみ．
*2　反応干渉因子試験のための，標準エンドトキシンを添加した試料溶液．
*3　ライセート試薬の表示感度確認のためのエンドトキシン標準溶液．
*4　陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

4.2.　限度試験法

本法は，被検試料が各条に規定されたエンドトキシン規格を超えるエンドトキシンを含むか否かを，ライセート試薬の表示感度に基づいてゲル化反応により判定する方法である．

4.2.1.　操作法

表4.01－2に従い，A，B，C及びD液を調製し，これらの4種の液を一組として試験を2回行う．A及びB液の試料溶液は，4.1.2.に適合する溶液を用いる．

反応温度，反応時間及びゲル化判定は，4.1.1.に準じる．

表4.01－2

液	エンドトキシン濃度／被添加液	試験の回数
A*1	0／試料溶液	2
B*2	2λ／試料溶液	2
C*3	2λ／エンドトキシン試験用水	2
D*4	0／エンドトキシン試験用水	2

*1　限度試験のための試料溶液．最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈することができる．
*2　陽性対照．A液と同倍数で希釈された試料溶液で，終濃度2λとなるように標準エンドトキシンを添加したもの．
*3　陽性対照．濃度2λのエンドトキシン標準溶液．
*4　陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

4.2.2.　判定

B及びC液の2回の試験結果がいずれも陽性で，D液の2回の試験結果がいずれも陰性のとき，試験は有効とする．

A液の2回の試験結果がいずれも陰性のとき，被検試料はエンドトキシン試験に適合とし，いずれも陽性のとき，不適とする．

A液の2回の試験結果において，1回が陰性で他の1回が陽性のとき，この2回の試験を繰り返し行う．その2回の試験結果がいずれも陰性のとき，被検試料はエンドトキシン試験に適合とする．両方又は一方が陽性の場合は不適とする．

ただし，陽性の結果が得られたいずれの場合でも，試料溶液の希釈倍数が最大有効希釈倍数未満の場合，最大有効希釈倍数又はそれを超えない希釈倍数で試験をやり直すことができる．

4.3.　定量試験法

本法は，被検試料のエンドトキシン濃度をゲル化反応のエンドポイントを求めることにより測定する方法である．

4.3.1.　操作法

表4.01－3に従い，A，B，C及びD液を調製する．これらの4種の液を一組として試験を2回行う．A及びB液の試料溶液は，4.1.2.に適合する溶液を用いる．

試験の操作条件は4.1.1.に準じる．

表4.01－3

液	エンドトキシン濃度／被添加液	希釈液	希釈倍数	エンドトキシン濃度	試験の回数
A*1	0／試料溶液	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	－ － － －	2
B*2	2λ／試料溶液	－	1	2λ	2
C*3	2λ／エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	2λ 1λ 0.5λ 0.25λ	2
D*4	0／エンドトキシン試験用水	－	－	－	2

*1　定量試験のための試料溶液．段階希釈倍数は，最大有効希釈倍数を超えない範囲で適宜変更することができる．
*2　陽性対照．A液の最小希釈倍数と同倍数で希釈された試料溶液に，終濃度2λとなるように標準エンドトキシンを添加したもの．
*3　ライセート試薬の表示感度確認のためのエンドトキシン標準溶液．
*4　陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

4.3.2.　エンドトキシン濃度の算出及び判定

2回の試験のいずれの結果においても，D液は陰性を，B液は陽性を示し，C液の幾何平均エンドポイント濃度が0.5～2λの範囲にあるとき，試験は有効とする．

A液の希釈系列において，陽性を示す最大の希釈倍数をエンドポイントとし，λにエンドポイントにおける希釈倍数を乗じて得た値を試料溶液のエンドトキシン濃度とする．

A液の希釈系列の中に陽性を示すものがないとき，試料溶液のエンドトキシン濃度はλにA液の最小希釈倍数を乗じた値未満とする．

A液の希釈系列のすべてが陽性のとき，試料溶液のエンドトキシン濃度は，λにA液の最大希釈倍数を乗じた値以上とする．

試料溶液のエンドトキシン濃度から，被検試料のエンドトキシン濃度(EU/mL，EU/mg，EU/mEq又はEU/単位)を算出する．

2回の試験により被検試料について求めた二つのエンドトキシン濃度(EU/mL，EU/mg，EU/mEq又はEU/単位)のいずれもが，医薬品各条に規定されたエンドトキシン規格を満たすとき，被検試料はエンドトキシン試験に適合とする．

5.　光学的定量法

5.1.　比濁法

本法は，ライセート試液のゲル化に伴う濁度の変化を測定することにより，被検試料のエンドトキシン濃度を測定する方法である．エンドポイントー比濁法とカイネティックー比濁法がある．

エンドポイントー比濁法は，エンドトキシン濃度と一定反応時間後における反応液の濁度との間の用量反応関係に基づく方法である．

カイネティックー比濁法は，エンドトキシン濃度と反応液があらかじめ設定された濁度に達するのに要した時間又は濁度の経時変化率との間の用量反応関係に基づく方法である．

試験は，通例，37±1℃で行い，濁度は吸光度又は透過率で示される．

5.2.　比色法

本法は，エンドトキシンのライセート試液との反応により，発色合成基質から遊離される発色基の量を吸光度又は透過率で測定することにより，エンドトキシンを定量する方法である．エンドポイントー比色法とカイネティックー比色法がある．

エンドポイントー比色法は，エンドトキシン濃度と一定反応時間後における発色基の遊離量との間の用量反応関係に基づく方法である．

カイネティックー比色法は，エンドトキシン濃度と反応液があらかじめ設定された吸光度又は透過率に達するのに要する時間又は発色の経時変化率との間の用量反応関係に基づく方法である．

試験は，通例，37±1℃で行う．

5.3.　予備試験

比濁法又は比色法の精度と有効性を保証するために，「5.3.1.検量線の信頼性確認試験」及び「5.3.2.反応干渉因子試験」を行う．

5.3.1.　検量線の信頼性確認試験

ライセート試薬は各ロットにつき，使用する前にその検量線の信頼性を確認しなければならない．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

用いるライセート試薬に規定されているエンドトキシンの濃度範囲内で，少なくとも3種の濃度のエンドトキシン標準溶液を調製し，これらの各濃度の溶液につき，3回以上測定して検量線を作成する．エンドトキシン標準溶液とライセート試液の容量比，反応時間，反応温度，pHなどの操作条件は用いるライセート試薬の至適条件に従う．

検量線の濃度範囲を2桁より大きくするとき，1桁大きくするごとに用いるエンドトキシン標準溶液の濃度を1濃度ずつ追加する．

作成した検量線の相関係数rを求め，その絶対値$|r|$が0.980以上であるとき，検量線の信頼性は確認されたと判定する．

検量線の信頼性が確認されなかったときは，試験条件を整備して再試験を行う．

5.3.2.　反応干渉因子試験

表4.01－4に従い，A，B，C及びD液を調製して，試験を行う．ライセート試液の採取量，ライセート試液に対する試料溶液の容量比，反応時間などの操作条件は，用いるライセート試薬の至適条件に従う．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

表4.01－4

液	エンドトキシン濃度	被添加液	試験管又はウエルの数
A*1	0	試料溶液	2以上
B*2	検量線の中点濃度*2	試料溶液	2以上
C*3	3濃度以上	エンドトキシン試験用水	各濃度，2以上
D*4	0	エンドトキシン試験用水	2以上

*1　試料溶液のみ(試料溶液のエンドトキシン濃度測定用)．最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈することができる．
*2　A液と同倍数で希釈された試料溶液で，検量線の中点又は中点付近のエンドトキシン濃度になるように標準エンドトキシンを添加したもの．
*3　5.3.1.で用いた各種濃度のエンドトキシン標準溶液(検量線作成用)．
*4　陰性対照．エンドトキシン試験用水のみ．

本試験は次の二つの条件に適合するとき，有効である．

1. C液で作成した検量線の相関係数の絶対値は0.980以上である．
2. D液の測定結果は，ライセート試薬に設定されている空試験の限度値を超えないか，又はエンドトキシンの検出限界未満である．

B液で測定されたエンドトキシン濃度とA液で測定されたエンドトキシン濃度の差に基づいて，B液の添加エンドトキシン濃度に対するエンドトキシンの回収率を計算する．添加エンドトキシンの回収率が50～200%の範囲にあるとき，反応干渉因子は試料溶液に存在しないと判定し，反応干渉因子試験に適合とする．

エンドトキシンの回収率が規定の範囲にないとき，試料溶液は反応干渉作用を有する．試料溶液に反応干渉作用が認められるとき，最大有効希釈倍数を超えない範囲で試料溶液を更に希釈し，試験を行う．なお，試料溶液又は最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈した試料溶液から反応干渉因子を除くために，適切な処理(ろ過，反応干渉因子の中和，透析又は加熱処理など)を施すことができる．ただし，処理によりエンドトキシンが損失しないことを保証するために，エンドトキシンを添加した試料溶液に当該の処理を施すことにより，上記の試験に適合する結果が得られることを確認する．

5.4.　定量

5.4.1.　操作法

表4.01－4に示すA，B，C及びD液を調製し，5.3.2.に準じて操作する．

5.4.2.　エンドトキシン濃度の算出

C液で作成した検量線を用い，A液の平均エンドトキシン濃度を算出する．

本試験は次のすべての条件に適合するとき，有効である．

1. C液で作成した検量線の相関係数の絶対値は0.980以上である．
2. B液で測定されたエンドトキシン濃度とA液で測定されたエンドトキシン濃度の差に基づいて，B液の添加エンドトキシン濃度に対するエンドトキシンの回収率を計算するとき，その回収率は50～200%の範囲にある．
3. D液の結果が，ライセート試薬に設定されている空試験の

限度値を超えないか，又はエンドトキシンの検出限界未満である．

5.4.3.　判定

A液の平均エンドトキシン濃度に基づき，被検試料のエンドトキシンの濃度(EU/mL，EU/mg，EU/mEq又はEU/単位)を求め，その値が医薬品各条に規定されたエンドトキシン規格を満たすとき，被検試料はエンドトキシン試験に適合とする．

4.02　抗生物質の微生物学的力価試験法

抗生物質の微生物学的力価試験法は抗生物質医薬品の力価を抗生物質の抗菌活性に基づいて測定する方法である．本法には，試験菌の発育阻止円の大きさを指標とする円筒平板法及び穿孔平板法，並びに試験菌液の濁度の変化を指標とする比濁法がある．別に規定するもののほか，円筒平板法により規定される試験については，同じ試験条件により穿孔平板法で実施することができる．本法で使用する水，生理食塩液，緩衝液，試薬・試液及び計器・器具は，必要に応じて滅菌したものを用いる．また，本試験を行うに当たっては，バイオハザード防止に十分に留意する．

1.　円筒平板法

本法は円筒カンテン平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標として，抗菌活性を測定する方法である．

1.1.　試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる．

1.2.　培地

別に規定するもののほか，次の組成の培地を用いる．ただし，培地の成分として単にペプトンと記載してある場合は，肉製ペプトン又はカゼイン製ペプトンのいずれを用いてもよい．培地のpHは水酸化ナトリウム試液又は1mol/L塩酸試液を用いて調整し，滅菌後のpHが規定の値になるようにする．ただし，*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる試験の培地のpHは，アンモニア試液，水酸化カリウム試液又は1mol/L塩酸試液を用いて調整する．なお，規定の培地と類似の成分を有し，同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる．別に規定するもののほか，滅菌は高圧蒸気法で行う．

（1）　基層用及び種層用カンテン培地

1）　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633の場合

i

ペプトン	5.0g
肉エキス	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

ii

ペプトン	5.0g
肉エキス	3.0g
クエン酸三ナトリウム二水和物	10.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

2）　試験菌*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763の場合

ブドウ糖	10.0g
ペプトン	9.4g
肉エキス	2.4g
酵母エキス	4.7g
塩化ナトリウム	10.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.0～6.2とする．

3）　その他の試験菌の場合

i

ブドウ糖	1.0g
ペプトン	6.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

ii

ブドウ糖	1.0g
肉製ペプトン	6.0g
カゼイン製ペプトン	4.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

iii

ペプトン	10.0g
肉エキス	5.0g
塩化ナトリウム	2.5g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（2）　試験菌移植用カンテン培地

1）　試験菌*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763の場合

ブドウ糖	15.0g
ペプトン	5.0g
酵母エキス	2.0g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5g
リン酸二水素カリウム	1.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.0～6.2と

する．

2） その他の試験菌の場合

i

ブドウ糖	1.0g
肉製ペプトン	6.0g
カゼイン製ペプトン	4.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

ii

ペプトン	10.0g
肉エキス	5.0g
塩化ナトリウム	2.5g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

1.3. 斜面又は平板培地の調製

別に規定するもののほか，斜面培地はカンテン培地約9mLを内径約16mmの試験管に分注して斜面とし，また平板培地はカンテン培地約20mLを内径約90mmのペトリ皿に分注して平板とする．

1.4. 試験芽胞液及び試験菌液の調製

別に規定するもののほか，次の方法で調製する．なお，試験菌の性状などの確認は必要に応じて実施する．

(i) 試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633の試験芽胞液の調製：試験菌を試験菌移植用カンテン培地2)のiより製した斜面又は平板培地に接種し，32～37℃で16～24時間培養する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地2)のiiより製した適当な容量の斜面又は平板培地に接種し，32～37℃で1週間以上培養して芽胞を形成させる．この芽胞形成菌を生理食塩液に懸濁させ，65℃で30分間加熱した後，遠心分離により芽胞を集める．得られた芽胞を，生理食塩液を用いて遠心分離により3回洗浄した後，水又は生理食塩液に懸濁し，再び65℃で30分間加熱して，試験芽胞液とする．試験芽胞液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．試験芽胞液は5℃以下に保存し，6箇月以内に使用する．なお，試験芽胞液は適当な抗生物質を用いた力価試験で明瞭でかつ適当な大きさの阻止円が形成された場合，更に6箇月間使用することができる．

(ii) 試験菌*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763の試験菌液の調製：試験菌を試験菌移植用カンテン培地1)より製した斜面又は平板培地に接種し，25～26℃で40～48時間，少なくとも3回継代培養する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地1)より製した斜面又は平板培地に接種し，25～26℃で40～48時間培養する．この生育した菌をかきとって生理食塩液に懸濁させて試験菌液とする．試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．試験菌液は5℃以下に保存し，30日以内に使用する．

(iii) その他の試験菌の試験菌液の調製：試験菌を試験菌移植用カンテン培地2)のiより製した斜面又は平板培地に接種し，32～37℃で16～24時間，少なくとも3回継代培養する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地2)のiより製した斜面又は平板培地に接種し，32～37℃で16～24時間培養する．この生育した菌をかきとって生理食塩液に懸濁させて試験菌液とする．試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．試験菌液は5℃以下に保存し，5日以内に使用する．

1.5. 基層カンテン平板の調製

別に規定するもののほか，ペトリ皿の場合は基層用カンテン培地約20mLを，大型皿の場合は培地の厚さが2～3mmとなるように基層用カンテン培地を入れ，カンテンが水平になるように広げて基層カンテン平板とする．

1.6. 種層カンテン培地の調製

別に規定するもののほか，48～51℃に保った種層用カンテン培地に，標準溶液により明瞭でかつ適当な大きさの阻止円を形成する量の試験芽胞液又は試験菌液を加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．通例，種層用カンテン培地に加える芽胞液及び菌液の割合は，それぞれ0.1～1.0vol%及び0.5～2.0vol%とする．

1.7. 円筒カンテン平板の調製

基層カンテン平板の上に医薬品各条に規定された種層カンテン培地をペトリ皿には4～6mL，大型皿にはその厚さが1.5～2.5mmになるように分注し，表面に一様に広げてペトリ皿カンテン平板又は大型皿カンテン平板とする．平板はカンテンの凝固後，清浄な環境下で放置し，ペトリ皿又は大型皿内の水蒸気，カンテン表面の水を発散させる．ペトリ皿カンテン平板上の半径約25～28mmの円周上に，等間隔になるように4個の円筒を置き，ペトリ皿円筒カンテン平板とする．大型皿カンテン平板にはペトリ皿カンテン平板に準ずる位置に円筒をおき，4個の円筒一組でペトリ皿1枚分とし，大型皿円筒カンテン平板とする．円筒は，外径7.9～8.1mm，内径5.9～6.1mm，高さ9.9～10.1mmのステンレス製のもので，試験に支障をきたさないものを用いる．円筒カンテン平板は用時製する．

1.8. 標準溶液

医薬品各条に規定する高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を用いる．標準溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

1.9. 試料溶液

医薬品各条に規定する高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を用いる．試料溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

1.10. 操作法

別に規定するもののほか，通例，ペトリ皿円筒カンテン平板5枚(大型皿円筒カンテン平板の場合はこれに準ずる数)を一組として用いる．各円筒カンテン平板の相対する円筒に高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を等量ずつ入れる．また他の相対する円筒に高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を等量ずつ入れる．なお，それぞれの標準溶液及び試料溶液はすべて等量ずつ入れる．各円筒カンテン平板を32～37℃で16～20時間培養し，形成された阻止円の直径を，適当な用具を用いて，少なくとも0.25mmの差が確認できる精度で測定する．各操作は清浄な環境下で迅速に行う．

1.11. 力価の計算法

円筒内の溶液の力価(P)と阻止円の直径(d)との間には次の関係が成立する．必要に応じ，この関係式が成立することを確認する．

$d = \alpha \log P + \beta$

ただし，α及びβは定数である．

この関係式に基づき，採取した試料中の力価を次式により求める．

採取した試料中の力価
　＝A×高濃度標準溶液1mL中の力価
　　×高濃度試料溶液の希釈倍率

$$\log A = \frac{IV}{W}$$

$I = \log(S_H$の力価／S_Lの力価$)$

$V = \Sigma U_H + \Sigma U_L - \Sigma S_H - \Sigma S_L$

$W = \Sigma U_H + \Sigma S_H - \Sigma U_L - \Sigma S_L$

ただし，ΣS_H，ΣS_L，ΣU_H及びΣU_LはそれぞれS_H(高濃度標準溶液)，S_L(低濃度標準溶液)，U_H(高濃度試料溶液)及びU_L(低濃度試料溶液)の各阻止円の直径(mm)の和である．

2.　穿孔平板法

本法は，穿孔カンテン平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標として，抗菌活性を測定する方法である．

本法は円筒平板法における円筒カンテン平板の代わりに穿孔カンテン平板を用いる方法であり，次の条件で行う．ただし，試験菌，培地，斜面又は平板培地の調製，試験芽胞液及び試験菌液の調製，基層カンテン平板の調製，種層カンテン培地の調製，標準溶液，試料溶液及び力価の計算法は円筒平板法を準用する．

2.1.　穿孔カンテン平板の調製

基層カンテン平板の上に医薬品各条に規定された種層カンテン培地をペトリ皿には4～6mL，大型皿にはその厚さが1.5～2.5mmになるように分注し，表面に一様に広げてペトリ皿カンテン平板又は大型皿カンテン平板とする．カンテンの凝固後，清浄な環境下で放置し，ペトリ皿又は大型皿内の水蒸気，カンテン表面の水を発散させる．ペトリ皿カンテン平板上の半径約25～28mmの円周上に，等間隔になるように，皿の底面に達する直径7.9～8.1mmの円形の孔を，適当な用具を用いて4個あけ，ペトリ皿穿孔カンテン平板とする．大型皿カンテン平板にはペトリ皿カンテン平板に準ずる位置に孔をあけ，4孔一組でペトリ皿1枚分とし，大型皿穿孔カンテン平板とする．穿孔カンテン平板は用時製する．

2.2.　操作法

別に規定するもののほか，通例，ペトリ皿穿孔カンテン平板5枚(大型皿穿孔カンテン平板の場合はこれに準ずる数)を一組として用いる．各穿孔カンテン平板の相対する孔に高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を等量ずつ入れる．また他の相対する孔に高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を等量ずつ入れる．なお，それぞれの標準溶液及び試料溶液はすべて等量ずつ入れる．各穿孔カンテン平板を32～37℃で16～20時間培養し，形成された阻止円の直径を適当な用具を用いて，少なくとも0.25mmの差が確認できる精度で測定する．各操作は清浄な環境下で迅速に行う．

3.　比濁法

本法は，試験菌の発育阻止に伴う濁度の光学的な変化を指標として，抗菌活性を測定する方法である．

3.1.　試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる．

3.2.　培地

別に規定するもののほか，次の組成の培地を用いる．ただし，培地の成分として単にペプトンと記載してある場合は，肉製ペプトン又はカゼイン製ペプトンのいずれかを用いてもよい．培地のpHは水酸化ナトリウム試液又は1mol/L塩酸試液を用いて調整し，滅菌後のpHが規定の値になるようにする．なお，規定の培地と類似の成分を有し，同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる．別に規定するもののほか，滅菌は高圧蒸気法で行う．

（1）　試験菌移植用カンテン培地

ブドウ糖	1.0g
ペプトン	6.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	3.0g
塩化ナトリウム	2.5g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（2）　試験菌懸濁用液状培地

ブドウ糖	1.0g
ペプトン	5.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	1.5g
塩化ナトリウム	3.5g
リン酸二水素カリウム	1.32g
無水リン酸水素二ナトリウム	3.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは7.0～7.1とする．なお，無水リン酸水素二ナトリウム3.0gの代わりにリン酸水素二カリウム3.68gを用いることができる．

3.3.　斜面又は平板培地の調製

別に規定するもののほか，円筒平板法の斜面又は平板培地の調製を準用する．

3.4.　試験菌液の調製

別に規定するもののほか，試験菌を試験菌移植用カンテン培地より製した斜面又は平板培地に接種し，32～37℃で16～24時間，少なくとも3回継代培養する．なお，試験菌の性状などの確認は必要に応じて実施する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地より製した斜面又は平板培地に接種し，32～37℃で16～24時間培養する．この生育した菌をかきとって試験菌懸濁用液状培地に懸濁させて試験菌液とする．試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．

3.5.　標準溶液

医薬品各条で規定する標準溶液を用いる．標準溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

3.6.　試料溶液

医薬品各条で規定する試料溶液を用いる．試料溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

3.7.　操作法

別に規定するもののほか，次のように行う．各標準溶液，試料溶液及び対照溶液として水1.0mLずつをとり，それぞれ内径約14mm，長さ約13cmの試験管3本ずつに入れる．各試験管に

試験菌液9.0mLずつを加え，35～37℃で3～4時間培養する．培養後，ホルムアルデヒド液溶液(1→3)0.5mLずつを各試験管に加え，波長530nmにおける透過率又は吸光度を測定する．

3.8.　**力価の計算法**

各標準溶液，試料溶液及び対照溶液の平均透過率又は平均吸光度を求める．各標準溶液から得た平均透過率又は平均吸光度より検量線を作成し，この検量線を用いて，試料溶液の平均透過率又は平均吸光度より試料溶液の力価を求める．

なお，等比的5段階濃度の標準溶液を用いる場合は，次の式によってL値及びH値を求め，この2点を結ぶ直線を検量線とすることができる．

$$L=\frac{3a+2b+c-e}{5}$$

$$H=\frac{3e+2d+c-a}{5}$$

L：標準曲線の最低濃度における透過率又は吸光度の計算値

H：標準曲線の最高濃度における透過率又は吸光度の計算値

a，b，c，d及びe：各標準溶液の平均透過率又は平均吸光度．ただし，最低濃度標準溶液の平均値をaとし，次いで等比的に濃度の高い標準溶液の平均値をb，c，dとし，最高濃度標準溶液の平均値をeとする．

4.03　消化力試験法

消化力試験法は，消化酵素剤の原体及び製剤のでんぷん消化力，たん白消化力及び脂肪消化力を測定する方法である．

1.　**でんぷん消化力試験法**

でんぷん消化力の測定は，次のでんぷん糖化力測定法，でんぷん糊精化力測定法又はでんぷん液化力測定法により行う．

1.1.　**でんぷん糖化力測定法**

でんぷん糖化力は，でんぷんにアミラーゼが作用するとき，グルコシド結合の切断に伴って増加する還元力を測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1分間に1mgのブドウ糖に相当する還元力の増加をもたらす酵素量を1でんぷん糖化力単位とする．

1.1.1.　**試料溶液の調製**

操作法により試験するとき，還元力の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，0.4～0.8でんぷん糖化力単位/mLである．必要ならばろ過する．

1.1.2.　**基質溶液の調製**

でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．ただし，必要ならばpH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLの代わりに医薬品各条で規定する緩衝液又は塩類溶液10mLを加える．

1.1.3.　**操作法**

基質溶液10mLを正確に量り，37±0.5℃で10分間加温した後，試料溶液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を37±0.5℃で正確に10分間放置した後，でんぷん消化力試験用フェーリング試液のアルカリ性酒石酸塩液2mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．次に，でんぷん消化力試験用フェーリング試液の銅液2mLを正確に加え，軽く振り混ぜた後，水浴中で正確に15分間加熱し，直ちに25℃以下に冷却する．次に，濃ヨウ化カリウム試液2mL及び薄めた硫酸(1→6)2mLを正確に加え，遊離したヨウ素を0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(a mL)．ただし，滴定の終点は，滴定が終点近くなったとき，溶性デンプン試液1～2滴を加え，生じた青色が脱色するときとする．別に，基質溶液の代わりに水10mLを正確に量り，同様に操作して滴定〈2.50〉する(b mL)．

$$\text{でんぷん糖化力(単位/g)}=\text{ブドウ糖の量(mg)}\times\frac{1}{10}\times\frac{1}{M}$$

$$\text{ブドウ糖の量(mg)}=(b-a)\times1.6$$

M：試料溶液1mL中の試料の量(g)

1.2.　**でんぷん糊精化力測定法**

でんぷん糊精化力は，でんぷんにアミラーゼが作用するとき，でんぷんの直鎖成分(アミロース)の低分子化に伴うでんぷんのヨウ素による呈色の減少を測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1分間にバレイショデンプンのヨウ素による呈色を10%減少させる酵素量を1でんぷん糊精化力単位とする．

1.2.1.　**試料溶液の調製**

操作法により試験するとき，でんぷんのヨウ素による呈色の減少が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，0.2～0.5でんぷん糊精化力単位/mLである．必要ならばろ過する．

1.2.2.　**基質溶液の調製**

でんぷん糖化力測定法に準じて調製する．

1.2.3.　**操作法**

基質溶液10mLを正確に量り，37±0.5℃で10分間加温した後，試料溶液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を37±0.5℃で正確に10分間放置した後，この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液10mLに加え，直ちに振り混ぜる．次に，この液0.5mLを正確に量り，0.0002mol/Lヨウ素試液10mLを正確に加え，振り混ぜた後，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長660nmにおける吸光度A_Tを測定する．別に，試料溶液の代わりに水1mLを正確に加えて同様に操作し，吸光度A_Bを測定する．

$$\text{でんぷん糊精化力(単位/g)}=\frac{A_B-A_T}{A_B}\times\frac{1}{M}$$

M：試料溶液1mL中の試料の量(g)

1.3.　**でんぷん液化力測定法**

でんぷん液化力は，でんぷんにアミラーゼが作用するとき，でんぷんの低分子化に伴う粘度の低下を測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1分間にバレイショデンプン1gに相当する基質溶液の粘度を50%ショ糖標準液の粘度の2倍から1倍に減少させる酵素量を1でんぷん液化力単位とする．

1.3.1.　**試料溶液の調製**

操作法により試験するとき，粘度の低下が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品

各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，0.15～0.25でんぷん液化力単位/mLである．

1.3.2.　**基質溶液の調製**

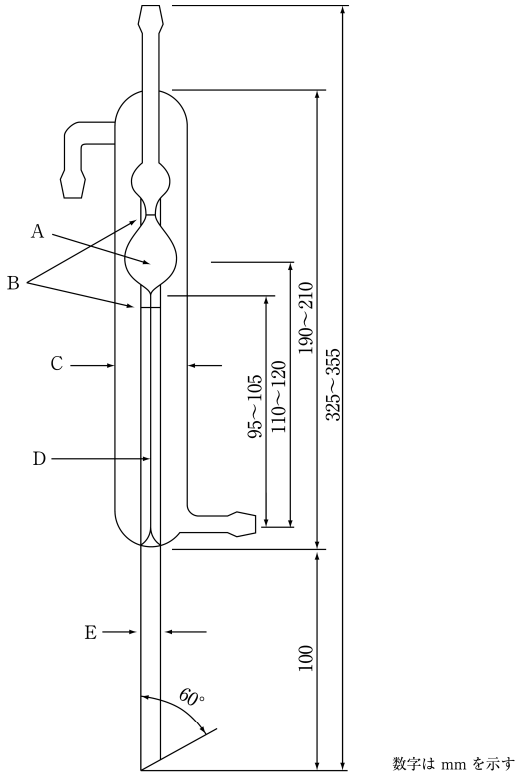
あらかじめ，バレイショデンプン約1gを精密に量り，105℃で2時間乾燥し，その減量を測定する．その換算した乾燥物15.00gに対応するバレイショデンプンを正確に量り，水300mLを加え，よく振り混ぜながら，徐々に2mol/L水酸化ナトリウム試液25mLを加えてのり状とし，時々振り混ぜながら水浴中で10分間加熱する．冷後，2mol/L塩酸試液で正確に中和し，医薬品各条に規定する緩衝液50mL及び水を加えて正確に500gとする．用時製する．

1.3.3.　**50%ショ糖標準液の調製**

白糖50.0gを水50.0mLに溶かす．

1.3.4.　**操作法**

50%ショ糖標準液50mLを100mLの三角フラスコに入れ，37±0.5℃の恒温槽中に15分間放置した後，図4.03－1に示す粘度計をその下端がフラスコ底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け，恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる．50%ショ糖標準液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後，重力により流下させ，上下の標線間の流下時間(t_1秒)を測定する．次に，基質溶液50gを100mLの三角フラスコに正確に量りとり，37±0.5℃の恒温槽中に20分間放置した後，試料溶液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜ，粘度計をその下端がフラスコの底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け，恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる．時々，反応液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後，重力により流下させ，上下の標線間の流下時間(t秒)を測定し，tがt_1より短くなるまで繰り返す．測定のつど，試料溶液を加えたときから液面が上の標線を通過するときまでの時間(T'秒)を記録する．($T'+t/2$)をtに対応する反応時間(T)とし，tとTの曲線を描き，内挿によりt_1及び($2\times t_1$)に対応するT_1及びT_2を求める．



A：球容量5mL
B：標線
C：外径30mm
D：毛細管内径1.25～1.30mm
E：外径8mm

図4.03－1

$$\text{でんぷん液化力(単位/g)}=\frac{60}{T_1-T_2}\times\frac{1.5}{M}$$

M：試料溶液1mL中の試料の量(g)

2.　**たん白消化力試験法**

たん白消化力は，カゼインにプロテアーゼが作用するとき，ペプチド結合の切断に伴って増加する酸可溶性低分子分解産物の量をフォリン反応で比色測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1分間にチロシン1μgに相当するフォリン試液呈色物質の増加をもたらす酵素量を1たん白消化力単位とする．

2.1.　**試料溶液の調製**

操作法により試験するとき，非たん白性のフォリン試液呈色物質の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，15～30たん白消化力単位/mLである．

2.2.　**チロシン検量線**

チロシン標準品を105℃で3時間乾燥し，その50mgを正確に量り，0.2mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液1mL，2mL，3mL及び4mLを正確に量り，それぞれに0.2mol/L塩酸試液を加え，正確に100mLとする．それぞれの液2mLを正確に量り，0.55mol/L炭酸ナトリウム試液5mL及び薄めたフォリン試液(1→3)1mLをそれぞれ正確に加え，直ちに振り混ぜ，37±0.5℃で30分間放置した後，これらの液につき，0.2mol/L塩酸試液2mLを正確に量り，同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長660nmにおける吸光度A_1，A_2，A_3及びA_4を測定する．縦軸に吸光度A_1，A_2，A_3及びA_4を，横軸にそれぞれの液2mL中のチロシン量(μg)をとり，検量線を作成する．吸光度差1に対するチロシン量(μg)を求める．

2.3.　**基質溶液の調製**

(ⅰ)　基質溶液1：カゼイン(乳製)約1gを精密に量り，105℃で2時間乾燥し，その減量を測定する．その換算した乾燥物1.20gに対応するカゼイン(乳製)を正確に量り，乳酸試液12mL及び水150mLを加え，水浴中で加温して溶かす．流水で冷却した後，1mol/L塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定したpHに調整し，水を加えて正確に200mLとする．用時製する．

(ⅱ)　基質溶液2：カゼイン(乳製)約1gを精密に量り，105℃で2時間乾燥し，その減量を測定する．その換算した乾燥物1.20gに対応するカゼイン(乳製)を正確に量り，0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液160mLを加え，水浴中で加温して溶かす．流水で冷却した後，1mol/L塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定したpHに調整し，水を加えて正確に200mLとする．用時製する．

2.4.　沈殿試液の調製

(ⅰ)　トリクロロ酢酸試液A：トリクロロ酢酸7.20gを水に溶かし，100mLとする．

(ⅱ)　トリクロロ酢酸試液B：トリクロロ酢酸1.80g及び無水酢酸ナトリウム1.80gに6mol/L酢酸試液5.5mL及び水を加えて溶かし，100mLとする．

2.5.　操作法

医薬品各条に規定する基質溶液5mLを正確に量り，37±0.5℃で10分間加温した後，試料溶液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を37±0.5℃で正確に10分間放置した後，医薬品各条の規定に従い，トリクロロ酢酸試液A又はB 5mLを正確に加えて振り混ぜ，再び37±0.5℃で30分間放置し，ろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.55mol/L炭酸ナトリウム試液5mL及び薄めたフォリン試液(1→3)1mLをそれぞれ正確に加え，よく振り混ぜ，37±0.5℃で30分間放置する．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長660nmにおける吸光度A_Tを測定する．別に，試料溶液1mLを正確に量り，医薬品各条の規定に従い，トリクロロ酢酸試液A又はB 5mLを正確に加えて振り混ぜた後，医薬品各条に規定する基質溶液5mLを正確に加え，直ちに振り混ぜ，37±0.5℃で30分間放置し，以下同様に操作し，吸光度A_Bを測定する．

たん白消化力(単位/g)

$$=(A_T-A_B)\times F\times\frac{11}{2}\times\frac{1}{10}\times\frac{1}{M}$$

M：試料溶液1mL中の試料の量(g)

F：チロシン検量線より求めた吸光度差が1のときのチロシン量(μg)

3.　脂肪消化力試験法

脂肪消化力は，オリブ油にリパーゼが作用するとき，エステル結合の切断に伴って生成する脂肪酸の量を滴定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1分間に1マイクロモル(μmol)の脂肪酸の増加をもたらす酵素量を1脂肪消化力単位とする．

3.1.　試料溶液の調製

操作法により試験するとき，脂肪酸量の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に冷やした適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，又は懸濁し，試料溶液とする．その濃度は，通例，1～5脂肪消化力単位/mLである．

3.2.　基質溶液の調製

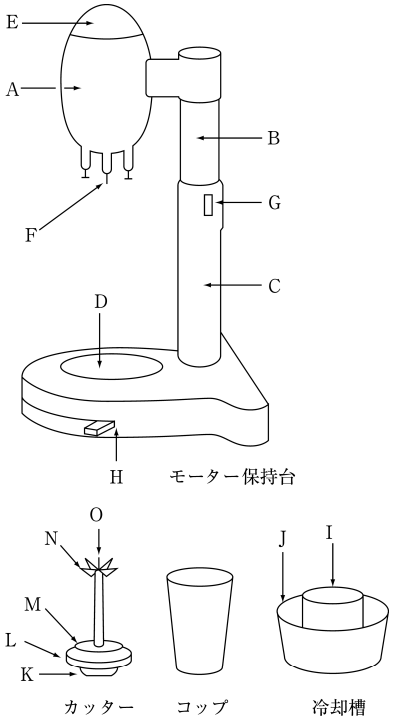
乳化液／オリブ油混液(3：1)200～300mLを乳化器(図4.03－2)の容器に入れ，10℃以下に冷却しながら，毎分12000～16000回転で10分間乳化する．この溶液は乳化後1時間冷所に放置し，油層の分離しないことを確認した後に使用する．

3.3.　乳化液の調製

医薬品各条に規定するポリビニルアルコール20gに水800mLを加え，かき混ぜながら75～80℃で約1時間加熱して溶かす．冷後，必要ならばろ過し，水を加えて正確に1000mLとする．

3.4.　操作法

基質溶液5mL及び医薬品各条に規定する緩衝液4mLをそれぞれ正確に量り，三角フラスコに入れて振り混ぜ，37±0.5℃で10分間放置した後，試料溶液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を37±0.5℃で正確に20分間放置した後，エタノール(95)／アセトン混液(1：1)10mLを加えて振り混ぜる．次に0.05mol/L水酸化ナトリウム液10mLを正確に加え，更にエタノール(95)／アセトン混液(1：1)10mLを加えて振り混ぜた後，過量の水酸化ナトリウムを0.05mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(b mL)(指示薬：フェノールフタレイン試液2～3滴)．別に基質溶液5mL及び医薬品各条に規定する緩衝液4mLをそれぞれ正確に量り，三角フラスコに入れて振り混ぜ，37±0.5℃で10分間放置した後，エタノール(95)／アセトン混液(1：1)10mLを加え，次に試料溶液1mLを正確に加えて振り混ぜる．次に0.05mol/L水酸化ナトリウム液10mLを正確に加え，以下同様に操作して滴定〈2.50〉する(a mL)．



A：モーター箱
B：内柱
C：外柱
D：冷却槽取付板
E：モーター頭部
F：モーター軸
G：モーター上下レバー
H：回転調節レバー
I：コップ保持器
J：冷却槽
K：ツマミ
L：コップのふた
M：吹上げ止め
N：刃
O：ねじ

図4.03－2　乳化器

脂肪消化力(単位/g)$=50\times(a-b)\times\frac{1}{20}\times\frac{1}{M}$

M：試料溶液1mL中の試料の量(g)

4.04　発熱性物質試験法

発熱性物質試験法は，発熱性物質の存在をウサギを用いて試験する方法である．

1.　試験動物

体重1.5kg以上の健康なウサギで，使用前1週間以上は一定飼料で飼育し，体重の減少を見なかったものを試験動物として使用する．ウサギは個別ケージに入れ，興奮させないよう刺激のない環境で飼育する．試験前48時間以上及び試験中は室温を20～27℃の範囲内で一定に保つ．初めて試験に用いるウサギは，試験前1～3日間以内に注射を除く全操作を含む偽試験を行い，試験に馴化する．試験に用いたウサギを再使用する場合には，48時間以上休養させる．ただし，発熱性物質陽性と判定された試料を投与されたウサギ，又は以前に被検試料と共通な抗原物質を含む試料を投与されたウサギは再使用しない．

2.　装置及び器具

(ⅰ)　温度計：測定精度±0.1℃以内の直腸体温計又は体温測定装置を用いる．

(ⅱ)　注射筒及び注射針：発熱性物質除去処理として，通例250℃で30分間以上乾熱処理したものを用いる．又は滅菌済みの注射針を含むプラスチック製の注射筒で，発熱性物質が検出されないこと及び発熱性物質試験に対する干渉作用のないことが確認されたものを用いることができる．

3.　操作法

3.1.　試験用量

別に規定するもののほか，試験動物体重1kgにつき試料10mLを投与する．

3.2.　方法

試験は，飼育室と同じ室温に保った部屋で，刺激のない環境で行う．飼料は対照体温測定の数時間前から試験終了まで与えない．試験動物は，通例，自然な座姿勢のとれる緩やかな首かせ固定器に固定する．体温は，直腸体温計又は測定装置の測温部分を直腸内に60～90mmの範囲内で一定の深さに挿入して測定する．試料注射の40分前から注射までの間に，30分の間隔をとって2回測温し，それらの平均値を対照体温とする．これら2回の体温測定値の間に0.2℃を超える差がある動物，又は対照体温が39.8℃を超える動物は試験に用いない．

試料は37±2℃に加温し，試験動物の耳静脈に緩徐に注射する．ただし1匹への注射は10分以内に完了させる．低張な試料には，発熱性物質を含まない塩化ナトリウムを加えて等張としてもよい．注射後3時間まで，30分以内の間隔で体温を測定する．対照体温と最高体温との差を体温上昇度とする．体温が対照体温より低下した場合，体温上昇度を0℃とする．

4.　判定

3匹の試験動物を用いて試験を行い，3匹の体温上昇度の合計により判定する．ただし，試験結果により試験動物を3匹単位で追加する．初めの3匹の体温上昇度の合計が1.3℃以下のとき発熱性物質陰性，2.5℃以上のとき発熱性物質陽性とする．体温上昇度の合計が1.3℃と2.5℃の間にあるとき，3匹による試験を追加する．計6匹の体温上昇度の合計が3.0℃以下のとき発熱性物質陰性，4.2℃以上のとき発熱性物質陽性とする．6匹の体温上昇度の合計が3.0℃と4.2℃の間にあるとき，更に3匹による試験を追加する．計9匹の体温上昇度の合計が5.0℃未満のとき発熱性物質陰性，5.0℃以上のとき発熱性物質陽性とする．

発熱性物質陰性のとき，被検試料は発熱性物質試験に適合する．

4.05　微生物限度試験法

微生物限度試験法には生菌数試験及び特定微生物試験が含まれる．原料又は製品の任意の異なる数箇所(又は部分)から採取したものを混和し，試料として試験を行う．試料を液体培地で希釈する場合は，速やかに試験を行う．また，本試験を行うに当たっては，バイオハザード防止に十分に留意する．

Ⅰ．　非無菌製品の微生物学的試験：生菌数試験

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

本試験は，好気的条件下で発育可能な中温性の細菌及び真菌を定量的に測定する方法である．

本試験は，原料や製剤が既定の微生物学的品質規格に適合するか否かを判定することを主目的としたものである．採取試料数も含めて指示通りに試験を実施し，結果を判定する．

有効成分として生菌を含む製品には，本試験を適用しない．

本試験法との同等性が示されている場合は，自動化法を含む別の微生物学的方法を用いてもよい．

1.　基本手順

生菌数測定は，被験製品への外部からの微生物汚染を回避するように設計された条件下で行う．汚染を回避するための予防措置は，試験で検出しようとしているいかなる微生物に対しても影響を与えてはならない．

被験製品が抗菌活性を有する場合は，この抗菌活性を可能な限り除去又は中和する．この目的のために不活化剤を用いる場合は，その有効性と微生物に対する毒性がないことを確認する．

試料の調製に界面活性剤を使用する場合は，微生物に対する毒性がないこと，及び用いる不活化剤との間に相互作用がないことを確認する．

2.　生菌数測定法

通常はメンブランフィルター法又はカンテン平板法を用いる．最確数(MPN)法は概して精度に欠ける菌数測定法ではあるが，バイオバーデン(汚染菌数)が非常に少ない製品群に対しては最適な方法となることもある．

製品の特性や要求される微生物限度値などに基づいて測定法を選択するが，選択した測定法は，規格に適合していることを判断するのに十分な試料量を試験できるものでなければならない．また，選択した方法の適合性を確認する．

3.　培地性能，測定法の適合性及び陰性対照

被験製品存在下における微生物検出能力を確認する．

また，試験結果に影響を及ぼすような試験法の変更や製品の処方変更があった場合には，再度，適合性を確認する．

3.1.　試験菌の調製

試験菌は標準化された安定な懸濁液を使用するか，又は次に示す手順で調製する．

なお，試験に用いる微生物は，最初のマスターシードロット

からの継代数5回を超えないように，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を用いて管理する．細菌及び真菌の各試験菌について，表4.05－Ⅰ－1に示す条件でそれぞれ個別に培養する．

試験菌懸濁液の調製には，pH7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH7.2のリン酸緩衝液を用いる．*Aspergillus brasiliensis*の胞子を懸濁させるために，緩衝液にポリソルベート80を0.05％加えてもよい．懸濁液は2時間以内，又は2～8℃に保存する場合は24時間以内に用いる．*Aspergillus brasiliensis*又は*Bacillus subtilis*の栄養型細胞の新鮮懸濁液を調製して希釈する代わりに，胞子懸濁液又は芽胞懸濁液を調製し，接種菌液として使用できる．それぞれの懸濁液は，保証された期間内は2～8℃で保存できる．

表4.05－Ⅰ－1　試験菌の調製と使用法

微生物	試験菌の調製	培地性能		製品存在下での生菌数測定法の適合性	
		総好気性微生物数	総真菌数	総好気性微生物数	総真菌数
Staphylococcus aureus 例えば，ATCC 6538, NCIMB 9518, CIP 4.83 又は NBRC 13276	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30～35℃ 18～24時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦3日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPN ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦3日間	
Pseudomonas aeruginosa 例えば，ATCC 9027, NCIMB 8626, CIP 82.118 又は NBRC 13275	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30～35℃ 18～24時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦3日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPN ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦3日間	
Bacillus subtilis 例えば，ATCC 6633, NCIMB 8054, CIP 52.62 又は NBRC 3134	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 30～35℃ 18～24時間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦3日間		ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地／MPN ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦3日間	
Candida albicans 例えば，ATCC 10231, NCPF 3179, IP 48.72 又は NBRC 1594	サブロー・ブドウ糖カンテン培地又はサブロー・ブドウ糖液体培地 20～25℃ 2～3日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦5日間	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20～25℃ ≦5日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦5日間 MPN：適用せず	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20～25℃ ≦5日間
Aspergillus brasiliensis 例えば，ATCC 16404, IMI 149007, IP 1431.83 又は NBRC 9455	サブロー・ブドウ糖カンテン培地又はポテト・デキストロースカンテン培地 20～25℃ 5～7日間，又は良好な胞子形成が認められるまで	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦5日間	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20～25℃ ≦5日間	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 ≦100 CFU 30～35℃ ≦5日間 MPN：適用せず	サブロー・ブドウ糖カンテン培地 ≦100 CFU 20～25℃ ≦5日間

3.2.　陰性対照

試験状態を確認するために，試料液の代わりに使用した希釈液を用いて陰性対照試験を実施する．微生物の発育があってはならない．微生物の発育が認められた場合には，原因調査が必要である．また，陰性対照試験は「1.4.製品の試験」に記載の製品の試験においても実施する．

3.3.　培地性能

市販生培地についてはバッチごとに試験する．また，乾燥粉末培地又は各成分より調製した培地については，調製バッチごとに試験する．

表4.05－Ⅰ－1に示す微生物の少数(100CFU以下)をソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の一部，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地及びサブロー・ブドウ糖カンテン培地の平板に接種する．菌株ごとに別個の液体培地の一部又は平板を用い，表4.05－Ⅰ－1に示した条件でそれぞれ培養する．

カンテン培地では，接種菌の出現集落数は標準化された菌液の計測値の1／2から2倍以内でなければならない．新鮮培養菌を用いて試験する場合は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られた発育と同等の発育を示さなければならない．

液体培地では，有効性が確認された培地バッチで以前に得られた発育と同等の発育が認められなければならない．

3.4.　製品存在下での測定法の適合性

3.4.1.　試料の調製

試料の調製法は，被験製品の物理学的特性に依存する．以下に記載したいずれの方法も満足できるものでない場合は，別な方法を確立する．

(ｉ)　水溶性製品：被験製品をpH7.0のペプトン食塩緩衝液，pH7.2のリン酸緩衝液又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地で溶解又は希釈する(通常は10倍希釈液を調製する)．必要ならば，pH6～8に調整する．さらなる希釈が必要な場合は

同じ希釈液で調製する．

(ⅱ)　水に不溶の非脂質製品：被験製品をpH7.0のペプトン食塩緩衝液，pH7.2のリン酸緩衝液又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に懸濁させる(通常は10倍希釈液を調製する)．分散しやすくするために，例えばポリソルベート80(濃度：1g/L)のような界面活性剤を加えることができる．必要ならば，pH6～8に調整する．さらなる希釈が必要な場合は同じ希釈液で調製する．

(ⅲ)　脂質製品：被験製品をろ過滅菌したミリスチン酸イソプロピルに溶解するか，又は，必要ならば40℃以下(例外的な場合でも45℃以下)に加温した最少必要量のポリソルベート80又は他の非阻害性の界面活性剤を用いて混合する．必要ならば水浴中で温度を保ちながら注意深く混和する．選定した希釈液をあらかじめ加温して加え，被験製品の10倍希釈液を調製する．乳化に必要な最短の時間で温度を保ちながら注意深く混和する．適切な濃度のポリソルベート80，又は他の非阻害性の界面活性剤を含む同じ希釈液を用いて，更に10倍段階希釈系列を調製してもよい．

(ⅳ)　エアゾール状の液体又は固体：製品を無菌的にメンブランフィルター装置内又はさらなる試料採取のために滅菌容器内に移す．各被験容器から，全量あるいは定量噴霧の一定量のいずれかを用いる．

(ⅴ)　経皮吸収パッチ：経皮吸収パッチの保護被覆(“剥離ライナー”)を取り除き，粘着面を上向きにして滅菌ガラス又は滅菌プラスチックトレーの上に置く．パッチ同士が付着するのを防ぐために，滅菌した多孔性物質(例えば滅菌ガーゼ)で粘着面を覆う．ポリソルベート80及び／又はレシチンなどの不活化剤を含む適当量の選定した希釈液にパッチを移し，少なくとも30分間激しく振とうする．

3.4.2.　接種及び希釈

100CFU以下の接種菌を得るのに十分な量の試験菌懸濁液を3.4.1.で調製した試料液及び対照(試料を含まない)に加える．接種する試験菌懸濁液の量は，試料液量の1%を超えてはならない．

製品からの許容可能な微生物回収結果を得るために，最も低い希釈率の試料液を用いて試験する．抗菌活性又は低溶解度のために，最も低い希釈率の試験法を使えない場合は，更に適切な試験手順を確立する．

試料による発育阻止が避けられない場合には，中和，希釈又はろ過の後に試験菌懸濁液を加えてもよい．

3.4.3.　抗菌活性の中和／除去

3.4.2.及び3.4.4.に示した手順に従って試験を行い，試料液から回収された菌数と，対照から回収された菌数とを比較する．

発育が阻害される場合(試料液からの回収菌数が，対照からの回収菌数の1／2未満の場合)は，正しい結果を得るために，生菌数測定の方法を変更する．方法の変更には，例えば(1)希釈液又は培地の増量，(2)特異的又は一般的な中和剤の希釈液への添加，(3)膜ろ過，又は(4)上記の手段の組合せが含まれる．中和剤：抗菌剤の活性を中和するため，中和剤を用いることができる(表4.05－Ⅰ－2)．中和剤は，選定した希釈液又は培地に，可能な限り滅菌前に添加する．中和剤を用いた場合は，その有効性と微生物に対する毒性がないことを，製品を含まずに中和剤のみを加えたブランク試験で確認する．

適切な中和法が確立できない場合には，その製品の持つ殺菌活性のために，接種菌が分離できないと見なす．したがって，その製品が接種菌と同種の菌やその近縁種によって汚染されている可能性は低いと考える．しかし，その製品がこれらの微生物の一部を阻害するだけで，試験菌株以外の菌株は阻害しない可能性もあるので，微生物の発育とその許容基準に見合った最も低い濃度で試験を行う．

3.4.4.　製品存在下での微生物回収

表4.05－Ⅰ－1に記載されている微生物ごとに個別に試験する．添加した微生物のみを対象に測定する．

表4.05－Ⅰ－2　阻害物質に対する一般的な中和剤／中和法

阻害物質	中和剤／中和法
グルタルアルデヒド，水銀剤	亜硫酸水素ナトリウム(重亜硫酸ナトリウム)
フェノール類，アルコール，アルデヒド類，ソルビン酸塩	希釈
アルデヒド類	グリシン
四級アンモニウム化合物，パラオキシ安息香酸エステル類，ビスービグアニド類	レシチン
四級アンモニウム化合物，パラオキシ安息香酸エステル類，ヨウ素	ポリソルベート
水銀剤	チオグリコール酸塩
水銀剤，ハロゲン類，アルデヒド類	チオ硫酸塩
エデト酸塩(EDTA)	マグネシウム又はカルシウムイオン

3.4.4.1.　メンブランフィルター法

メンブランフィルターは，孔径0.45μm以下のものを使用する．フィルターの材質は，被験試料の成分によって細菌捕集能力が影響されないように注意して選択する．表4.05－Ⅰ－1の微生物ごとに1枚のメンブランフィルターを用いる．

3.4.1.～3.4.3.の記載どおりに調製した試料の適量(可能であれば製品の1g相当量，又は多数の集落の形成が予測される場合はそれ以下)をメンブランフィルターに移して直ちにろ過し，適量の希釈液でメンブランフィルターを洗浄する．

メンブランフィルターを，総好気性微生物数(total aerobic microbial count；TAMC)測定用としてソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の表面に，総真菌数(total combined yeasts／moulds count；TYMC)測定用としてサブロー・ブドウ糖カンテン培地の表面に移す．表4.05－Ⅰ－1に示した条件で平板を培養後，集落数を測定する．

3.4.4.2.　カンテン平板法

カンテン平板法は，各培地に対して少なくとも2枚の平板を用いて実施し，結果はそれぞれの平板の測定菌数の平均値を用いる．

(ⅰ)　カンテン平板混釈法：直径9cmのペトリ皿を使用する場合，3.4.1.～3.4.3.の記載どおりに調製した試料を1mL分注する．これにあらかじめ45℃以下に保温した15～20mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地又はサブロー・ブドウ糖カンテン培地で混和する．より大きなペトリ皿を用いる場合は，それに応じてカンテン培地量を増加する．表4.05－Ⅰ－1に挙げた微生物ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用いる．

表4.05－Ⅰ－1に示した条件で平板培地を培養する．培地ごとに菌数の算術平均をとり，集落数を算出する．

(ⅱ)　カンテン平板表面塗抹法：直径9cmのペトリ皿を使用する場合は，15～20mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェスト

カンテン培地又はサブロー・ブドウ糖カンテン培地を約45℃で加えて固化させ，例えば，層流式キャビネット又は恒温器の中で平板培地の表面を乾燥させる．より大きなペトリ皿を用いる場合は，それに応じてカンテン培地量を増加する．表4.05－Ⅰ－1に挙げた微生物ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用いる．3.4.1.～3.4.3.の記載どおりに試料を調製し，その0.1mL以上を正確に測定して培地表面全体に広げる．3.4.4.2.(ⅰ)の規定どおりに培養し，測定する．

3.4.4.3.　最確数(MPN)法

MPN法の精度及び正確さは，メンブランフィルター法又はカンテン平板法よりも劣っている．特にかびの測定に対しては信頼性が低い．これらの理由のために，MPN法は他に利用できる方法がない状況下でのTAMCの測定に用いられる．本法を適用する場合は，以下のように行う．

3.4.1.～3.4.3.の記載どおりに，製品の少なくとも3連続の10倍段階希釈系列を調製する．各希釈段階からそれぞれ1g又は1mLずつをとり，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地が9～10mL入っている3本の試験管にそれぞれ接種する．必要ならば，ポリソルベート80のような界面活性剤，又は抗菌剤の不活化剤を培地に添加することができる．したがって，3段階の希釈系列を調製した場合には，9本の試験管に接種することになる．

全ての試験管を30～35℃で3日間を超えない期間培養する．被験製品の性質によって結果の判定が困難あるいは不確かな場合は，同じ培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地に移植後，同じ温度で1～2日間培養し，これらの結果を用いる．表4.05－Ⅰ－3から被験製品1g又は1mL当たりの微生物の最確数を求める．

3.5.　結果及び判定

メンブランフィルター法又はカンテン平板法の適合性を確認するとき，いずれの試験菌の平均計測値も，3.4.2.で定義した製品が存在しない対照の計測値の1／2～2倍以内でなければならない．MPN法の適合性を確認するとき，試験菌の計測値は，対照から得られる結果の95%信頼限界の範囲内でなければならない．

記述したいずれの方法においても，試験菌のうち1菌種でも上記の基準に満たない場合には，基準に最も近くなる方法と試験条件で製品を試験する。

4.　製品の試験

4.1.　試験量

別に規定するもののほか，上記の注意を払って採取した被験製品の10g又は10mLを用いる．エアゾール形式の液体又は固体は，10容器を抜き取る．経皮吸収パッチは，10パッチを抜き取る．

次のような条件で処方される原薬は，試験量を減らすことができる：投与単位(例えば錠剤，カプセル剤，注射剤)当たりの原薬量が1mg以下，又は1gあるいは1mL(投与単位では表示されていない製剤)当たりの原薬量が1mg未満．これらの場合，被験試料の採取量は，製品の10投与単位又は10gあるいは10mLに存在する量よりも少なくないようにする．

原薬として使用される物質では，試料の量に限りがあるか又はロットサイズが極度に小さい(すなわち，1000mL又は1000g未満)場合には，より小さな量が規定されているか又は正当な理由がない限り，試験量をロットの1%とする．

表4.05－Ⅰ－3　微生物の最確数

各セットにおける微生物増殖を示す試験管数の組合せ			製品1g又は1mL当たりの最確数	95%信頼限界
試験管当たりの製品のg又はmL数				
0.1	0.01	0.001		
0	0	0	＜3	0 － 9.4
0	0	1	3	0.1－ 9.5
0	1	0	3	0.1－ 10
0	1	1	6.1	1.2－ 17
0	2	0	6.2	1.2－ 17
0	3	0	9.4	3.5－ 35
1	0	0	3.6	0.2－ 17
1	0	1	7.2	1.2－ 17
1	0	2	11	4 － 35
1	1	0	7.4	1.3－ 20
1	1	1	11	4 － 35
1	2	0	11	4 － 35
1	2	1	15	5 － 38
1	3	0	16	5 － 38
2	0	0	9.2	1.5－ 35
2	0	1	14	4 － 35
2	0	2	20	5 － 38
2	1	0	15	4 － 38
2	1	1	20	5 － 38
2	1	2	27	9 － 94
2	2	0	21	5 － 40
2	2	1	28	9 － 94
2	2	2	35	9 － 94
2	3	0	29	9 － 94
2	3	1	36	9 － 94
3	0	0	23	5 － 94
3	0	1	38	9 － 104
3	0	2	64	16 － 181
3	1	0	43	9 － 181
3	1	1	75	17 － 199
3	1	2	120	30 － 360
3	1	3	160	30 － 380
3	2	0	93	18 － 360
3	2	1	150	30 － 380
3	2	2	210	30 － 400
3	2	3	290	90 － 990
3	3	0	240	40 － 990
3	3	1	460	90 －1980
3	3	2	1100	200 －4000
3	3	3	＞1100	

ロットを構成しているものの総数が200未満(例えば臨床試験で使われる試料)のような製品では，試験量は2単位に，又は数量が100未満の場合は1単位に減らすことができる．

バルク原料又は製剤の収納容器から，無作為に試料を選び出す．必要量の試料を得るために，十分な数の容器の内容物を混合する．

4.2.　製品の試験

4.2.1.　メンブランフィルター法

フィルターを培地に移すことができるように設計されているろ過装置を用いる．3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製し，適量を2枚のメンブランフィルターの各々に移して直ちにろ過する．適合性が確認された方法に従って，各フィルターを洗浄する．

1枚のメンブランフィルターは，TAMCの測定のためにソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の表面に，他の1枚のメンブランフィルターは，TYMCの測定のためにサブロ

ー・ブドウ糖カンテン培地の表面に移す．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を30～35℃で3～5日間，サブロー・ブドウ糖カンテン培地を20～25℃で5～7日間培養する．製品1g又は1mL当たりの集落数を算出する．

経皮吸収パッチを試験するときは，3.4.1.に記載されている調製液の10%量ずつを2枚の滅菌メンブランフィルターで別々にろ過する．1枚のメンブランフィルターはTAMCの計測のためにソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地に移し，他のメンブランフィルターはTYMCの計測のためにサブロー・ブドウ糖カンテン培地に移す．

4.2.2.　カンテン平板法

(ⅰ)　カンテン平板混釈法：3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製する．それぞれの培地に対し，希釈段階ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用意する．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地は30～35℃で3～5日間培養し，サブロー・ブドウ糖カンテン培地は20～25℃で5～7日間培養する．集落数がTAMCでは250未満，TYMCでは50未満で，かつ最も多い集落数を示す希釈度のカンテン培地を選び出す．培地ごとに菌数の算術平均をとり，製品1g又は1mL当たりの集落数を算出する．

(ⅱ)　カンテン平板表面塗抹法：3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製する．それぞれの培地に対し，希釈段階ごとに少なくとも2枚のペトリ皿を用意する．培養及び集落数の算出は，カンテン平板混釈法に記載されているとおりに行う．

4.2.3.　最確数法

1.3.に記載されたとおりに適合性が示された方法で試料を調製し，希釈する．全ての試験管を30～35℃で3～5日間培養する．必要ならば，適合性が示された方法で移植培養する．希釈段階ごとに，微生物の増殖が認められる試験管数を記録する．表4.05－Ⅰ－3から被験製品1g又は1mL当たりの微生物の最確数を求める．

4.3.　結果の判定

ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を使用して測定される集落数を，総好気性微生物数(TAMC)とする．この培地上に真菌の集落が検出されても，TAMCとして測定する．サブロー・ブドウ糖カンテン培地を使用して測定される集落数を，総真菌数(TYMC)とする．この培地上に細菌の集落が検出されても，TYMCとして測定する．細菌の発育のためにTYMCが許容基準を超えることが予測される場合には，抗生物質を含むサブロー・ブドウ糖カンテン培地を使用しても良い．MPN法で計測を行う場合は，算出値はTAMCとする．

微生物学的品質の許容基準が規定されているときは，以下のように判定する．

10^1CFU：最大許容数＝20,

10^2CFU：最大許容数＝200,

10^3CFU：最大許容数＝2000，以下同様.

推奨される溶液及び培地は，「特定微生物試験」に記載されている．

Ⅱ．　非無菌製品の微生物学的試験：特定微生物試験

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

本試験は，規定の条件下で検出可能な特定微生物が存在しないか，又はその存在が限られているかを判定する方法である．

本試験は，原料や製剤が既定の微生物学的品質規格に適合するか否かを判定することを主目的にしたものである．採取試料数も含めて指示通りに試験を実施し，結果を判定する．

本試験法との同等性が示されている場合は，自動化法を含む別の微生物学的方法を用いてもよい．

1.　基本手順

試料の調製は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているとおりに行う．

被験製品が抗菌活性を有する場合は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているように可能な限りこの抗菌活性を除去又は中和する．

試料の調製に界面活性剤を使用する場合は，「Ⅰ.生菌数試験」に記載されているように，微生物に対する毒性がないこと，及び用いる不活化剤との間に相互作用がないことを確認する．

2.　培地性能，試験法の適合性及び陰性対照

被験製品存在下においても微生物を検出する能力があることを確認する．また，試験結果に影響を及ぼすような試験法の変更や製品の処方変更があった場合には，再度，適合性を確認する．

2.1.　試験菌の調製

試験菌は標準化された安定な懸濁液を使用するか，又は次に示す手順で調製する．

なお，試験に用いる微生物は，最初のマスターシードロットからの継代数5回を超えないように，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を用いて管理する．

2.1.1.　好気性微生物

各細菌試験用菌株を，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中，又はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地上で，それぞれ30～35℃で18～24時間培養する．カンジダ・アルビカンス用の試験菌株は，サブロー・ブドウ糖カンテン培地上，又はサブロー・ブドウ糖液体培地中で，それぞれ20～25℃で2～3日間培養する．

Staphylococcus aureus（黄色ブドウ球菌）：例えば，ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83又はNBRC 13276,

Pseudomonas aeruginosa（緑膿菌）：例えば，ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118又はNBRC 13275,

Escherichia coli（大腸菌）：例えば，ATCC 8739，NCIMB 8545，CIP 53.126又はNBRC 3972,

Salmonella enterica subsp.*enterica* serovar Typhimurium（サルモネラ）：例えば，ATCC 14028

又は代替として

Salmonella enterica subsp.*enterica* serovar Abony(サルモネラ)：例えば，NBRC 100797，NCTC 6017又はCIP 80.39,

Candida albicans（カンジダ・アルビカンス）：例えば，ATCC 10231，NCPF 3179，IP 48.72又はNBRC 1594

試験菌懸濁液の調製には，pH7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH7.2のリン酸緩衝液を用いる．懸濁液は2時間以内，又は2～8℃に保存する場合は24時間以内に用いる．

2.1.2.　クロストリジア

Clostridium sporogenes：例えばATCC 11437(NBRC 14293，NCIMB 12343，CIP 100651)又はATCC 19404(NCTC 532又はCIP 79.3)を用いる．クロストリジアの試験菌株を強化クロストリジア培地中に接種し，30～35℃で24～48時間嫌気的条件下で培養する．*Cl. sporogenes*の栄養型細胞の新鮮懸濁液を調製して希釈する代わりに，芽胞懸濁液を接種菌液として使用できる．芽胞懸濁液は，保証された期間内は2～8℃で保存できる．

2.2.　陰性対照

試験状態を確認するために，試料液の代わりに使用した希釈液を用いて陰性対照試験を実施する．微生物の発育があってはならない．微生物の発育が認められた場合には，原因調査が必要である．また，陰性対照試験は「3.製品の試験」においても実施する．

2.3.　培地の性能試験

市販生培地についてはバッチごとに試験する．また，乾燥培地又は成分から調製した培地については，調製バッチごとに試験する．

表4.05－Ⅱ－1に記載したように，関連培地について適切な特性を確認する．

(ⅰ)　液体培地の発育促進特性試験：適切な培地の一部に適切な少数の微生物(100CFU以下)を接種する．規定された温度で培養し，培養時間は，試験法で規定されている培養期間の最短時間以内とする．有効性が確認された培地バッチで，以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

(ⅱ)　固体培地の発育促進特性試験：各平板培地に適切な少数の微生物(100CFU以下)を接種し，カンテン平板表面塗抹法で行う．規定された温度で培養し，培養時間は，試験法で規定されている培養期間の最短時間以内とする．有効性が確認された培地バッチで，以前に得られた発育と同等の発育が認められる．

(ⅲ)　液体又は固体培地の選択特性試験：適切な培地に適切な微生物を少なくとも100CFU接種する．規定された温度で培養し，培養時間は試験法で規定されている培養期間の最長時間以上とする．試験菌の発育を認めない．

(ⅳ)　鑑別特性試験：各平板培地に適切な少数の微生物(100CFU以下)を接種し，カンテン平板表面塗抹法で行う．規定された温度で培養し，培養時間は試験法で規定されている培養期間の範囲内とする．集落の形状と鑑別反応は，有効性が確認された培地バッチで以前に得られたものと同等である．

2.4.　試験法の適合性

被験製品ごとに，3.の関連段落に記載されたとおりに試料調製する．規定の増菌培地に混合する時に各試験菌を添加する．試験菌は個別に接種する．また，接種した試験液中の菌数が100CFU以下相当となるような数の微生物を使用する．

3.の関連段落に記載されたとおりに試験する．ただし，規定された最短培養期間で試験する．

特定微生物は，3.に記載された鑑別反応と共に検出されなければならない．

製品に抗菌活性が認められる場合には，試験方法の変更が必要になる(「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.3.を参照)．

ある特定の製品において，規定された方法ではその微生物に対する抗菌活性を中和することができない場合には，抑制された微生物はその製品中には存在しないと見なしてよい．

表4.05－Ⅱ－1　培地の発育促進，選択及び鑑別特性

培地	特性	試験菌株
胆汁酸抵抗性グラム陰性菌試験		
モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地	発育促進	*E.coli* *P.aeruginosa*
	選択	*S.aureus*
バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地	発育促進及び鑑別	*E.coli*及び *P.aeruginosa*
大腸菌試験		
マッコンキー液体培地	発育促進	*E.coli*
	選択	*S.aureus*
マッコンキーカンテン培地	発育促進及び鑑別	*E.coli*
サルモネラ試験		
ラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地	発育促進	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
	選択	*S.aureus*
XLD(キシロース・リジン・デソキシコール酸)カンテン培地	発育促進及び鑑別	*Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Typhimurium又は *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar Abony
緑膿菌試験		
セトリミドカンテン培地	発育促進	*P.aeruginosa*
	選択	*E.coli*
黄色ブドウ球菌試験		
マンニット・食塩カンテン培地	発育促進及び鑑別	*S.aureus*
	選択	*E.coli*
クロストリジア試験		
強化クロストリジア培地	発育促進	*Cl.sporogenes*
コロンビアカンテン培地	発育促進	*Cl.sporogenes*
カンジダ・アルビカンス試験		
サブロー・ブドウ糖液体培地	発育促進	*C.albicans*
サブロー・ブドウ糖カンテン培地	発育促進及び鑑別	*C.albicans*

3.　製品の試験

3.1.　胆汁酸抵抗性グラム陰性菌

3.1.1.　試料調製及び前培養

被験製品を1g以上採り，その10倍希釈液を「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製するが，希釈液としてはソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用い，混合後，菌を蘇生させるために20～25℃で培養する．ただし，増菌を促すほどの時間であってはならない(通例2時間であり，5時間を超えないこと)．

3.1.2.　否定試験

他に規定されない限り，3.1.1.で調製した製品1gに相当する量をモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地に接種する．30～35℃で24～48時間培養後，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地に移植し，30～35℃で18～24時間培養

する．

集落の発育がみられない場合は，その製品は本試験に適合する．

3.1.3.　定量試験

3.1.3.1.　選択培養

3.1.1.に記載されている調製液及び／又はその希釈液であって，それぞれ被験製品の0.1g，0.01g，0.001g(又は0.1mL，0.01mL，0.001mL)相当量を，適量のモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地に接種する．30～35℃で24～48時間培養後，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地に各培養液を移植し，30～35℃で18～24時間培養する．

3.1.3.2.　判定

集落の発育が認められた場合は，陽性と判定する．陽性結果を与える製品の最小量と陰性結果を与える最大量に注目し，表4.05－Ⅱ－2から細菌の推定数を求める．

表4.05－Ⅱ－2　結果の判定

製品の各量に対する結果			製品1g又は1mL当たりの細菌の推定数
0.1g又は0.1mL	0.01g又は0.01mL	0.001g又は0.001mL	
＋	＋	＋	10^3より大きい
＋	＋	－	10^3より小さく，10^2より大きい
＋	－	－	10^2より小さく，10より大きい
－	－	－	10より小さい

3.2.　大腸菌

3.2.1.　試料調製及び前培養

被験製品を1g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10mL，あるいは1g又は1mL相当量を(2.4.で決定した)適切な量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30～35℃で18～24時間培養する．

3.2.2.　選択培養

容器を振り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の1mLをマッコンキー液体培地100mLに接種する．42～44℃で24～48時間培養後，マッコンキーカンテン培地に移植し，30～35℃で18～72時間培養する．

3.2.3.　判定

集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.3.　サルモネラ

3.3.1.　試料調製及び前培養

被験製品を10g又は10mL採り，(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種し，混合後，30～35℃で18～24時間培養する．

3.3.2.　選択培養

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地0.1mLをラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地10mLに接種する．30～35℃で18～24時間培養後，XLDカンテン培地に移植し，30～35℃で18～48時間培養する．

3.3.3.　判定

十分に発育した赤色集落が認められた場合は，中心部の黒点の有無に関わらず陽性を疑い，同定試験により確認する．

記載されている種類の集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.4.　緑膿菌

3.4.1.　試料調製及び前培養

被験製品を1g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10mL，あるいは1g又は1mL相当量を(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種して混合し，30～35℃で18～24時間培養する．経皮吸収パッチを試験するときは，「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.1.に記載したように調製し，1パッチ相当量を滅菌メンブランフィルターでろ過し，そのメンブランフィルターを100mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中に投入する．

3.4.2.　選択培養

セトリミドカンテン培地に移植し，30～35℃で18～72時間培養する．

3.4.3.　判定

集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.5.　黄色ブドウ球菌

3.5.1.　試料調製及び前培養

被験製品を1g以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製した10倍希釈液の10mL，あるいは1g又は1mL相当量を(2.4.で決定した)適量のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に接種して混合し，30～35℃で18～24時間培養する．経皮吸収パッチを試験するときは，「Ⅰ.生菌数試験」の3.4.1.に記載したように調製した1パッチ相当量を滅菌メンブランフィルターでろ過し，そのメンブランフィルターを100mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地中に投入する．

3.5.2.　選択培養

マンニット・食塩カンテン培地に移植し，30～35℃で18～72時間培養する．

3.5.3.　判定

黄色の帯に囲まれた黄色又は白色集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

記載されている種類の集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.6.　クロストリジア

3.6.1.　試料調製及び加熱処理

被験製品を2g又は2mL以上採り，「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように10倍希釈試料液(最低20mL以上)を調製する．調製した試料液を少なくとも10mLずつ2本の容器に分注し，1本は80℃で10分間加熱後，速やかに冷却し，他の1本は加熱しない．

3.6.2.　選択培養

それぞれから10mL又は被験製品1g若しくは1mL相当量を2.4.で決定した適量の強化クロストリジア培地に接種し，嫌気的条件下で30～35℃で48時間培養する．培養後，コロンビアカンテン培地に各容器から移植し，嫌気的条件下で30～35℃で48～72時間培養する．

3.6.3.　判定

カタラーゼ反応陰性の桿菌(芽胞を有するか又は有しない)の嫌気的発育が認められた場合は，陽性が示唆される．この場合は同定試験を行い確認する．

コロンビアカンテン培地に定型集落の発育がみられないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

3.7. カンジダ・アルビカンス

3.7.1. 試料調製及び前培養

被験製品を「Ⅰ.生菌数試験」に記載したように調製する．その10mL，あるいは1g又は1mL以上に相当する量を100mLのサブロー・ブドウ糖液体培地に接種して混合し，30～35℃で3～5日間培養する．

3.7.2. 選択培養

サブロー・ブドウ糖カンテン培地に移植し，30～35℃で24～48時間培養する．

3.7.3. 判定

白色集落の発育が認められた場合は陽性を疑い，同定試験により確認する．

そのような集落が存在しないか，又は同定試験において陰性と判定された場合には，その製品は本試験に適合する．

なお、以下のセクションは情報提供を目的に記載する．

4. 推奨される溶液及び培地

以下の溶液及び培地は，薬局方の微生物試験で規定されている目的にかなったものである．適合性が確認されれば，他の培地を用いてもよい．

(ⅰ) リン酸緩衝液，pH7.2

水と保存緩衝液を混合(800：1)して調製し，滅菌する．

保存緩衝液：リン酸二水素カリウム34gを500mLの水で溶解し，水酸化ナトリウム試液でpH7.0～7.4に調整後，水を加えて1000mLとし，混合する．容器に分注して滅菌する．2～8℃で保存する．

(ⅱ) ペプトン食塩緩衝液，pH7.0

リン酸二水素カリウム	3.6g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	7.2g
(リン酸塩 0.067mol に相当する)	
塩化ナトリウム	4.3g
ペプトン(肉製又はカゼイン製)	1.0g
水	1000mL

確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅲ) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0g
ダイズ製ペプトン	3.0g
塩化ナトリウム	5.0g
リン酸水素二カリウム	2.5g
ブドウ糖一水和物	2.5g
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で7.1～7.5になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅳ) ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0g
ダイズ製ペプトン	5.0g
塩化ナトリウム	5.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で7.1～7.5になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅴ) サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ブドウ糖	40.0g
ペプトン(肉製及びカゼイン製1：1)	10.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で5.4～5.8になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅵ) ポテト・デキストロースカンテン培地

ジャガイモ浸出液	200g
ブドウ糖	20.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で5.4～5.8になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅶ) サブロー・ブドウ糖液体培地

ブドウ糖	20.0g
ペプトン(肉製及びカゼイン製1：1)	10.0g
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で5.4～5.8になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(ⅷ) モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0g
ブドウ糖一水和物	5.0g
乾燥ウシ胆汁	20.0g
リン酸二水素カリウム	2.0g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	8.0g
ブリリアントグリン	15mg
水	1000mL

加熱後のpHが25℃で7.0～7.4になるようにpHを調整する．100℃で30分間加熱し，直ちに冷却する．

(ⅸ) バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地

酵母エキス	3.0g
ゼラチン製ペプトン	7.0g
胆汁酸塩	1.5g
塩化ナトリウム	5.0g
ブドウ糖一水和物	10.0g
カンテン	15.0g
ニュートラルレッド	30mg
クリスタルバイオレット	2mg
水	1000mL

加熱後のpHが25℃で7.2～7.6になるようにpHを調整する．煮沸するまで加熱する．オートクレーブで加熱してはならない．

(ⅹ) マッコンキー液体培地

ゼラチン製ペプトン	20.0g
乳糖一水和物	10.0g
乾燥ウシ胆汁	5.0g
ブロモクレゾールパープル	10mg
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で7.1～7.5になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xi)　マッコンキーカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	17.0g
ペプトン(肉製及びカゼイン製)	3.0g
乳糖一水和物	10.0g
塩化ナトリウム	5.0g
胆汁酸塩	1.5g
カンテン	13.5g
ニュートラルレッド	30mg
クリスタルバイオレット	1mg
水	1000mL

滅菌後のpHが25℃で6.9～7.3になるようにpHを調整する．絶えず振り混ぜながら1分間煮沸させてから，確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xii)　ラパポート・バシリアジス・サルモネラ増菌液体培地

ダイズ製ペプトン	4.5g
塩化マグネシウム六水和物	29.0g
塩化ナトリウム	8.0g
リン酸水素二カリウム	0.4g
リン酸二水素カリウム	0.6g
マラカイトグリーン	36mg
水	1000mL

若干加温しながら溶かし，115℃を超えない温度で，確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．加熱及び高圧蒸気滅菌後のpHが25℃で5.0～5.4になるようにする．

(xiii)　XLD(キシロース・リシン・デソキシコール酸)カンテン培地

キシロース	3.5g
L－リシン	5.0g
乳糖一水和物	7.5g
白糖	7.5g
塩化ナトリウム	5.0g
酵母エキス	3.0g
フェノールレッド	80mg
カンテン	13.5g
デソキシコール酸ナトリウム	2.5g
チオ硫酸ナトリウム	6.8g
クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)	0.8g
水	1000mL

加熱後のpHが25℃で7.2～7.6になるようにpHを調整する．煮沸するまで加熱し，50℃まで冷却してからペトリ皿に注ぎ込む．オートクレーブで加熱してはならない．

(xiv)　セトリミドカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	20.0g
塩化マグネシウム	1.4g
硫酸カリウム	10.0g
セトリミド	0.3g
カンテン	13.6g
水	1000mL
グリセリン	10.0mL

振り混ぜながら加熱して1分間煮沸する．滅菌後のpHが25℃で7.0～7.4になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xv)　マンニット・食塩カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0g
肉製ペプトン	5.0g
牛肉エキス	1.0g
D－マンニトール	10.0g
塩化ナトリウム	75.0g
カンテン	15.0g
フェノールレッド	25mg
水	1000mL

振り混ぜながら加熱して1分間煮沸する．滅菌後のpHが25℃で7.2～7.6になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xvi)　強化クロストリジア培地

牛肉エキス	10.0g
ペプトン	10.0g
酵母エキス	3.0g
溶性デンプン	1.0g
ブドウ糖一水和物	5.0g
システイン塩酸塩	0.5g
塩化ナトリウム	5.0g
酢酸ナトリウム	3.0g
カンテン	0.5g
水	1000mL

カンテンを水和させ，絶えずかき混ぜながら煮沸するまで加熱して溶かす．必要ならば，滅菌後のpHが25℃でおよそ6.6～7.0になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．

(xvii)　コロンビアカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0g
肉浸出物のペプシン消化物	5.0g
心筋浸出物のパンクレアチン消化物	3.0g
酵母エキス	5.0g
トウモロコシデンプン	1.0g
塩化ナトリウム	5.0g
カンテン(ゲル強度に従って)	10.0～15.0g
水	1000mL

カンテンを水和させ，絶えずかき混ぜながら煮沸するまで加熱して溶かす．必要ならば，滅菌後のpHが25℃で7.1～7.5になるようにpHを調整する．確認されたサイクルで高圧蒸気滅菌する．45～50℃まで冷却後，必要に応じ，ゲンタマイシン塩基20mgに相当する量のゲンタマイシン硫酸塩(硫酸ゲンタマイシン)を加えてペトリ皿に注ぎ込む．

4.06　無菌試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

無菌試験法は，無菌であることが求められている原薬又は製剤に適用される．本試験に適合する結果が得られても，それは単に本試験条件下で調べた検体中に汚染微生物が検出されなかったことを示しているだけである．

1.　微生物汚染に対する予防措置

無菌試験は無菌条件下で行われる．このため，試験環境は無菌試験の実施に適したものでなければならない．汚染を避けるためにとられる予防措置は，本試験で検出されるべきいかなる微生物にも影響を与えてはならない．作業区域の適切な環境モニタリング及び適切な汚染防止措置の実施によって，本試験の実施状態が適切であることを定期的に監視する．

2.　培地及び培養温度

培地は，次のように調製するか，又は培地性能試験に適合する場合は同等の市販培地も使用できる．無菌試験用として適している培地は次のとおりである．液状チオグリコール酸培地は，嫌気性細菌の培養を主目的としているが，好気性細菌も検出できる．ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は，真菌及び好気性細菌の培養に適している．

(ⅰ)　液状チオグリコール酸培地

L－シスチン	0.5g
カンテン	0.75g
塩化ナトリウム	2.5g
ブドウ糖(一水和物／無水)	5.5／5.0g
酵母エキス(水溶性)	5.0g
カゼイン製ペプトン	15.0g
チオグリコール酸ナトリウム	0.5g
又はチオグリコール酸	0.3mL
レザズリン溶液(1→1000)，用時調製	1.0mL
水	1000mL
(滅菌後の pH7.1±0.2)	

L－シスチン，カンテン，塩化ナトリウム，ブドウ糖，酵母エキス(水溶性)及びカゼイン製ペプトンを水と混合し，加熱して溶かした後，チオグリコール酸ナトリウム又はチオグリコール酸を加えて溶かし，必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え，滅菌後のpHが7.1±0.2になるように調整する．必要ならば，溶液を煮沸しないように加熱し，温かいうちに湿らせたろ紙を用いてろ過する．レザズリン溶液(1→1000)を加え，よく混和した後，培養終了時に培地の淡赤色部分が上部1／2以下にとどまるような表面積と深さの比をもつ容器に所定量ずつ分注し，バリデートされた条件下で滅菌する．培地を保存する必要がある場合にはあらかじめ気密容器に入れて滅菌し，2～25℃で保存する．培地がその上部1／3を超えて淡赤色となった場合は，その淡赤色が消失するまで培地容器を水浴中又は流通蒸気中で加熱し，容器中への汚染空気の侵入を防ぎながら急速に冷却することで1回だけ使用できる．バリデートされた期間を超えて，保存した培地を使用してはならない．

液状チオグリコール酸培地は，30～35℃で培養する．メンブランフィルター法を適用できない水銀系の防腐剤を含む製品に対しては，培地性能試験に適合するなら，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の代わりに液状チオグリコール酸培地を用い，20～25℃で培養することができる．

別に規定する場合は，次のように調製した変法チオグリコール酸培地を用いることができる．カンテンとレザズリン溶液(1→1000)を除き，液状チオグリコール酸培地と同じ成分で調製し，バリデートされた条件下で滅菌する．滅菌後のpHが7.1±0.2になるように調整し，使用直前に水浴中で加熱する．変法チオグリコール酸培地は嫌気条件下で30～35℃で培養する．

(ⅱ)　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0g
ダイズ製ペプトン	3.0g
塩化ナトリウム	5.0g
リン酸水素二カリウム	2.5g
ブドウ糖(一水和物／無水)	2.5／2.3g
水	1000mL
(滅菌後の pH7.3±0.2)	

全成分を水に溶かし，若干加温して溶液にする．溶液を室温に冷却し，必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え，滅菌後のpHが7.3±0.2になるように調整する．必要ならばろ過をし，適当な容器に所定量ずつ分注し，バリデートされた条件下で滅菌する．直ちに使用しない場合は，あらかじめ気密容器に入れて滅菌し，2～25℃で保存する．バリデートされた期間を超えて保存した培地を使用してはならない．

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は，20～25℃で培養する．

3.　培地の適合性

培地は，次の試験に適合すること．この試験は，製品の無菌試験実施前に，又は並行して行うことができる．

3.1.　無菌性

培地の一部を14日間培養するとき，微生物の増殖を認めない．

3.2.　好気性菌，嫌気性菌及び真菌に対する培地性能試験

市販液体培地及び粉末培地又は各成分から調製した培地の各バッチについて試験を行うこと．適切な微生物株を表4.06－1に示す．

表4.06－1　培地性能試験及び手法の適合性試験に適している試験用菌株

好気性細菌	
Staphylococcus aureus	ATCC 6538，CIP 4.83，NCTC 10788，NCIMB 9518，NBRC13276
Bacillus subtilis	ATCC 6633，CIP 52.62，NCIMB 8054，NBRC 3134
Pseudomonas aeruginosa	ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118，NBRC 13275
嫌気性細菌	
Clostridium sporogenes	ATCC 19404，CIP 79.3，NCTC 532 又は ATCC 11437，NBRC 14293
真菌	
Candida albicans	ATCC 10231，IP 48.72，NCPF 3179，NBRC 1594
Aspergillus brasiliensis	ATCC 16404，IP 1431.83，IMI 149007，NBRC 9455

液状チオグリコール酸培地には，次に示す少数(100CFU以下)の微生物を接種する．それぞれの微生物に対しては別々の培地容器を用いる．

Clostridium sporogenes

Pseudomonas aeruginosa

Staphylococcus aureus

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地には，次に示す少数(100CFU以下)の微生物を接種する．それぞれの微生物に対しては別々の培地容器を用いる．

Aspergillus brasiliensis

Bacillus subtilis

Candida albicans

細菌の場合は3日間，真菌の場合は5日間をそれぞれ超えないで培養する．

接種菌の継代数は，シードロット培養管理手法(シードロットシステム)を採用することにより，マスターシードロットから5代を超えないようにする．

微生物の増殖が肉眼で明らかに観察された場合には，当該培地は基準に適合している．

4.　手法の適合性試験

次に述べる変更点以外は，「5.製品の無菌試験」に示した方法と，厳密に同じ方法で試験を行う．

(ｉ)　メンブランフィルター法：試験に供された容器の内容物をろ過した後，最終回の洗浄液に試験用菌株を100CFU以下加えたものをろ過する．

(ⅱ)　直接法：試験に供された容器の内容物を培地に加えた後，試験用菌株100CFU以下をその培地に接種する．

どちらの接種方法においても，「3.2.好気性菌，嫌気性菌及び真菌に対する培地性能試験」に示した菌株を用いる．陽性対照として培地性能試験を行う．培地を含むすべての容器は規定の温度で最長5日間培養する．

培養後，陽性対照に匹敵する肉眼的に明瞭な増殖が得られれば，被験製品は本試験条件下で抗菌活性を持たないか，又は抗菌活性が十分に除去されたものとみなす．当該手法は適切であり，試験条件を変更する必要はない．

被験製品の存在下で陽性対照に匹敵する肉眼的に明瞭な増殖が得られなければ，被験製品は当該試験条件下では十分除去できない抗菌活性を有している．この場合，抗菌活性を除去するために条件を変えて手法の適合性試験を繰り返す．

手法の適合性試験を行うのは，新しい製品に無菌試験を行う場合及び試験の実施条件に変更があった場合である．

手法の適合性試験は被験製品の無菌試験と同時に行うこともできる．

5.　製品の無菌試験

試験はメンブランフィルター法又は直接法によって行われる．試験には適切な陰性対照を置くこと．メンブランフィルター法は，ろ過可能な製品に適用する．例えば，ろ過可能な水性，アルコール性又は油性の製品及び本試験条件下で抗菌力を有しない水性又は油性の溶剤に混和若しくは溶解する製品に対して用いる．

5.1.　メンブランフィルター法

メンブランフィルターは，微生物の捕集効率が確立されている公称孔径が0.45μm以下のものを用いる．例えば，水溶性，油性又は低濃度のアルコール性溶液にはセルロースナイトレートフィルターを用い，高濃度のアルコール性溶液にはセルロースアセテートフィルターを用いる．抗生物質のような医薬品には，別途適切なフィルターが必要な場合もある．

次に示す手法は，直径約50mmのメンブランフィルターの使用を想定している．もし異なる直径のフィルターを用いる場合には，希釈及び洗浄液の容量はそれに応じて調製すべきである．ろ過器やメンブランフィルターは適切な方法で滅菌する．ろ過装置は，無菌条件下で被験溶液を導入・ろ過でき，メンブランフィルターの無菌的取りはずしと培地への移植ができるか，又はろ過器そのものに培地を加えて培養するのに適するように設計されていなければならない．

(ｉ)　水性液剤：1g/Lの肉製又はカゼイン製ペプトン溶液(pH7.1±0.2)のような無菌希釈液の少量をろ過器中のメンブランフィルター上に注ぎろ過する．希釈液には，例えば抗生物質が試験対象の場合には，適切な中和剤や不活化剤を加えることができる．

試験すべき容器の内容物を必要なら手法の適合性試験で選んだ無菌希釈液の量で希釈後，表4.06－2に示した量より少なくならないように，1枚又は複数のメンブランフィルター上に移し，直ちにろ過する．当該製品が抗菌活性を有している場合には，手法の適合性試験で用いた無菌希釈液の量でメンブランフィルターを3回以上洗浄する．手法の適合性試験において抗菌活性を十分に除去できないことが立証されていても，メンブランフィルター当たり100mLの洗浄液で5回を超えては洗浄しないこと．メンブランフィルターをろ過器から外し，半分に切断するか，あらかじめ試料溶液を二等分し，それぞれにつき同一のろ過操作を行うことによって得られた2枚のメンブランフィルターをそれぞれの培地に入れる．各培地の量は，手法の適合性試験で確立した量を用いる．又はメンブランフィルターを装着したろ過器内に試料溶液を二等分にろ過後，それぞれの培地を加える．培地を14日間以上培養する．

表4.06－2　各培地当たりの最少試料採取量

容器の内容量	他に規定されていない限りそれぞれの培地に接種する最少量
液剤	
1mL未満	全量
1mL以上40mL以下	半量，ただし1mL以上
40mL超100mL以下	20mL
100mL超	10%，ただし20mL以上
抗生物質の液剤	1mL
懸濁又は乳化して用いる非水溶性医薬品，クリーム又は軟膏剤	200mg以上
固形剤	
50mg未満	全量
50mg以上300mg未満	半量，ただし50mg以上
300mg以上5g以下	150mg
5g超	500mg

(ⅱ)　水溶性固形剤：各培地に対し，表4.06－2に規定する量以上を用いる．添付の溶剤，注射用水，生理食塩液又は1g/L肉製若しくはカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な溶剤に溶解し，選んだ溶剤に適したメンブランフィルターを用いて「5.1.(ｉ)水性液剤」に示したように試験を行う．

(ⅲ)　油及び油性液剤：各培地に対し，表4.06－2に規定する量以上を用いる．粘度の低い油及び油性液剤は，希釈せずに乾

いたメンブランフィルターでろ過する．粘稠性の油は，当該試験条件下で抗菌性がないことが立証されたミリスチン酸イソプロピルのような適切な無菌溶剤で希釈できる．油が自重によりメンブランフィルターに浸透した後，徐々に加圧又は吸引することによってろ過する．手法の適合性試験で適切であることが証明されている濃度の適切な乳化剤(例えば10g/Lポリソルベート80)を含む1g/L肉製又はカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な無菌溶液を用い，メンブランフィルター当たり約100mLずつで少なくとも3回洗浄する．「5.1.(ⅰ)水性液剤」に示したようにメンブランフィルターを培地に移す，又はろ過器に培地を加え，同じ温度で同じ期間培養する．

(ⅳ)　軟膏剤及びクリーム：各培地に対し，表4.06－2に規定する量以上を用いる．脂肪基剤の軟膏剤や油中水型の乳剤は上述のようにミリスチン酸イソプロピルで1%に希釈する．必要ならば40℃以下で加温する．例外的な場合で44℃以下までの加温が必要なこともある．できるだけ迅速にろ過した後，「5.1.(ⅲ)油及び油性液剤」に示したように操作を進める．

5.2.　直接法

別に規定するほか，表4.06－2に示す量の製品を，その容量が培地容量の10%を超えないように培地に直接接種する．被験製品が抗菌活性を有する場合は，適切な中和剤で中和した後に，又は十分な量の培地で希釈することによって試験を行う．大容量の製品を使用する必要があるとき，接種による希釈影響を考慮に入れて高濃度の培地を用いる方が好ましい場合もある．適切な場合は，高濃度培地を容器内の製品に直接加えることも可能である．

(ⅰ)　油性液剤：手法の適合性試験において適切であることが証明された適切な乳化剤を適切な濃度に加えた(例えば10g/Lポリソルベート80)培地を用いる．

(ⅱ)　軟膏剤及びクリーム：1g/L肉製又はカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な無菌希釈液中で，選択された乳化剤で乳化することにより約1：10に希釈する．この希釈物を乳化剤を含まない培地に移植する．

接種した培地は14日間以上培養する．培養を培養期間中に数回観察する．油性製品を含む培養は観察日ごとに穏やかに振る．ただし，嫌気性菌の検出のために液状チオグリコール酸培地を用いている場合は，嫌気条件を維持するために振とうや混合は最小限に保つ．

6.　観察と結果の判定

培養期間中及び最終日に，培地に肉眼的な微生物の増殖があるかどうかを調べる．被験材料が培地を混濁させ，微生物増殖の有無を肉眼的に容易に判定できない場合には，培養開始から14日後に当該培地の一部(1mL以上)を同じ培地の新たな容器に移し，元の培地と移植した培地の両方を4日間以上培養する．

微生物の増殖が観察されない場合は，被験製品は無菌試験に適合する．微生物の増殖が観察された場合は，当該被験製品に無関係な原因により試験が無効であったことを明確に証明できなければ，被験製品は無菌試験に適合しない．以下の条件のうち一つ以上を満たした場合のみ当該試験は無効と考えられる．

(ⅰ)　無菌試験施設の微生物学的モニタリングデータに問題が認められた場合

(ⅱ)　無菌試験中に用いた試験方法を調査した結果，問題が認められた場合

(ⅲ)　陰性対照中に微生物の増殖が認められた場合

(ⅳ)　当該無菌試験から分離された微生物の同定後，この菌種の増殖が無菌試験実施中に用いた材料及び手技又はそのいずれかに問題があると明らかに判断される場合

試験が無効であることが判明したら，初回試験と同じ数の容器を用いて再試験を行う．再試験において微生物の増殖が観察されない場合は，被験製品は無菌試験に適合する．再試験において微生物の増殖が観察された場合には，被験製品は無菌試験に適合しない．

7.　無菌試験への適合が要求される注射剤及び眼軟膏剤，点眼剤等の非注射剤への試験の適用

メンブランフィルター法を用いる場合は，可能ならいつでも容器内の全量を用いる．ただし，表4.06－2に示す量以上を用いる．必要ならば1g/L肉製又はカゼイン製ペプトン中性溶液のような適切な無菌溶液で約100mLになるよう希釈する．

直接法を用いる場合は，他に規定されていなければ表4.06－2に示す量を用いる．被験製品の同じ試料について細菌及び真菌に対する無菌試験を行う．1容器中の内容量が両試験を行うのに不十分な場合は，異なる培地に接種するのに2容器以上の内容物を用いる．

8.　最少供試個数

最少供試個数は，ロット当たりの製造個数に応じて，表4.06－3に示す個数を用いる．

表4.06－3　最少供試個数

ロット当たりの製造個数[*1]	他に規定されていない限り，それぞれの培地当たりの最少供試個数[*2]
注射剤	
100容器以下	10%又は4容器のうち多い方
101容器以上500容器以下	10容器
501容器以上	2%又は20容器◆(表示量が100mL以上の製剤の場合は，10容器)◆のうち少ない方
眼軟膏剤，点眼剤等の非注射剤	
200容器以下	5%又は2容器のうち多い方
201容器以上	10容器
単回使用製品の場合は，上欄の注射剤についての規定を適用する	
固形バルク製品	
4容器以下	各容器
5容器以上50容器以下	20%又は4容器のうち多い方
51容器以上	2%又は10容器のうち多い方

[*1]　ロット当たりの製造個数が不明の場合には，本欄に示した最大数を用いること．

[*2]　1容器の内容量が二つの培地に接種するのに十分な場合は，本欄は両培地合わせて必要な供試容器数を示す．

5.　生薬試験法

5.01　生薬試験法

生薬試験法は，生薬総則に規定する生薬に適用する試験法である．

1.　試料の採取

別に規定するもののほか，次の方法によって試料を採取し，必要ならば気密容器に保存する．

(ⅰ)　小形の生薬，切断生薬及び粉末生薬は，よくかき混ぜた

後，試料50～250gを採取する．

(ⅱ)　大形の生薬はよくかき混ぜた後，試料250～500gを採取する．

(ⅲ)　1個の質量が100g以上の生薬は5個以上を採取し，試料とするか，又は生薬を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後，試料500g以上を採取する．

2.　分析用試料の調製

試料をよく混ぜ，粉末生薬はそのまま，粉末生薬でないものは，別に規定するもののほか，粉末とし，もし，粉末にできないものは，なるべく細かくした後，薄く広げて平均した部分をとり，分析用試料とする．必要ならば気密容器に保存する．

3.　鏡検

3.1.　装置

光学顕微鏡を使用する．対物レンズは10倍及び40倍を，接眼レンズは10倍を用いる．

3.2.　鏡検用プレパラートの作成

(ⅰ)　切片：切片をスライドガラス上にとり，封入剤1～2滴を滴加した後，気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う．観察に用いる切片の厚さは，通例，10～20μmとする．

(ⅱ)　粉末：粉末の試料約1mgをスライドガラス上にとり，膨潤剤1～2滴を滴加し，気泡が入らないように小ガラス棒の先でよくかき混ぜた後，しばらく放置して試料を膨潤させる．封入剤1滴を滴加した後，組織片が重ならないように均等に広げ，気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う．組織片が不透明な場合は，別に粉末の試料約1mgをスライドガラス上にとり，抱水クロラール試液1～2滴を滴加した後，小ガラス棒の先で混ぜながら突沸しないように加熱し，試料を透明化する．冷後，封入剤1滴を滴加し，以下同様にカバーガラスで覆う．

封入剤及び膨潤剤は，別に規定するもののほか，水／グリセリン混液(1：1)又は水／エタノール(95)／グリセリン混液(1：1：1)を用いる．

3.3.　生薬の性状の項の各要素の観察

切片は，通例，外側から内側に向かい，次いで細胞内容物の順に医薬品各条に記載されており，この順に観察する．粉末は，特徴的なもの又は多量に出現するもの，まれに現れるもの，次いで細胞内容物の順に医薬品各条に記載されており，この順に観察する．

4.　純度試験

4.1.　異物

別に規定するもののほか，試料25～500gを量り，薄く広げて生薬中の異物を，肉眼又は10倍のルーペを用いて選びだし，その質量を量り，異物の量(%)とする．

4.2.　総BHC及び総DDT(末は，本品の粉末を本品に読み替える)

本操作に用いる塩化ナトリウム，無水硫酸ナトリウム及びカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムは，それぞれ約130℃で12時間以上加熱した後，デシケーター(シリカゲル)で冷したものを用いる．また，カラムは，カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム20gを200mLのフラスコにとり，生薬純度試験用ヘキサン50mLを加えて激しく振り混ぜ，直ちに内径約2cm，長さ約30cmのクロマトグラフィー管に注入し，上部のヘキサン層の深さが約5cmになるまでヘキサンを流出し，次に無水硫酸ナトリウム8gをカラム上端から入れ，無水硫酸ナトリウムの上部に少量のヘキサンが残る程度まで更にヘキサンを流出させたものを用いる．

本品の粉末約5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，生薬純度試験用アセトン／水混液(5：2)30mLを加え，密栓して15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，生薬純度試験用アセトン／水混液(5：2)30mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，アセトン臭がほとんどなくなるまで，減圧，40℃以下で濃縮する．濃縮液を塩化ナトリウム試液100mLを入れた分液漏斗に移し，生薬純度試験用ヘキサン50mLを加えて5分間振り混ぜて抽出する．水層は生薬純度試験用ヘキサン50mLを用いて再度この操作を行う．ヘキサン層を合わせ，塩化ナトリウム試液50mLを入れた分液漏斗に移し，5分間振り混ぜる．ヘキサン層をとり，無水硫酸ナトリウム30gを用いて乾燥した後，ろ過する．残留物を生薬純度試験用ヘキサン20mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，減圧，40℃以下で濃縮して約5mLとする．この液をカラムに入れ，生薬純度試験用ヘキサン／生薬純度試験用ジエチルエーテル混液(17：3)300mLを用いて1分間に5mL以下の速度で流出する．全流出液を減圧，40℃以下で濃縮し，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に5mLとする．この液を共栓付き試験管に移し，硫酸1mLを加えて，注意して振り混ぜる．次にこの上層液から4mLをとり，別の共栓付き試験管に移し，水2mLを加えて，軽く振り混ぜる．続いてこの上層液から3mLを共栓付き遠心管に移し，無水硫酸ナトリウム1gを用いて乾燥した後，遠心分離して上澄液を試料溶液とする．別にα－BHC，β－BHC，γ－BHC，δ－BHC，*o,p′*－DDT，*p,p′*－DDT，*p,p′*－DDD，*p,p′*－DDE，それぞれ約10mgを精密に量り，生薬純度試験用アセトン5mLに溶かし，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のα－BHC，β－BHC，γ－BHC，δ－BHC，*o,p′*－DDT，*p,p′*－DDT，*p,p′*－DDD，*p,p′*－DDE，に対応するピークの面積，A_{TA}及びA_{SA}，A_{TB}及びA_{SB}，A_{TC}及びA_{SC}，A_{TD}及びA_{SD}，A_{TE}及びA_{SE}，A_{TF}及びA_{SF}，A_{TG}及びA_{SG}，A_{TH}及びA_{SH}を測定し，次式によりα－BHC，β－BHC，γ－BHC，δ－BHC，*o,p′*－DDT，*p,p′*－DDT，*p,p′*－DDD及び*p,p′*－DDEの量を求める．

α－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\alpha\text{－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times 50$$

β－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\beta\text{－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times 50$$

γ－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\gamma\text{－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \times 50$$

δ－BHCの量(ppm)

$$= \frac{\delta\text{－BHCの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TD}}{A_{SD}} \times 50$$

o,p′－DDTの量(ppm)

$$= \frac{o,p'\text{－DDTの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TE}}{A_{SE}} \times 50$$

p,p'－DDTの量(ppm)

$$= \frac{p,p'\text{－DDTの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TF}}{A_{SF}} \times 50$$

p,p'－DDDの量(ppm)

$$= \frac{p,p'\text{－DDDの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TG}}{A_{SG}} \times 50$$

p,p'－DDEの量(ppm)

$$= \frac{p,p'\text{－DDEの秤取量(g)}}{M} \times \frac{A_{TH}}{A_{SH}} \times 50$$

M: 本品の粉末の秤取量(g)

総BHCの量(ppm)

＝α－BHCの量(ppm)＋β－BHCの量(ppm)
　＋γ－BHCの量(ppm)＋δ－BHCの量(ppm)

総DDTの量(ppm)

＝o,p'－DDTの量(ppm)＋p,p'－DDTの量(ppm)
　＋p,p'－DDDの量(ppm)＋p,p'－DDEの量(ppm)

試験条件

検出器：電子捕獲検出器

注入方法：スプリットレス注入法

カラム：内径0.3mm，長さ30mのガスクロマトグラフィー用石英製キャピラリーカラムの内壁にガスクロマトグラフィー用7%シアノプロピル－7%フェニル－メチルシリコーンポリマーを0.25～1.0μmの厚さで被覆したもの．

カラム温度：注入後，2分間60℃に保ち，その後200℃まで毎分10℃で昇温し，次いで260℃まで毎分2℃で昇温する．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：すべての対象物質の保持時間が10分から30分となるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に10mLとする．この液1μLから得た各対象物質のピーク面積が，標準溶液から得た各対象物質のピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，各対象物質のピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，各対象物質のピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

5.　乾燥減量

別に規定するもののほか，分析用試料2～6gをあらかじめ質量を量ったはかり瓶に入れ，その質量を精密に量り，105℃で5時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，その質量を精密に量る．再びこれを105℃で乾燥し，1時間ごとに質量を精密に量り，恒量になったときの減量を乾燥減量(%)とする．ただし，乾燥時間の規定があるときは，規定された時間乾燥した後，質量を精密に量り，その減量を乾燥減量(%)とする．

6.　灰分

あらかじめ白金製，石英製又は磁製のるつぼを500～550℃で1時間強熱し，放冷後，その質量を精密に量る．別に規定するもののほか，分析用試料2～4gを採取し，前のるつぼに入れ，その質量を精密に量り，必要ならばるつぼのふたをとるか，又はずらし，初めは弱く加熱し，徐々に温度を上げて500～550℃で4時間以上強熱して，炭化物が残らなくなるまで灰化する．放冷後，その質量を精密に量る．再び残留物を恒量になるまで灰化し，放冷後，その質量を精密に量り，灰分の量(%)とする．この方法で，なお炭化物が残り，恒量にならないときは，熱湯を加えて浸出し，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，残留物はろ紙及びろ紙上の不溶物と共に炭化物がなくなるまで強熱する．これにろ液を加えた後，蒸発乾固し，強熱する．放冷後，質量を精密に量り，灰分の量(%)とする．この方法でも炭化物が残るときは，エタノール(95)少量を加えて潤し，ガラス棒で炭化物を砕き，ガラス棒をエタノール(95)少量で洗い，エタノールを注意して蒸発した後，前と同様に操作して灰分を量る．放冷はデシケーター(シリカゲル)で行う．

7.　酸不溶性灰分

灰分に希塩酸25mLを注意して加え，5分間穏やかに煮沸し，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，熱湯でよく洗い，残留物をろ紙と共に乾燥した後，灰分の項と同様に操作した質量既知の白金製，石英製又は磁製のるつぼ中で3時間強熱し，デシケーター(シリカゲル)で放冷後，その質量を精密に量り，酸不溶性灰分の量(%)とする．得た値が規定の値より大きい場合は，恒量になるまで強熱する．

8.　エキス含量

エキス含量の試験は次の定量法によって行う．

8.1.　希エタノールエキス定量法

別に規定するもののほか，分析用試料約2.3gを精密に量り，適当なフラスコに入れ，希エタノール70mLを加え，時々振り混ぜて5時間浸出し，更に16～20時間放置した後，ろ過する．フラスコ及び残留物は，ろ液が100mLになるまで希エタノールで洗う．ろ液50mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で4時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷後，その質量を精密に量り，2を乗じて希エタノールエキスの量とする．乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し，エキス含量(%)を算出する．

8.2.　水製エキス定量法

8.1.の希エタノールの代わりに水を用いて同様に操作し，その質量を精密に量り，2を乗じて水製エキスの量とする．乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し，エキス含量(%)を算出する．

8.3.　エーテルエキス定量法

別に規定するもののほか，分析用試料をデシケーター(シリカゲル)で48時間乾燥し，その約2gを精密に量り，適当なフラスコに入れ，ジエチルエーテル70mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で4時間穏やかに煮沸し，放冷後，ろ過する．フラスコ及び残留物は，ろ液が100mLになるまでジエチルエーテルで洗う．ろ液50mLを水浴上で蒸発乾固し，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その質量を精密に量り，2を乗じてエーテルエキスの量とし，エキス含量(%)を算出する．

9.　精油含量

精油含量の試験は次の精油定量法により行う．

9.1.　精油定量法

医薬品各条に規定する量の分析用試料を，1Lの共通すり合わせ硬質ガラスフラスコに入れ，5～10倍量の水を加えた後，精油定量器(図5.01－1)を装着し，定量器の上端に還流冷却器

(図5.01－2)を付け，油浴中で注意して130～150℃で加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にキシレン2.0mLを加えておく．別に規定するもののほか，5時間沸騰を続けた後，加熱をやめ，しばらく放置した後，定量器の活栓を開き，水を徐々に流出させ，油層の上端を目盛り管の予備線にほぼ一致させ，常温で1時間以上放置する．次に油層の上面を目盛り管のゼロ線まで低下させ，常温で油量(mL)を量り，キシレンの量を減じて生薬中の精油量とする．

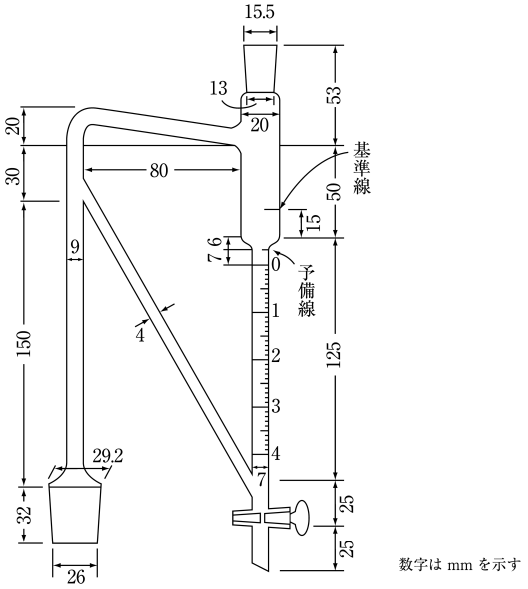


図5.01－1

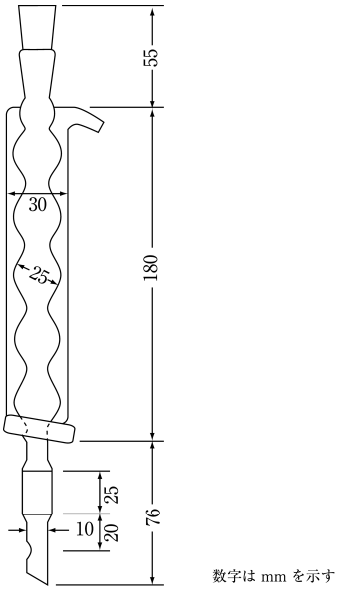


図5.01－2

5.02　生薬の微生物限度試験法

生薬の微生物限度試験法は，生薬に存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性，定量試験法である．本試験法には生菌数試験(好気性細菌と真菌)及び特定微生物試験(腸内細菌とその他のグラム陰性菌，大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌)が含まれる．試験を遂行するに当たって，外部からの微生物汚染が起こらないように，細心の注意を払う必要がある．また，被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は，希釈，ろ過，中和又は不活化などの手段によりその影響を除去しなければならない．試料は任意に選択した異なる数箇所(又は部分)から採取したものを混和し用いる．試料を液体培地で希釈する場合は，速やかに試験を行う．また，本試験を行うに当たっては，バイオハザード防止に十分に留意する．

1.　生菌数試験

本試験は，好気的条件下において増殖しうる中温性の好気性細菌と真菌(かび及び酵母)を測定する試験である．本試験では低温菌，高温菌，好塩菌，嫌気性菌，特殊な成分を増殖に要する菌などは，大量に存在しても陰性となることがある．本試験法には，カンテン平板混釈法，カンテン平板表面塗抹法，液体培地段階希釈法(最確数法)及びメンブランフィルター法の四つの方法がある．試験を行うときは，その目的に応じて適当と思われる方法を採用する．なお，ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は，自動化した方法の適用も可能である．好気性細菌と真菌では使用培地及び培養温度が異なる．液体培地段階希釈法(最確数法)は細菌のみに用いうる試験法である．

1.1.　試料の採取と調製

別に規定するもののほか，次の方法によって試料を採取し，測定用の試料を調製する．

(ｉ)　小形の生薬，切断生薬及び粉末生薬は，よくかき混ぜた後，試料50～250gを採取する．

(ii)　大形の生薬はよくかき混ぜた後，試料250～500gを採取し，切断生薬を調製する．

(iii)　1個の質量が100g以上の生薬は5個以上を採取し，試料とするか，又は生薬を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後，試料500g以上を採取し，必要に応じて切断生薬を調製する．

(iv)　液状の生薬又は製剤は混和した後採取する．

(ｖ)　不溶性固形剤は不溶性物質をできるだけ細かく磨砕した後採取する．

1.2.　試料溶液の調製

試料の分散又は希釈には，pH7.2のリン酸緩衝液，pH7.0のペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる．別に規定するもののほか，通例，試料10g又は10mLを量り，上記の緩衝液又は液体培地90mL中に振り混ぜ分散又は溶解し，分散した試料は，更に，10分間振り混ぜる．なお，付着菌の回収率の低い生薬については同様の操作を繰り返し，試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか，異なる量の試料を使用しなければならない場合がある．試料溶液は，pH6～8に調整する．試料溶液は調製後1時間以内に使用しなければならない．

(ｉ)　液状製剤：10mLを量り，上記の緩衝液又は液体培地90mL中に振り混ぜ試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか，異なる量の試料を使用しなければならない場合がある．

(ii)　不溶性固形剤：10gを量り，不溶性物質をできるだけ細かく磨砕して，上記の緩衝液又は液体培地90mL中に振り混ぜ

試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか，異なる量の試料を使用しなければならない場合がある．必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である．適当な界面活性剤(例えば，0.1w/v%ポリソルベート80)を加えて可溶化させてもよい．

1.3.　試験の手順

1.3.1.　カンテン平板混釈法

本法では，直径9～10cmのペトリ皿を使用する．一希釈段階につき2枚以上のカンテン培地を使用する．1mLの試料溶液又は試料溶液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する．これにあらかじめ45℃以下に保温されて融けた状態にある滅菌したカンテン培地15～20mLを加え混和する．カンテン培地としては，好気性細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を使用する．試料中に混在する生薬の組織片などへの対応や真菌の増殖をできるだけ抑制する目的から，好気性細菌染色色素TTC試液や抗真菌剤アムホテリシンB試液を培地に添加することができる．TTC試液及びアムホテリシンB試液は，滅菌したカンテン培地へ使用直前に1L当たりTTC試液2.5～5mL，アムホテリシンB試液2mLを添加し，混和する．真菌の検出を目的とする場合は抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地，抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地又は抗生物質添加GPカンテン培地のいずれかを使用する．かびがカンテン培地上に拡散する場合は，ローズベンガル試液を培地に添加することができる．ローズベンガル試液は，カンテン培地1L当たり5mLを添加し，混和後，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．カンテンの固化後，好気性細菌の試験は30～35℃，真菌の試験は20～25℃で少なくとも5日間培養する．多数の集落が出現するときは，好気性細菌の場合は一平板当たり300CFU以下の集落を持つ平板から，真菌の場合は一平板当たり100CFU以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する．信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後5日以前の計測値を採用してもよい．

1.3.2.　カンテン平板表面塗抹法

本法は，固化させ表面を乾燥させたカンテン培地上に0.05～0.2mLの試料溶液をのせ，コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である．ペトリ皿の大きさ，使用カンテン培地の種類と量，添加試薬，培養温度と時間及び生菌数算出法などは，カンテン平板混釈法と同様である．

1.3.3.　液体培地段階希釈法(最確数法)

本法では，9～10mLのソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を入れた試験管を使用する．各希釈段階において3本の試験管を使用する．最初の試験管3本の各々に1mLの試料溶液(0.1g又は0.1mLの試料を含む)を加えて10倍希釈試験管とする．次いでこの10倍希釈試験管の各々から1mLをとり，3本の試験管の各々に混和し，100倍希釈試験管とする．更に100倍希釈試験管の各々から1mLをとり，3本の試験管の各々に混和し，1000倍希釈試験管とする．なお，希釈が必要な場合には同様な操作を繰り返す．対照として各希釈段階の希釈液1mLを1本の試験管にそれぞれ加える．これらの試験管は30～35℃で少なくとも5日間以上培養する．対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない．結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は，カンテン培地又は液体培地に約0.1mLを移植し，30～35℃で24～72時間培養し，増殖の有無を判定する．表5.02－1から1g又は1mL当たりの最確数を求める．

第一カラム(0.1g又は0.1mLの試料を含む)において増殖を示した試験管数が2以下の場合，1g又は1mL当たりの微生物の最確数は100以下の可能性が高い．

表5.02－1　微生物の最確数表

下記の量の試料を加えた場合に微生物の増殖が観察された試験管の数			試料1g当たり又は1mL当たりの微生物の最確数
試験管当たり0.1g又は0.1mL	試験管当たり0.01g又は0.01mL	試験管当たり1mg又は1μL	
3	3	3	＞1100
3	3	2	1100
3	3	1	500
3	3	0	200
3	2	3	290
3	2	2	210
3	2	1	150
3	2	0	90
3	1	3	160
3	1	2	120
3	1	1	70
3	1	0	40
3	0	3	95
3	0	2	60
3	0	1	40
3	0	0	23

1.3.4.　メンブランフィルター法

本法では，メンブランフィルターは，孔径0.45μm以下の適当な材質のものを使用する．フィルターの直径は，約50mmのものが望ましいが，異なる直径のものも使用できる．フィルター，フィルター装置，培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない．通例，20mLの試料溶液(2gの試料を含む)を量り，2枚のフィルターで10mLずつろ過する．必要に応じて試料溶液を希釈して試験してもよい．菌濃度が高い場合は1枚のフィルター当たり10～100CFUの集落が出現するように希釈することが望ましい．試料溶液をろ過した後，各フィルターはpH7.0のペプトン食塩緩衝液，pH7.2のリン酸緩衝液又は使用する液体培地などを洗浄液として用いて，3回以上ろ過洗浄する．1回のろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約100mLとするが，フィルターの直径が約50mmと異なる場合には，大きさに従って洗浄液の量を調整する．脂質を含む試料の場合には，洗浄液にポリソルベート80などを添加してもよい．ろ過後，好気性細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の，真菌の試験を行うときはサブロー・ブドウ糖カンテン培地，ポテト・デキストロースカンテン培地又はGPカンテン培地(いずれも抗生物質添加)のいずれかの表面にフィルターを置く．好気性細菌の試験は30～35℃で，真菌の試験は20～25℃でそれぞれ少なくとも5日間培養後，集落数を計測する．信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後5日以前の計測値を採用してもよい．

1.4.　培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

次に記す菌株，又はこれらと同等と考えられる菌株を使用することができる．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用い，細菌は30～35℃，*Candida albicans*は20～25℃で培養する．

Escherichia coli

NBRC 3972,　ATCC 8739,　NCIMB 8545など

Bacillus subtilis

NBRC 3134,　ATCC 6633,　NCIMB 8054など

Staphylococcus aureus

NBRC 13276,　ATCC 6538,　NCIMB 9518など

Candida albicans

NBRC 1393,　NBRC 1594,　ATCC 2091,　ATCC 10231など

培養液のそれぞれをpH7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH7.2のリン酸緩衝液で希釈し，1mL当たり50～200CFU前後の生菌を含む菌液を調製する．使用する培地は菌液を1mL接種し，指定された温度で5日間培養したときに，十分な増殖又は接種菌数の回収が認められなければならない．試料の存在下と非存在下での比較において菌数の差異が1／5以下の場合，希釈，ろ過，中和又は不活化などの手段によってその影響を除去しなければならない．培地，希釈液の無菌性又は試験が無菌的に遂行されているか否かを検証するために，使用したpH7.0のペプトン食塩緩衝液又はpH7.2のリン酸緩衝液を対照とする．

2.　特定微生物試験

本試験は，腸内細菌とその他のグラム陰性菌，大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌を測定する試験である．

2.1.　試料の採取と調製

「1.1.試料の採取と調製」を適用する．

2.2.　試料溶液の調製

別に規定するもののほか，「1.2.試料溶液の調製」を適用する．試料の調製において液体培地を使用する場合は，別に規定するもののほか，それぞれの試験で規定されている培地を使用する．なお，試料の発育阻止物質の除去や分散性を考慮して，試料量と培地量を適宜，調整することができる．

2.3.　試験の手順

2.3.1.　腸内細菌とその他のグラム陰性菌

2.3.1.1.　定性試験

試料10g又は10mLを量り，乳糖ブイヨン90mLを加えて振り混ぜて分散又は溶解し，10mLをモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地90mLに接種し，35～37℃で18～24時間培養する．培養液を軽く振った後，1白金耳をとり，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地上に塗抹し，35～37℃で18～24時間培養する．通例，赤又は赤味がかった集落が検出された場合，陽性と判定する．

2.3.1.2.　定量試験

定性試験で腸内細菌とその他グラム陰性菌が認められた場合，試料10g又は10mLを量り，乳糖ブイヨン90mLに振り混ぜて分散又は溶解し，試料溶液1mL(0.1g又は0.1mLの試料を含む)をモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地9mLに接種し，振り混ぜる．次いでこの希釈試料溶液から1mLをとり，モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地9mLに接種し，振り混ぜる(0.01g又は0.01mLの試料を含む)．更に，希釈試料溶液から1mLをとり，モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地9mLに接種し，振り混ぜる(1mg又は1μLの試料を含む)．これらの調製した液を35～37℃で18～24時間培養した後，1白金耳をとり，バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地上に塗抹し，35～37℃で18～24時間培養する．赤又は赤味がかった集落が検出された場合，陽性と判定し，表5.02－2に従って菌数を求める．

表5.02－2　定量試験判定基準

各試料溶液における結果			判定 (CFU/g又はmL)
0.1g 又は0.1mL	0.01g 又は0.01mL	1mg 又は1μL	
＋	＋	＋	10^3以上
＋	＋	－	10^2～10^3未満
＋	－	－	10^1～10^2未満
－	－	－	10^1未満

2.3.2.　大腸菌

2.3.2.1.　定性試験

試料10g又は10mLを量り，乳糖ブイヨン90mLを加え，振り混ぜて分散又は溶解した液1mLを9～10mLのEC培地を入れた発酵試験管にとり，44.5±0.2℃の恒温水槽中で24±2時間培養し，ガス発生が認められない場合は大腸菌陰性と判定する．ガス発生が認められたときは，ガス発生の発酵管から1白金耳をEMBカンテン培地上に塗抹し，30～35℃で18～24時間培養する．EMBカンテン培地で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びたグラム陰性菌の集落が見出されない場合は大腸菌陰性と判定する．上記の平板で大腸菌が疑われる集落についてはIMViC試験(インドール産生試験，メチルレッド反応試験，フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験)を行い，パターンが「＋＋－－」又は「－＋－－」のものを大腸菌と判定する．また，大腸菌迅速同定用培地やキットの使用も可能である．

2.3.2.2.　定量試験

(ｉ)　液体培地段階希釈法(最確数法)：定性試験で大腸菌の存在が認められた場合，9～10mLのEC培地を入れた発酵試験管を使用する．各希釈段階において3本の試験管を使用する．試料10g又は10mLを量り，乳糖ブイヨン90mLを加え，振り混ぜて分散又は溶解し，最初の発酵試験管3本の各々に1mLの試料溶液(0.1g又は0.1mLの試料を含む)を加えて10倍希釈発酵試験管とする．次いでこの10倍希釈発酵試験管の各々から1mLをとり，3本の発酵試験管の各々に混和し，100倍希釈発酵試験管とする．更に，100倍希釈発酵試験管の各々から1mLをとり，3本の発酵試験管の各々に混和し，1000倍希釈発酵試験管とする．対照として各希釈段階の希釈液1mLを1本の試験管にそれぞれ加える．これらの試験管は44.5±0.2℃の恒温水槽中で24±2時間培養し，ガス発生が認められた発酵管から1白金耳をEMBカンテン培地上に塗抹し，30～35℃で18～24時間培養する．EMBカンテン培地で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びたグラム陰性菌の集落の出現した発酵管数から，表5.02－1より最確数を求める．

2.3.3.　サルモネラ

試料10g又は10mLを量り，乳糖ブイヨン90mLを加え，振り混ぜて分散又は溶解し，30～35℃で24～72時間培養する．増殖が見られた場合は，培養液を軽く振った後，1mLずつを10mLのセレナイト・シスチン液体培地及びテトラチオネート液体培地に接種し，12～24時間培養する．なお，セレナイト・シスチン液体培地に代えて，ラパポート液体培地を使用することができる．培養後，それぞれの液体培地からブリリアントグリンカンテン液体培地，XLDカンテン培地及び亜硫酸ビスマスカンテン培地のうちの少なくとも2種類以上の培地に塗抹し，30～35℃で24～48時間培養する．表5.02－3に適合する集落が見出されない場合はサルモネラ陰性と判定する．表5.02

－3に適合するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合は白金線を用いてTSI斜面カンテン培地の深部と斜面に疑われる集落を接種し，35～37℃で18～24時間培養する．サルモネラが存在する場合は深部が黄色となり，斜面部は赤色のまま変化しない．通常，深部でガスの産生が見られるが，硫化水素は産生される場合とされない場合がある．キット使用を含む更に詳細な生化学試験と血清学的試験を併用することで，サルモネラの同定，型別試験を必要に応じて実施する．

表5.02－3　選択培地上におけるサルモネラの形態学的特徴

培地	集落の特徴
ブリリアントグリンカンテン培地	小型で無色透明又は不透明で白色～桃色(しばしば周囲に桃色～赤色の帯が形成される)
XLDカンテン培地	赤色，中心部に黒点が現れる場合とそうでない場合がある．
亜硫酸ビスマスカンテン培地	黒色又は緑色

2.3.4.　黄色ブドウ球菌

試料10g又は10mLを量り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な培地90mLを加え，振り混ぜて分散又は溶解する．この試料を含む液体培地を30～35℃で24～48時間培養する．培養後，1mLを9mLの7.5%食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に加え30～35℃で24～48時間培養する．増殖が見られた場合は，培養液から1白金耳をフォーゲル・ジョンソンカンテン培地，ベアード・パーカーカンテン培地又はマンニット・食塩カンテン培地のいずれかの上に塗抹し，30～35℃で24～48時間培養する．表5.02－4に示す特徴を持ったグラム陽性球菌が見出されない場合は黄色ブドウ球菌陰性と判定する．黄色ブドウ球菌が疑われる集落についてはコアグラーゼ試験を行う．哺乳類由来の0.5mLの血漿(ウサギ又はウマ由来のものが望ましい；適当な添加物が加えられたものでもよい)を含む試験管に白金耳などを使って疑われる集落を接種し，37±1℃の恒温槽中で培養する．3時間後に凝固の有無を調べ，その後，適当な時間ごとに24時間まで凝固の有無を調べる．コアグラーゼ反応陽性と陰性の対照についても同時に試験を行う．凝固が観察されない場合は，黄色ブドウ球菌陰性と判定する．

表5.02－4　選択培地上における黄色ブドウ球菌の形態学的特徴

培地	集落の特徴
フォーゲル・ジョンソンカンテン培地	黄色の帯に囲まれた黒色
ベアード・パーカーカンテン培地	透明な帯に囲まれた黒色，光沢あり
マンニット・食塩カンテン培地	黄色の帯に囲まれた黄色

2.4.　培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

試験には，表5.02－5に掲げられている菌株を規定された培地中で30～35℃で18～24時間培養して使用する．次に，pH7.0のペプトン食塩緩衝液，pH7.2のリン酸緩衝液又はそれぞれの菌株で指定された培地などを用いて，1mL当たり約1000CFUの生菌を含む溶液を調製する．必要に応じて約1000CFU/mLの生菌を含む大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌の各0.1mLを混和して，試料の存在下，非存在下において，培地の有効性及び抗菌性物質の存在などを試験する．

表5.02－5　培地の有効性確認と特定微生物試験法の検証のために使用される菌株と培地

微生物	菌株名	培地
大腸菌	NBRC 3972，ATCC 8739，NCIMB 8545又はこれらと同等の菌株	乳糖ブイヨン
サルモネラ	特定せず*	乳糖ブイヨン
黄色ブドウ球菌	NBRC 13276，ATCC 6538，NCIMB 9518又はこれらと同等の菌株	ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

* サルモネラの場合，非病原性又は病原性の弱い菌株が望ましい．
Salmonella typhi は使用しないほうがよい．

2.5.　再試験

不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は，試料量を最初の試験の2.5倍を使って再試験を行う．方法は最初の試験法と同じであるが，試料の増加に比例して，培地などの量を増加させて行う．

3.　緩衝液，培地と試薬

微生物限度試験用の緩衝液，培地と試薬を以下に掲げる．他の培地でも類似の栄養成分を含み，かつ試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない．

3.1.　緩衝液

(ⅰ)　リン酸緩衝液，pH7.2

用時，保存溶液を800倍に希釈し，121℃で15～20分間滅菌する．

保存溶液：リン酸二水素カリウム34gを水約500mLに溶かす．水酸化ナトリウム試液約175mLを加え，pH7.1～7.3に調整し，水を加えて1000mLとし，保存溶液とする．高圧蒸気滅菌後，冷所で保存する．

(ⅱ)　ペプトン食塩緩衝液，pH7.0

リン酸二水素カリウム	3.6g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	7.2g
(リン酸塩 0.067mol に相当する)	
塩化ナトリウム	4.3g
ペプトン(肉製又はカゼイン製)	1.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.9～7.1．0.1～1.0w/v%のポリソルベート20又はポリソルベート80を添加しても差し支えない．

3.2.　培地

(ⅰ)　ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0g
ダイズ製ペプトン	5.0g
塩化ナトリウム	5.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.1～7.5.

(ⅱ)　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0g
ダイズ製ペプトン	3.0g
塩化ナトリウム	5.0g
リン酸水素二カリウム	2.5g
ブドウ糖一水和物	2.5g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.1～7.5.

(ⅲ)　抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ブドウ糖	40.0g
ペプトン(肉製及びカゼイン製 1：1)	10.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH5.4～5.8．使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10gとテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール50mgを加えてもよい.

(ⅳ)　抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0g
ブドウ糖	20.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH5.4～5.8．使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10gとテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール50mgを加えてもよい.

(ⅴ)　抗生物質添加GP(グルコース・ペプトン)カンテン培地

ブドウ糖	20.0g
酵母エキス	2.0g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5g
ペプトン	5.0g
リン酸二水素カリウム	1.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH5.6～5.8．使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10gとテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール50mgを加えてもよい.

(ⅵ)　乳糖ブイヨン

肉エキス	3.0g
ゼラチン製ペプトン	5.0g
乳糖一水和物	5.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.7～7.1．滅菌後はできるだけ速やかに冷却する.

(ⅶ)　EC培地

ペプトン	20.0g
乳糖一水和物	5.0g
胆汁酸塩	1.5g
リン酸水素二カリウム	4.0g
リン酸二水素カリウム	1.5g
塩化ナトリウム	5.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.8～7.0．滅菌後はできるだけ速やかに冷却する．冷却後もダーラム管中に気泡が残っている試験管は使用しない.

(ⅷ)　EMB(エオシンメチレンブルー)カンテン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0g
リン酸水素二カリウム	2.0g
乳糖一水和物	10.0g
カンテン	15.0g
エオシンY	0.4g
メチレンブルー	65mg
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.9～7.3.

(ⅸ)　モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0g
ブドウ糖一水和物	5.0g
乾燥ウシ胆汁	20.0g
リン酸二水素カリウム	2.0g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	8.0g
ブリリアントグリン	15mg
水	1000mL

全成分を混和し，100℃で30分間加熱後，速やかに冷却する．加熱後のpH7.0～7.4.

(ⅹ)　バイオレット・レッド・胆汁酸・ブドウ糖カンテン培地

酵母エキス	3.0g
ゼラチン製ペプトン	7.0g
胆汁酸塩	1.5g
塩化ナトリウム	5.0g
ブドウ糖一水和物	10.0g
カンテン	15.0g
ニュートラルレッド	30mg
クリスタルバイオレット	2mg
水	1000mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後のpH7.2～7.6．高圧蒸気滅菌してはならない.

(ⅺ)　セレナイト・シスチン液体培地

ゼラチン製ペプトン	5.0g
乳糖一水和物	4.0g
リン酸三ナトリウム十二水和物	10.0g
亜セレン酸ナトリウム	4.0g
L－シスチン	10mg
水	1000mL

全成分を混和し，加温して溶かす．最終のpH6.8～7.2．滅菌してはならない．

(xii) テトラチオネート液体培地

カゼイン製ペプトン	2.5g
肉製ペプトン	2.5g
デソキシコール酸ナトリウム	1.0g
炭酸カルシウム	10.0g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	30.0g
水	1000mL

固体を含む上記溶液を煮沸する．使用当日に水20mLにヨウ化カリウム5g及びヨウ素6gを溶かした液を加える．更に滅菌ブリリアントグリン溶液(1→1000)10mLを加え，混和する．その後は培地に熱を加えてはならない．

(xiii) ラパポート液体培地

ダイズ製ペプトン	5.0g
塩化ナトリウム	8.0g
リン酸二水素カリウム	1.6g
マラカイトグリーンシュウ酸塩	0.12g
塩化マグネシウム六水和物	40.0g
水	1000mL

マラカイトグリーンシュウ酸塩と塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ別々に水に溶かして，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後，混和して使用する．最終のpH5.4～5.8.

(xiv) ブリリアントグリンカンテン培地

ペプトン(肉製及びカゼイン製)	10.0g
酵母エキス	3.0g
塩化ナトリウム	5.0g
乳糖一水和物	10.0g
白糖	10.0g
フェノールレッド	80mg
ブリリアントグリン	12.5mg
カンテン	20.0g
水	1000mL

全成分を混和し，1分間煮沸する．使用直前に121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.7～7.1．約50℃に冷却してペトリ皿に分注する．

(xv) XLD(キシロース・リシン・デソキシコール酸)カンテン培地

キシロース	3.5g
L－リシン	5.0g
乳糖一水和物	7.5g
白糖	7.5g
塩化ナトリウム	5.0g
酵母エキス	3.0g
フェノールレッド	80mg
デソキシコール酸ナトリウム	2.5g
チオ硫酸ナトリウム	6.8g
クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)	0.8g
カンテン	13.5g
水	1000mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後のpH7.2～7.6．高圧蒸気滅菌してはならない．過剰な加熱は避ける．煮沸後，約50℃に冷却してペトリ皿に分注する．

(xvi) 亜硫酸ビスマスカンテン培地

肉エキス	5.0g
カゼイン製ペプトン	5.0g
肉製ペプトン	5.0g
ブドウ糖	5.0g
リン酸三ナトリウム十二水和物	4.0g
硫酸鉄(Ⅱ)七水和物	0.3g
亜硫酸ビスマス・インジケーター	8.0g
ブリリアントグリン	25mg
カンテン	20.0g
水	1000mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後のpH7.4～7.8．高圧蒸気滅菌をしてはならない．過剰な加熱は避ける．煮沸後，約50℃に冷却して，ペトリ皿に分注する．

(xvii) TSI(トリプルシュガーアイアン)カンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0g
肉製ペプトン	10.0g
乳糖一水和物	10.0g
白糖	10.0g
ブドウ糖	1.0g
硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物	0.2g
塩化ナトリウム	5.0g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.2g
フェノールレッド	25mg
カンテン	13.0g
水	1000mL

全成分を混和して，煮沸して溶かした後，小試験管に分注して121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.1～7.5．斜面カンテン培地として使用する．なお，上記の組合せに加えて，肉エキスや酵母エキス3gを含むものや，硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物の代わりにクエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)を含むものも使用して差し支えない．

(xviii) 7.5%食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0g
ダイズ製ペプトン	3.0g
塩化ナトリウム	75.0g
リン酸水素二カリウム	2.5g
ブドウ糖一水和物	2.5g
水	1000mL

「3.2.培地」の(ⅱ)ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地(5g塩化ナトリウム含有)に塩化ナトリウム70.0gを加え，全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.1～7.5.

(xix)　フォーゲル・ジョンソンカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0g
酵母エキス	5.0g
D－マンニトール	10.0g
リン酸水素二カリウム	5.0g
塩化リチウム	5.0g
グリシン	10.0g
フェノールレッド	25mg
カンテン	16.0g
水	1000mL

全成分を混和した後，1分間煮沸して溶かす．121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌後，45～50℃に冷却する．滅菌後のpH7.0～7.4．これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液(1→100)20mLを加えて混和する．

(xx)　ベアード・パーカーカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0g
肉エキス	5.0g
酵母エキス	1.0g
塩化リチウム	5.0g
グリシン	12.0g
焦性ブドウ酸ナトリウム	10.0g
カンテン	20.0g
水	950mL

全成分を混和し，時々激しく振り混ぜながら加熱し，1分間煮沸する．121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌した後，45～50℃に冷却する．滅菌後のpH6.6～7.0．これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液(1→100)10mLと卵黄乳濁液50mLを加えて緩やかに混和した後，ペトリ皿に分注する．卵黄乳濁液は卵黄約30%，生理食塩液約70%の割合で混和して調製する．

(xxi)　マンニット・食塩カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0g
肉製ペプトン	5.0g
牛肉エキス	1.0g
D－マンニトール	10.0g
塩化ナトリウム	75.0g
フェノールレッド	25mg
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，時々激しく振り混ぜながら加熱し，1分間煮沸した後，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.2～7.6.

3.3.　**試薬・試液**

(ⅰ)　アムホテリシンB試液：アムホテリシンB粉末22.5mgを滅菌精製水9mLに溶かす．

アムホテリシンB粉末　アムホテリシンBにデオキシコール酸ナトリウムが添加されγ線滅菌されたもの．

(ⅱ)　胆汁酸塩：動物の乾燥胆汁より製した黄褐色の粉末で，タウロコール酸ナトリウムやグリココール酸ナトリウムからなり，コール酸として45%以上を含む．5%水溶液のpHは5.5～7.5の範囲にある．

(ⅲ)　TTC試液：2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩0.8gを水に溶かし100mLとする．小試験管などに小分けした後，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．遮光して保存する．

(ⅳ)　ローズベンガル試液：ローズベンガル1gを水に溶かし100mLとする．

ローズベンガル　$C_{20}H_2Cl_4I_4Na_2O_5$[特級]赤褐色の粉末で，水に溶けて紫赤色を示す．

3.4.　**調製**

(ⅰ)　TTC添加カンテン培地の調製：滅菌したカンテン培地1L当たりTTC試液2.5～5mL(20～40mg/L)を使用直前に添加し，混和する．

(ⅱ)　アムホテリシンB添加カンテン培地の調製：121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌したカンテン培地1L当たりアムホテリシンB試液2mL(5mg/L)を使用直前に添加し，混和する．

(ⅲ)　ローズベンガル試液添加カンテン培地の調製：カンテン培地1L当たりローズベンガル試液5mL(50mg/L)を添加し，混和後，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．

6.　製剤試験法

6.01　眼軟膏剤の金属性異物試験法

眼軟膏剤の金属性異物試験法は，製剤総則中の眼軟膏剤の金属性異物を試験する方法である．

1.　**試料の調製**

本剤10個につき，できるだけ清潔な場所で，5gずつを取り出し，それぞれを直径60mmの平底ペトリ皿に入れる．平底ペトリ皿にふたをし，85～110℃で2時間加熱して基剤を完全に溶かした後，揺り動かさないように注意しながら室温で放置し，固まらせる．内容量が5g未満の場合には，全量をなるべく完全に取り出し，同様に操作する．

2.　**操作法**

平底ペトリ皿を反転し，ミクロメーターの付いた40倍以上の倍率の顕微鏡を用い，光源を上方45°の角度より照射し，それぞれの平底ペトリ皿の底の50μm以上の金属性異物の数を数える．

試験に用いる平底ペトリ皿は，泡，きずなどがなく，内面の周縁と底面の角度がなるべく直角のものを用いる．

3.　**判定**

本剤10個の50μm以上の金属性異物の合計数は50個以下であり，かつ個々の平底ペトリ皿のうち金属性異物が8個を超えるものが1枚以下のときは適合とする．これに適合しないときは，更に20個について同様に試験し，本剤30個の金属性異物の合計が150個以下であり，かつ個々の平底ペトリ皿のうち金属性異物が8個を超えるものが3枚以下のときは適合とする．

6.02　製剤均一性試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

製剤均一性試験法とは，個々の製剤の間での有効成分含量の

均一性の程度を示すための試験法である．したがって，本試験は，別に規定される場合を除き，単剤又は配合剤に含まれる個々の有効成分に対して適用される．

錠剤，カプセル剤，散剤又は顆粒剤の分包品，アンプル入り注射剤等は，個々の製剤中に有効成分の1回服用量又は複数個で1回用量になるように有効成分を含有している．そのような製剤の有効成分の含量の均一性を保証するには，ロット内の個々の製剤中の有効成分量が，表示量を中心とした狭い範囲内にあることを確認する必要がある．ただし，懸濁剤，乳剤又はゲルからなる外用の皮膚適用製剤へは本試験を適用しない．

製剤含量の均一性は，表6.02－1に示したように含量均一性試験又は質量偏差試験のいずれかの方法で試験される．含量均一性試験は，製剤個々の有効成分の含量を測定し，それぞれの成分の含量が許容域内にあるかどうかを確認する試験で，すべての製剤に適用できる．

質量偏差試験は次の製剤に適用できる．

(ⅰ)　◆成分が完全に溶解した◆液を個別容器に封入した製剤(軟カプセルを含む)．

(ⅱ)　他の有効成分及び添加剤を含まず，単一の成分のみからなる散剤，顆粒及び用時溶解の注射剤などの固形製剤を個別容器に封入したもの．

(ⅲ)　◆成分が完全に溶解した◆液を，最終容器内で凍結乾燥することにより製した用時溶解の注射剤などの固形製剤で，その調製法がラベル又は添付文書に記載されているもの．

(ⅳ)　硬カプセル，素錠又はフィルムコーティング錠で，有効成分含量が25mg以上で，かつ製剤中の有効成分の割合が質量比で25%以上のもの．◆ただし，有効成分を含まない部分(コーティング部，カプセル殻など)を除いて計算する．◆ 25%より低い成分がある場合，その成分は含量均一性で試験する．

上記の条件を満たさない製剤は，含量均一性で試験する．ただし，(ⅳ)に示された製剤で，25mg／25%の閾値に達しなかった場合でも，製造工程のバリデーション及び製剤開発のデータから最終製剤の有効成分の濃度の相対標準偏差(RSD)が2%以下であることが示され，試験法の変更が認められた場合には，質量偏差試験を適用できる．有効成分濃度RSDは，個々の製剤に対する有効成分濃度(w/w，w/v)のRSDで，個々の製剤中の有効成分含量を製剤質量で除することにより求められる．RSDの一般式は表6.02－2を参照．

1.　含量均一性試験

試料30個以上をとり，下記に示す方法に従って試験する．定量法と含量均一性試験とで異なる測定法を用いた場合には，補正係数が必要となる場合もある．

(ⅰ)　固形製剤：試料10個について個々の製剤中の有効成分含量を適切な方法で測定し，表6.02－2を参照して判定値を計算する．

(ⅱ)　液剤：試料10個について，個々の容器から通常の使用法に従ってよく混合した内容物を取り出し，有効成分含量を測定し，表6.02－2を参照して判定値を計算する．

1.1.　判定値の計算

次の式に従って判定値を計算する．

$$|M-\overline{X}|+ks$$

記号は表6.02－2で定義される．

2.　質量偏差試験

◆本試験は，有効成分濃度(有効成分質量を製剤質量で割ったもの)が均一であるという仮定で行われる試験である．◆

適当な方法によりロットを代表する試料について測定し，有効成分の平均含量を求める．この値をAとし，判定値の計算の項で示したように，表示量に対する%として表す．試料30個以上をとり，下記に示す方法に従って試験する．

(ⅰ)　素錠又はフィルムコーティング錠：試料10個について個々の質量を精密に量り，定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する%で表す．判定値を計算する．

(ⅱ)　硬カプセル剤：試料10個について，試料と質量の対応性に留意しながら，個々の質量をカプセルごと精密に量る．カプセルから内容物を適切な方法で除去し，個々の空のカプセルの質量を精密に量る．個々の試料の質量から対応する空のカプセルの質量を差し引いて，それぞれの試料の内容物の質量を求める．内容物の質量と定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する%で表す．判定値を計算する．

(ⅲ)　軟カプセル剤：試料10個について，試料と質量の対応性に留意しながら，個々の質量をカプセルごと精密に量る．カプセルを切り開き，内容物を適当な溶媒で洗い出す．室温に約30分間放置し，残存している溶媒を蒸発させて除去する．このとき，カプセルが吸湿又は乾燥することを避けなければならない．個々の空カプセルの質量を精密に量り，個々の試料の質量から対応する空カプセルの質量を差し引いて，内容物の質量を求める．内容物の質量と定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する%で表す．判定値を計算する．

(ⅳ)　錠剤とカプセル剤以外の固形製剤：「硬カプセル」の項に記載された方法と同様に個々の製剤を処理する．判定値を計算する．

(ⅴ)　液剤：試料10個について，内容液の質量又は容量と定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する%で表す．判定値を計算する．

2.1.　判定値の計算

「含量均一性試験」の項に従って判定値を計算する．ただし，◆$\overline{X}$はA◆に，また個々の試料の有効成分含量は下記に示した有効成分含量の推定値に置き換える．

x_1，x_2，…，x_n：試料1個に含まれる有効成分含量の推定値

$$x_i = w_i \times \frac{A}{\overline{W}}$$

w_1，w_2，…，w_n：試験した個々の試料の質量

A：適当な方法で測定して求めた有効成分含量(表示量に対する%)

$\overline{W}$：個々の質量(w_1，w_2，…，w_n)の平均値

3.　判定基準

別に規定するもののほか，次の判定基準を適用する．

(ⅰ)　固形製剤及び液剤：初めの試料10個について判定値を計算し，その値が$L1$%を超えないときは適合とする．もし判定値が$L1$%を超えるときは，更に残りの試料20個について同様に試験を行い，判定値を計算する．2回の試験を併せた30個の

試料の判定値が$L1$%を超えず，かつ個々の製剤の含量が，含量均一性試験又は質量偏差試験の「判定値の計算」の項で示した$(1-L2\times0.01)M$ 以上で，かつ$(1+L2\times0.01)M$ を超えるものがないときは適合とする．別に規定するもののほか，$L1$を15.0，$L2$を25.0とする．

表6.02－1　含量均一性試験及び質量偏差試験の各製剤への適用

剤形	タイプ	サブタイプ	含量／有効成分濃度 25mg以上かつ25%以上	含量／有効成分濃度 25mg未満又は25%未満
錠剤	素錠		MV	CU
	コーティング錠	フィルムコーティング錠	MV	CU
		その他	CU	CU
カプセル剤	硬カプセル		MV	CU
	軟カプセル	懸濁剤，乳化剤，ゲル	CU	CU
		液剤	MV	MV
個別容器に入った固形製剤◆(分包品，凍結乾燥製剤等)◆	単一組成		MV	MV
	混合物	最終容器内で溶液を凍結乾燥した製剤	MV	MV
		その他	CU	CU
個別容器に入った製剤◆(完全に溶解した液)◆			MV	MV
その他			CU	CU

CU：含量均一性試験，MV：質量偏差試験

表6.02－2

変数	定義	条件	値
$\overline{X}$	表示量に対する%で表した個々の含量の平均 $(x_1,\ x_2,\ \cdots,\ x_n)$		
$x_1,\ x_2,\ \cdots,\ x_n$	試験した個々の試料に含まれる有効成分含量(表示量に対する%)		
n	試料数(試験した試料の全個数)		
k	判定係数	試料数nが10のとき	2.4
		試料数nが30のとき	2.0
s	標準偏差		$\sqrt{\dfrac{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\overline{X})^2}{n-1}}$
RSD	相対標準偏差(平均値に対し，%で表した標準偏差)		$\dfrac{100s}{\overline{X}}$
M(ケース1)	基準値	$98.5\% \leqq \overline{X} \leqq 101.5\%$	$M=\overline{X}$ $(AV=ks)$
$T\leqq101.5$ の場合に適用		$\overline{X}<98.5\%$	$M=98.5\%$ $(AV=98.5-\overline{X}+ks)$
		$\overline{X}>101.5\%$	$M=101.5\%$ $(AV=\overline{X}-101.5+ks)$
M(ケース2)	基準値	$98.5\% \leqq \overline{X} \leqq T$	$M=\overline{X}$ $(AV=ks)$
$T>101.5$ の場合に適用		$X<98.5\%$	$M=98.5\%$ $(AV=98.5-\overline{X}+ks)$
		$\overline{X}>T$	$M=T\%$ $(AV=\overline{X}-T+ks)$
判定値(AV)			一般式：$\lvert M-X\rvert+ks$ (種々の場合の計算は上に示した)
$L1$	判定値の最大許容限度値		$L1=15.0$ 他に規定する場合を除く．
$L2$	個々の含量のMからの最大許容偏差	個々の含量の下限値は$0.75M$，上限値は$1.25M$ ($L2=25.0$とする)	$L2=25.0$ 他に規定する場合を除く．
T	目標含量．各条で別に規定する場合を除き，Tは100.0%とする．		

6.03　製剤の粒度の試験法

製剤の粒度の試験法は，製剤総則中の製剤の粒度の規定を試験する方法である．

1.　操作法

18号(850μm)及び30号(500μm)のふるいを用いて試験を行う．ただし，この試験に用いるふるいの枠の内径は75mmとする．

試料10.0gを正確に量り，前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ，上ふたをした後，3分間水平に揺り動かしながら，時々軽くたたいてふるった後，各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る．

6.04　制酸力試験法

制酸力試験法は，胃において酸と反応し，制酸作用を発現する医薬品原体及び製剤の制酸力を求める試験法である．次の方法により試験を行うとき，原体は，その1gに対応する0.1mol/L塩酸の消費量(mL)で示し，製剤は，用法及び用量の1日服用量(1日服用量に幅がある場合には最小の1日服用量をいう)に対応する0.1mol/L塩酸の消費量(mL)で示す．

1.　試料の調製

原体及び製剤総則散剤の規定に適合する固体製剤は，そのまま試料とする．ただし，分包されているものは，その20包以上をとり，その内容物質量を精密に量り，1日服用量当たりの内容物の平均質量を算出し，均一に混合して試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されている顆粒剤などは，その20包以上をとり，その内容物の質量を精密に量り，1日服用量当たりの平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されていない顆粒剤などは，その20回服用量以上をとり，粉末とし，試料とする．カプセル剤，錠剤などは，その20回服用量以上をとり，その質量を精密に量り，1日服用量当たりの内容物の平均質量，又は平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．

液体製剤は，よく振り混ぜ，試料とする．

2.　操作法

計算式でaの量が20～30mLになる量の試料をとり，試験を行う．

原体又は固体製剤の試料を精密に量り，200mLの共栓フラスコに入れ，0.1mol/L塩酸100mLを正確に加え，密栓して37±2℃で1時間振り混ぜた後，ろ過する．ただし，0.1mol/L塩酸を加える際にガスが発生する場合には注意して加え，密栓する．冷後，必要ならば再びろ過する．ろ液50mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(pH測定法〈2.54〉，終点pH3.5)．同様の方法で空試験を行う．

液体製剤は，試料を正確に量り，100mLのメスフラスコに入れ，水を加えて45mLとし，振り混ぜながら0.2mol/L塩酸50mLを正確に加え，次に水を加えて100mLとする．これを200mLの共栓フラスコに移し，残留物は水20.0mLで洗い込み，密栓して37±2℃で1時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液60mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(pH測定法〈2.54〉，終点pH3.5)．同様の方法で空試験を行う．

制酸力(0.1mol/L塩酸消費量／1g又は1日服用量)(mL)

$=(b-a)f \times 2 \times t/s$

a：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

b：空試験における0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

f：0.1mol/L水酸化ナトリウム液のファクター

t：原体は1000mg，製剤は1日服用量(固体製剤の場合mg，液体製剤の場合mL)

s：試料の量(原体及び固体製剤はmg，液体製剤はmL)

6.05　注射剤の採取容量試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

◆注射剤の採取容量試験法は，表示量よりやや過剰に採取できる量が容器に充てんされていることを確認する試験法である．アンプル，プラスチックバッグなどの単回投与容器又は分割投与容器で提供される注射剤は，通常，表示量を投与するのに十分な量の注射液で充てんされており，過量は，製品の特性に応じて決まる．◆

懸濁性注射剤及び乳濁性注射剤では，内容物を採取する前及び密度を測定する前に振り混ぜる．非水性注射剤及び粘性を有する注射剤では，必要ならば表示された方法に従って加温し，内容物を移し替える直前に振り混ぜてもよい．測定は，20～25℃に冷やした後に行う．

1.　単回投与注射剤

表示量が，10mL以上の場合は1個，3mLを超え10mL未満の場合は3個，3mL以下の場合は5個をとり，個々の容器ごとに全内容物を採取する．採取には2.5cm以上の長さの21ゲージ針を取り付けた，測定しようとする容量の3倍を超えない容量の乾燥した注射筒を用いる．注射筒及び注射針内から気泡を排出した後，注射筒の全内容物を，注射針の中が空にならないように受用メスシリンダー中に排出し，容量を測定する．この代わりに，内容物の質量(g)を密度で除して容量(mL)に換算してもよい．受用メスシリンダーには測定しようとする容量が40%以上となる乾燥したメスシリンダーを用いる．なお，表示量が2mL以下の場合は適切な数の容器をとり，各容器について別々の乾燥した注射筒を用いて全内容物を採取し，それらを合わせて容量を測定してもよい．10mL以上の場合は，開封し，全内容物を直接受用メスシリンダー又は質量既知のビーカーへ入れて測定してもよい．

個々の製剤の採取容量は表示量以上である．表示量が2mL以下の場合で複数個の内容物を合わせて測定したときは，採取容量は表示量の合計以上である．

2.　分割投与注射剤

1回の投与量と投与回数が表示されている分割投与注射剤では，1個をとり，規定された投与回数と同数の別々の乾燥した注射筒を用いて内容物を採取し，単回投与注射剤の方法に従っ

て操作する．

各注射筒から得られる採取容量は表示された1回の投与量以上である．

3.　カートリッジ剤又は充てん済みシリンジ剤

表示量が，10mL以上の場合は1個，3mLを超え10mL未満の場合は3個，3mL以下の場合は5個をとり，付属の注射針，押し子，注射筒などがある場合にはそれらを装着し，各容器の全内容物を，注射針の中が空にならないようにして，ゆっくりと一定速度で押し子を押しながら質量既知の乾いたビーカーへ排出する．内容物の質量(g)を密度で除して容量(mL)を求める．

個々の製剤の採取容量は表示量以上である．

4.　輸液剤

容器1個をとり，測定しようとする容量が40%以上となる乾燥したメスシリンダー中に全内容物を排出し，容量を測定する．

製剤の採取容量は表示量以上である．

6.06　注射剤の不溶性異物検査法

注射剤の不溶性異物検査法は，注射剤中の不溶性異物の有無を調べる検査法である．

1.　第１法

溶液である注射剤及び用時溶解して用いる注射剤の溶剤はこの方法による．

容器の外部を清浄にし，白色光源の直下，約1000lxの明るさの位置で，肉眼で観察するとき，澄明で，たやすく検出される不溶性異物を認めてはならない．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を用いた注射剤にあっては，上部及び下部に白色光源を用いて8000～10000lxの明るさの位置で，肉眼で観察するものとする．

2.　第２法

用時溶解して用いる注射剤はこの方法による．

容器の外部を清浄にし，異物が混入しないよう十分に注意して添付された溶解液又は注射用水を用いて溶解し，白色光源の直下，約1000lxの明るさの位置で，肉眼で観察するとき，澄明で，明らかに認められる不溶性異物を含んではならない．

6.07　注射剤の不溶性微粒子試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

注射剤(輸液剤を含む)の不溶性微粒子とは，これら製剤中に意図することなく混入した，気泡ではない容易に動く外来性，不溶性の微粒子である．

不溶性微粒子を測定する方法は2種あり，第1法(光遮蔽粒子計数法)又は第2法(顕微鏡粒子計数法)で試験する．第1法での試験を優先するが，場合によってはまず第1法で試験し，次に第2法で試験する必要がある．すべての注射剤が両法で試験できるとは限らず，透明性が低い若しくは粘性の高い乳剤，コロイド，リポソーム，又はセンサー内で気泡を生じる注射剤など，第1法で試験できない場合は第2法で試験する．注射剤の粘度が高く試験に支障をきたす場合は，必要に応じて適当な液で希釈し，粘度を下げて試験する．

本試験は一部のサンプルを対象として行われる抜取試験であるため，母集団の微粒子数を正しく推定するには，統計学的に適切なサンプリング計画の下で試験が行われなければならない．

1.　第1法　光遮蔽粒子計数法

1.1.　装置

微粒子の粒径及び各粒径の粒子数を自動的に測定できる光遮蔽原理に基づいた装置を用いる．◆校正，試料容量精度，試料流量及び計数精度の検証を少なくとも1年1回以上行うことが必要である．◆

1.1.1.　◆校正

校正用粒子は，少なくとも粒径が5μm，10μm及び25μmの真球状のポリスチレン系の単分散粒子(PSL粒子)を用いて粒径感度測定を行う．PSL粒子は，国内又は国際的な長さのトレーサビリティを持ち，不確かさが3%以内とする．校正用粒子は微粒子試験用水に分散させる．

1.1.1.1.　手動法

装置自身を用い，閾値設定チャンネルを少なくとも3チャンネル用いて，ウィンドー移動式ハーフカウント法で粒子感度の測定を行う．ウィンドーは測定粒径の±20%とする．指定の粒径の粒子感度測定終了後，粒子感度測定点から製造会社の指定する方法により粒径応答曲線を作成し，装置の5μm，10μm及び25μmの閾値を求める．

1.1.1.2.　電気法

多チャンネル波高分析器を用い，手動法と同じウィンドー移動式ハーフカウント法で粒子感度の測定を行い，製造会社の指定する方法により粒子感度測定点より粒径応答曲線を作成し，装置の5μm，10μm及び25μmの閾値を求める．この場合，製造会社又はユーザーは，手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない．

1.1.1.3.　自動法

装置の粒径応答曲線は，装置の製造会社が供給するソフトウェア又はユーザーが作成したソフトウェアを用いて求めてもよいが，製造会社又はユーザーは，手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない．

1.1.2.　試料容量精度

試料容量精度は，試験液10mLを測定し，試験液の減少を質量法で測定した場合に測定容量の5%以内とする．

1.1.3.　試料流量

センサーに導入する試料の流量は，測定容量と測定時間から算出し，製造会社の指定流量の範囲であることを確認する．

1.1.4.　計数精度

微粒子検出センサーの計数率及び粒径分解能は，同一型式のセンサーであっても部品精度，組立精度により個々のセンサーによって変わる可能性がある．また，閾値設定精度も確認する必要があるので，計数参照標準溶液(10μm PSL粒子，1000個/mL±10%，CV値5%以下)を用いて，粒径分解能，計数率及び閾値設定精度を試験する．なお，測定中は試料の濃度を均一にするためかき混ぜる．

1.1.4.1.　粒径分解能

次のいずれかの方法を用いて測定し，試験粒径と総計数の16%及び84%を計数する閾値粒径との差が10%以内であるこ

と．ただし，電気法及び自動法は手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない．

(ⅰ)　装置の計数値から作成したヒストグラムの広がりを求める手動法

(ⅱ)　装置の応答信号を多チャンネル波高分析器を用いて分級し，そのヒストグラムの広がりを求める電気法

(ⅲ)　製造会社又はユーザーが作成したソフトウェアを用いて試験粒子の応答信号のヒストグラムの広がりを求める自動法

1.1.4.2.　計数率

5μm以上の計数値から1mL当たり763～1155個であること．

1.1.4.3.　閾値設定精度

5μm以上の計数値の50%を計数する閾値粒径が試験粒子の平均粒径の±5%以内であること．◆

1.2.　一般注意事項

試験は外部から微粒子が混入しない条件下，できればクリーンキャビネット中で行う．メンブランフィルター以外のろ過器及びガラス器具は，加温した洗剤液で十分に洗浄した後，水でよくすすいで洗剤が残らないようにする．また，使用直前に微粒子試験用水でろ過器の内外を上から下へ洗い流す．試験液の一部を，測定用容器に移すときには気泡が入らないように特に注意する．ガラス器具は清潔か，微粒子試験用水の微粒子数は規定内であるかなど，5mLの微粒子試験用水を用いて下記の操作を行い，試験環境が適切かどうかを検査する．測定は5回行い，10μm以上の微粒子数が25mL中25個を超える場合は，試験環境は適切でないと判断する．この場合，試験環境が適切となるまで，微粒子試験用水を再測定すると共に，ガラス器具及びろ過器の洗浄を繰り返す．

1.3.　操作法

容器を20回連続して，ゆっくり上下を反転させ内容物を混和する．容器に封がしてある場合は注意して剥がす．容器開口部の外表面を微粒子試験用水で洗浄し，内部が汚染されないよう注意して栓を開ける．容器は2分間放置するか，超音波を照射するなど適切な方法により，内部溶液の気泡を除く．

25mL以上の注射剤は個々の容器について試験する．25mL未満の注射剤は10個以上の容器の内容物を集め，清潔な容器にまとめて入れ，25mL以上となるようにする．適当と判断できれば，微粒子試験用水で希釈し，25mLとしてもよい．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の他の適当な溶剤を用いることができる．

粉末注射剤の場合，微粒子試験用水に溶解する．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の他の適当な溶剤を用いることができる．

試料数は統計的に適切な数とする．25mL以上の注射剤については，適切なサンプリング計画に従って10容器以下とすることができる．

試験液を5mL以上ずつ4画分採取し，10μm以上及び25μm以上の微粒子数を計測する．最初の画分の計測値は棄却し，残りの計測値から試験液の平均微粒子数を計算する．

1.4.　判定

平均微粒子数が下記に規定する値のときは適合とする．規定する値を超えたときは，第2法で試験する．

A：表示量が100mL◆以上◆の注射剤

1mL当たり10μm以上のもの25個以下，25μm以上のもの3個以下．

B：表示量が100mL未満の注射剤

容器当たり10μm以上のもの6000個以下，25μm以上のもの600個以下．

2.　第2法　顕微鏡粒子計数法

2.1.　装置

双眼顕微鏡，微粒子捕集用ろ過器及びメンブランフィルターを用いる．

顕微鏡は，対物測微計で検定した接眼測微計，メンブランフィルターを保持し，ろ過部位すべてにわたって動かすことのできる可動ステージ及び照明装置を備えたもので，100±10倍に調節する．接眼測微計は円形直径目盛り付きレンズ(図6.07－1)で，十字線で四分円に分けられた円視野目盛り領域(GFOV)と呼ばれる大円，100倍の倍率で直径10μm及び25μmの透明及び黒色の参照円，及び10μm刻みの直線目盛りからなる．国内又は国際的な規格機関によって保証されたステージ測微計を用いて検定するとき，直線目盛りの相対誤差は±2%以内である．

照明装置は，二つの照明器を備えており，一つは顕微鏡内の上部からの視野照射，他は外部からの焦点可動補助照明器で10～20°斜角照射ができる．

微粒子捕集用ろ過器は，ガラス又は試験に支障をきたさない材質で製したフィルターホルダーとメンブランフィルターから構成され，吸引装置を備えている．メンブランフィルターは，適切なサイズの黒色又は灰色でかつ格子付き又は格子付きでないもので，孔径は1.0μm以下である．

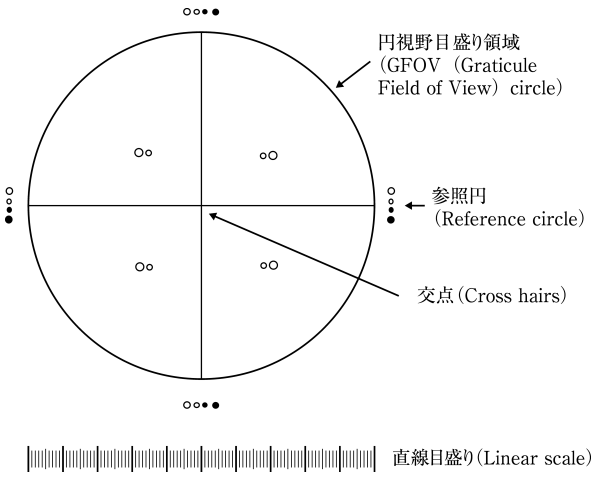


図6.07－1　円形直径目盛り

2.2.　一般注意事項

試験は外部から微粒子が混入しない条件下，できればクリーンキャビネット中で行う．

ガラス器具及びメンブランフィルター以外のろ過器は，加温した洗剤液で十分に洗浄した後，水でよくすすいで洗剤が残らないようにする．また，使用直前に微粒子試験用水でメンブランフィルター及びろ過器の内外を上から下へ洗い流す．

ガラス器具やメンブランフィルターは清潔か，微粒子試験用水の微粒子数は規定内であるかなどについて，50mLの微粒子試験用水を用いて下記の操作を行い，試験環境が適切であるかどうかを検査する．メンブランフィルターのろ過部分にある10μm以上の微粒子数が20個を超える場合，又は25μm以上の微粒子数が5個を超える場合は，試験環境は適切でないと判断する．この場合，試験環境が適切となるまで，微粒子試験用水

を再測定すると共に，ガラス器具及びろ過器の洗浄を繰り返す．

2.3.　操作法

容器を20回連続して，ゆっくり上下を反転させ内容物を混和する．容器に封がしてある場合は注意して剥がす．容器開口部の外表面を微粒子試験用水で洗浄し，内部が汚染されないよう注意して栓を開ける．

25mL以上の注射剤は個々の容器について試験する．25mL未満の注射剤は10個以上の容器の内容物を集め，清潔な容器に移す．適当と判断できれば，微粒子試験用水で希釈し，25mLとしてもよい．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の他の適当な溶剤を用いることができる．

粉末注射剤の場合，微粒子試験用水に溶解する．微粒子試験用水が適当でない場合，微粒子について微粒子試験用水と同等の他の適当な溶剤を用いることができる．

試料数は統計的に適切な数とする．25mL以上の注射剤については，適切なサンプリング計画に従って10容器以下とすることができる．

フィルターホルダーにメンブランフィルターを取り付け，ホルダー内部を数mLの微粒子試験用水で濡らす．複数の容器から集めた試験液又は1容器中の試験液を，必要ならば漏斗に徐々に注いで，吸引ろ過する．ろ過後，微粒子試験用水を噴射し，フィルターホルダーの内壁を洗い込む．メンブランフィルターの表面に水分がなくなるまで吸引を行う．このフィルターをペトリ皿に移し，覆いをわずかに開けてフィルターを風乾する．風乾後，ペトリ皿を顕微鏡のステージ上に置き，反射光下，メンブランフィルター上にある10μm以上及び25μm以上の微粒子を計数する．フィルターの一視野の微粒子を計数し，計算によりフィルター上の全微粒子数を求めてもよい．試験製剤の平均微粒子数を算出する．

円形直径目盛りを用いて微粒子の大きさを決める過程では，各微粒子の形状を円形とみなし，10μm及び25μmの参照円と比較して行うが，その際，視野目盛り領域内の微粒子を移動させたり，参照円と重ねてはならない．白色及び透明な微粒子の大きさは，透明な円の内径を用いて測定し，暗色粒子の大きさは，黒の参照円の外径を用いて測定する．

顕微鏡粒子計数法では無定形，半固形，又はメンブランフィルター上の汚れ若しくは変色したように見える形状が不明瞭なものについては，大きさや数が測定されない．これらの物質は表面の凹凸がほとんどなく，ゼラチン状又はフィルム様の外観を呈している．そのような物質の微粒子数の測定には，第1法が役立つ．

2.4.　判定

平均微粒子数が下記に規定する値のときは適合とする．

A：表示量が100mL◆以上◆の注射剤

1mL当たり10μm以上のもの12個以下，25μm以上のもの2個以下．

B：表示量が100mL未満の注射剤

容器当たり10μm以上のもの3000個以下，25μm以上のもの300個以下．

◆3.　試薬

微粒子試験用水：孔径0.45μm以下のメンブランフィルターを通した水で，自動微粒子測定装置を用いて測定した不溶性微粒子数は，10mL当たり10μm以上のもの5個以下，25μm以上のもの2個以下である．◆

6.08　点眼剤の不溶性微粒子試験法

点眼剤の不溶性微粒子試験法は，点眼剤中の不溶性微粒子の大きさ及び数を試験する方法である．

1.　装置

測定装置には，顕微鏡，不溶性微粒子捕集用ろ過装置及び測定用メンブランフィルターを用いる．

(ⅰ)　顕微鏡：顕微鏡には対物測微計で検定した接眼測微計，可動ステージ及び照明装置を備え，倍率は100倍に調整する．

(ⅱ)　不溶性微粒子捕集用ろ過器：不溶性微粒子捕集用ろ過器は，ガラス又は試験に支障をきたさない材質で製したフィルターホルダーとクリップからなり，直径25mm又は13mmの測定用メンブランフィルターを取り付けて，減圧で使用できるろ過器である．

(ⅲ)　測定用メンブランフィルター：測定用メンブランフィルターは，白色，直径25mm又は13mm，孔径10μm以下，一辺約3mmの格子付きで，あらかじめ試験するとき，フィルター上に25μm以上の微粒子を認めないものを用いる．必要ならば微粒子試験用水を用いて洗浄する．

2.　試薬

(ⅰ)　微粒子試験用水：用時，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過して製した水で，10μm以上の不溶性微粒子数は，100mL当たり10個以下である．

3.　操作法

3.1.　水性点眼剤

操作は，塵埃の少ない清浄な設備又は装置内で注意して行う．フィルターホルダーに測定用メンブランフィルターを取り付け，クリップで固定し，フィルターホルダーの内側を微粒子試験用水で洗浄した後，微粒子試験用水200mLを1分間20～30mLの速度で吸引ろ過する．メンブランフィルター上から水がなくなるまで吸引し，メンブランフィルターを取り出し，平底ペトリ皿に入れ，ふたをずらして50℃以下で十分に乾燥する．乾燥後，ペトリ皿を顕微鏡のステージに置き，照明装置を用いて落射し，メンブランフィルターの格子を可動ステージの座標軸に合わせ，不溶性微粒子を最も見やすいように調節した後，可動ステージを移動させながら，有効ろ過面上の150μm以上の微粒子数を測定し，その個数が1個以下であることを確かめる．微粒子の大きさは最長径とする．

次に別のメンブランフィルターをフィルターホルダーに取り付け，クリップで固定し，フィルター内部を微粒子試験用水数mLで潤す．試料は容器の外部を清浄にし，数回倒立するようにして穏やかに振り混ぜた後，キャップを開け，ノズル部分の外部を清浄にした後，あらかじめ微粒子試験用水でよく洗浄したメスシリンダーに入れる．この操作を繰り返し，試験用溶液25mLを調製する．これをフィルター内壁に沿うようにして徐々に注ぎ，常にフィルター上に試料を保つよう穏やかに吸引する．粘稠な試料は，あらかじめ微粒子試験用水又は適当な希釈用溶液で適当に薄めて同様にろ過する．メンブランフィルター上の試料が少量になったとき，微粒子試験用水又は適当な希釈用溶液30mLでフィルターホルダーの内壁を洗うように加え

る．更に微粒子試験用水30mLずつで3回繰り返す．引き続きメンブランフィルター上から水がなくなるまで穏やかに吸引した後，メンブランフィルターを取り，ペトリ皿に入れ，ふたをずらして50℃以下で乾燥する．乾燥後，ペトリ皿を顕微鏡のステージに置き，前記と同様に顕微鏡を操作し，有効ろ過面上の300μm以上の不溶性微粒子数を測定する．不溶性微粒子の大きさは最長径とする．

3.2.　用時溶解して用いる点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う．ただし，添付された溶解液に溶解した後，試料量は25mLとする．

3.3.　懸濁性点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う．ただし，あらかじめ微粒子試験用水で洗浄した容器に試料25mLを量り，懸濁溶解用液又は適当な溶解用溶媒を適当量加えて，振り混ぜて懸濁粒子を溶解し，試料溶液として試験を行う．

なお，溶媒を用いる場合には，使用する溶媒に耐えるメンブランフィルターを使用する．

3.4.　１回量包装点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う．ただし，試料は10本を用いる．また，メンブランフィルターは直径13mm，微粒子捕集口径4mmのフィルターホルダーを用いる．

4.　判定

本剤1mL中の個数に換算するとき，300μm以上の不溶性微粒子が1個以下であるときは適合とする．

6.09　崩壊試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

崩壊試験法は，錠剤，カプセル剤，◆顆粒剤，シロップ用剤，丸剤◆が試験液中，定められた条件で規定時間内に崩壊するかどうかを確認する試験法である．崩壊試験法は，製剤中の有効成分が完全に溶解するかどうかを確認することを目的としていない．

1.　装置

装置は，高さ138～160mmで浸漬部の内径が97～115mmの1000mL低形ビーカー，37±2℃で温度調節可能な恒温槽，1分間29～32往復，振幅53～57mmで上下する試験器及び電動機からなっている．ビーカーに入れる試験液の量は，試験器が最も上がったとき，試験器の網面が液面から下へ少なくとも15mm以上離れるようにし，試験器が最も下がったとき，網面はビーカーの底から25mm以上で，試験器が完全に沈むことがあってはならない．電動機の上方及び下方への移動時間は等しくし，また上下の方向転換は，急ではなく滑らかに行われるようにする．試験器は垂直軸に沿って動作するようにし，水平方向に軸が動いたり移動したりしないようにする．

(ⅰ)　試験器：試験器には，長さ77.5±2.5mm，内径20.7～23mm，厚さ1.0～2.8mmの両端が開口した透明な管6本と，これらの管を上下方向からはさみ垂直に立てておくための直径88～92mm，厚さ5～8.5mmの2枚のプラスチック板があり，これらの板には，それぞれ直径22～26mmの穴が6個，中心から等距離かつ等間隔で開いている．下のプラスチック板の下面には，網目の開き1.8～2.2mm，線径0.57～0.66mmの平らなステンレス網を取り付ける．試験器は，2枚のプラスチック板を貫く3本の支柱を用いて，組み立て固定する．試験器は図6.09－1に示した構造に合うものである．ガラス管と網が規格に合っている限り，他の部分の多少の変更は可能で，◆例えば，ガラス管を試験器に固定するため，上のプラスチック板の上面及び下のプラスチック板の下面に，それぞれの穴に当たる部分に直径22～26mmの穴を6個開けた直径88～92mm，厚さ0.5～1mmの耐酸性の金属板を取り付けてもよい．◆ 試験器はその中心軸に沿って上下運動できるように，電動機に適当な方法で吊るす．

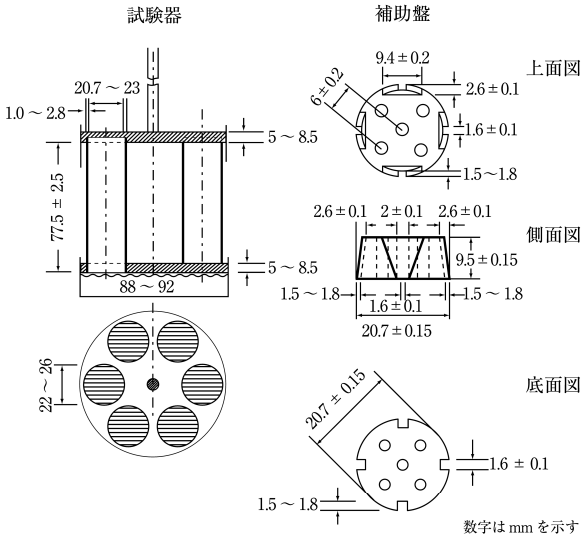
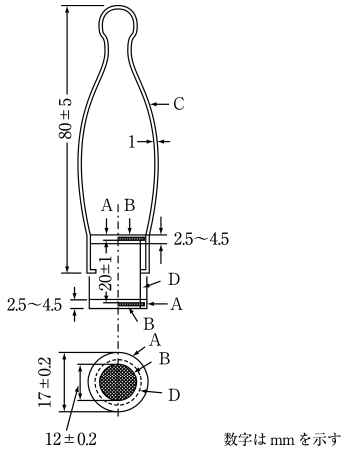


図6.09－1　崩壊試験装置

(ⅱ)　補助盤：補助盤は，各条にその使用が規定されている場合にのみ，各ガラス管に入れて使用できる．補助盤は，高さ9.5±0.15mm，直径20.7±0.15mmの円柱状で，比重1.18～1.20の透明なプラスチックからなる．補助盤には，盤の上下を垂直に貫く直径2±0.1mmの孔が五つ平行に開いており，一つは補助盤の中心に，他の四つは中心から6±0.2mmの距離にそれぞれ等間隔に開いている．補助盤の側面には，盤面とほぼ直角に，同一の台形状の切り込みが4つ等間隔にある．台形は対称形で，上下の平行線は，中心軸から6mmにある隣接した2つの孔を結ぶ線と平行に位置している．台形の平行線の下線部は長さ1.6±0.1mmで円周部から深さ1.5～1.8mmの位置にあり，上線部は長さ9.4±0.2mmで深さ2.6±0.1mmの位置にある．補助盤は図6.09－1の規格に適合するもので，表面はすべて滑らかである．補助盤の使用が規定されている場合は，それぞれのガラス管に1個の補助盤を入れ，操作法に従い試験する．なお，崩壊を自動的に検出する目的で，加工した特殊な補助盤を用いる場合，その補助盤の比重，サイズは規格に適合するものでなければならない．また，それが使用できるのは各条で規定されている場合に限られる．

◆(ⅲ)　補助筒：補助筒は図6.09－2に示すように内径12±0.2mm，外径17±0.2mm，長さ20±1mmのプラスチック筒Dの両端外側にねじを切り，内径12±0.2mm，外径17±0.2mm，長さ2.5～4.5mmのプラスチック筒Aの内側にねじを切り，網

目の開き0.42mm，線径0.29mmの耐酸性の網を置いて，先の円筒の両端に密着させたものである．補助筒の上下の網の間隔は20±1mmとし，外側中央部に直径1mmの耐酸性針金を用いて高さ80±5mmの取手を付ける．補助筒は，顆粒剤及び腸溶顆粒を充てんしたカプセル剤を試験するときに用いる．◆



A及びD：プラスチック筒
B：網目の開き0.42mm，線径0.29mmの耐酸性の網
C：耐酸性針金の取手

◆図6.09－2　補助筒◆

2.　操作法

2.1.　即放性製剤

錠剤，カプセル剤，◆丸剤(生薬を含む丸剤を除く)◆については，試験器の6本のガラス管にそれぞれに試料1個ずつを入れ，補助盤の使用が規定されている場合は補助盤を入れ，◆別に規定するもののほか，試験液に水を用いて，◆37±2℃で試験器を作動させる．◆別に規定するもののほか，素錠は30分後，コーティング錠及び丸剤は60分後，カプセル剤は20分後，◆試験器を試験液から引き上げ，試料の崩壊の様子を観察する．◆試料の残留物をガラス管内に全く認めないか，又は認めても明らかに原形をとどめない軟質の物質であるとき，あるいは不溶性の剤皮又はカプセル皮膜の断片であるとき，試料は崩壊したものとする．◆ すべての試料が崩壊した場合，適合とする．1個又は2個が崩壊しなかった場合，更に12個の試料について試験を行い，計18個の試料うち16個以上の試料が崩壊した場合，適合とする．◆生薬を含む丸剤については，試験液に崩壊試験第1液を用いて同様に，60分間，試験を行う．試料の残留物をガラス管内に認めるときは，引き続き崩壊試験第2液で60分間，試験を行う．◆

◆顆粒剤及びシロップ用剤については，30号ふるい(500μm)を用いて製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉に準じてふるい，30号ふるいに残留するもの0.10gずつをそれぞれ補助筒6個にとり，補助筒を試験器のガラス管に1個ずつ入れて固定し，別に規定するもののほか，試験液に水を用いて，37±2℃で試験器を作動させる．別に規定するもののほか，剤皮を施していない顆粒は30分後，剤皮を施した顆粒は60分後，試験器を試験液から引き上げ，補助筒を取り出して試料の崩壊の様子を観察する．試料の残留物を補助筒内に全く認めないか，又は認めても明らかに原形をとどめない軟質の物質であるとき，あるいは剤皮の断片であるとき，崩壊したものとする．すべての補助筒内の試料が崩壊した場合，適合とする．1個又は2個の補助筒内の試料が崩壊しなかった場合，更に12個の試料について試験を行い，計18個の試料のうち16個以上の試料が完全に崩壊した場合，適合とする．◆

◆2.2.　腸溶性製剤

別に規定するもののほか，崩壊試験第1液及び崩壊試験第2液による2つの試験を別々に行う．

2.2.1.　腸溶錠及び腸溶性カプセル剤

(ⅰ)　崩壊試験第1液による試験：試験液に崩壊試験第1液を用いて120分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行う．腸溶錠及び腸溶性カプセル剤が壊れた場合，又は腸溶性皮膜が開口，破損した場合，崩壊したものとする．すべての試料が崩壊しない場合，適合とする．1個又は2個が崩壊した場合は，更に12個の試料について試験を行い，計18個の試料のうち16個以上の試料が崩壊しない場合，適合とする．

(ⅱ)　崩壊試験第2液による試験：試験液に崩壊試験第2液を用いて60分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行い，崩壊の適否を判定する．

2.2.2.　腸溶顆粒剤及び腸溶顆粒を充てんしたカプセル剤

顆粒剤又はカプセル剤中より取り出した内容物を30号ふるい(500μm)を用いて製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉に準じてふるい，30号ふるいに残留するもの0.10gずつをそれぞれ補助筒6個にとり，補助筒を試験器のガラス管に1個ずつ入れて固定し，次の試験を行う．

(ⅰ)　崩壊試験第1液による試験：試験液に崩壊試験第1液を用いて60分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行う．試験器の網目から落ちる顆粒数が15粒以内のとき，適合とする．

(ⅱ)　崩壊試験第2液による試験：試験液に崩壊試験第2液を用いて30分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行い，崩壊の適否を判定する．◆

6.10　溶出試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本試験は，経口製剤について溶出試験規格に適合しているかどうかを判定するために行うものであるが，◆併せて著しい生物学的非同等を防ぐことを目的としている．◆ 本試験における試料とは，最小投与量に相当するもので，錠剤では1錠，カプセルでは1カプセル，その他の製剤では規定された量を意味する．

1.　装置

1.1.　回転バスケット法の装置　(装置１)

装置は，ふたができるガラス又は透明で化学的に不活性な材質[1)]の容器，モーター，回転軸及び円筒形のバスケットからなる．容器は，適当な大きさの恒温水槽に設置するか又は恒温ジャケットなどに入れ，加温する．恒温水槽又は恒温ジャケットは，試験中の容器内温度が37±0.5℃となるように，また，恒温水槽内の液体が滑らかに動くように調整する．攪拌部の滑らかな回転以外には，装置が設置された周辺環境や装置に起因する揺動や振動が生じないようにする．試験中は，試料及び攪拌

状態を観察できるようにする．容器は底部が半円球の円筒形で，容積は1L，高さ160～210mm，内径は98～106mmで，容器の上部には出縁がある．試験液の蒸発を防ぐために，容器にふたをする[2]．回転軸は，どの部分でも容器の垂直方向の中心軸からの隔たりを2mm以内とし，滑らかに回転させ，結果に影響を及ぼすような揺動及び振動が生じないようにする．回転数の可変部は，規定された回転数の±4%の範囲で回転するよう調節する．

図6.10－1に示す回転軸とバスケットは，ステンレス(SUS316)製，あるいはそれと同等の不活性な材質を使用する．また，金で約2.5μmの厚さに被覆したバスケットを用いることができる．試験開始時に，試料を乾燥したバスケットに入れる．試験中は，容器の内底とバスケットの下端との距離は25±2mmに固定する．

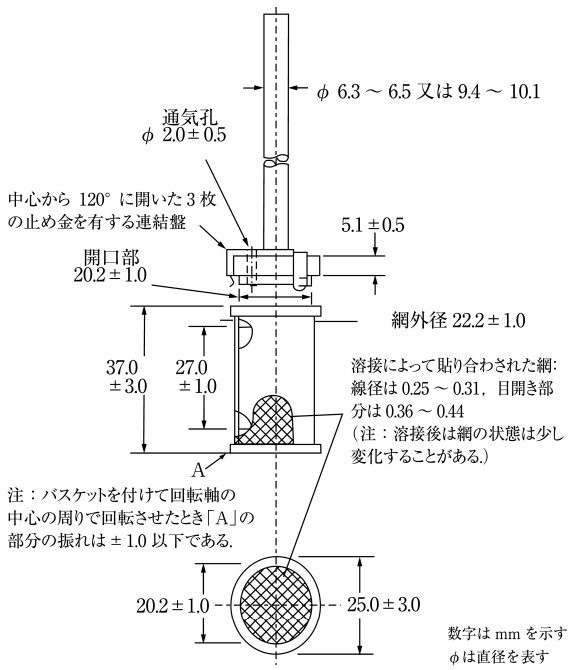


図6.10－1　装置１，回転軸及びバスケットの部分

1.2.　パドル法の装置　(装置２)

装置は，装置1と同様のものを用いるが，攪拌部には攪拌翼と回転軸からなるパドルを用いる．回転軸は，どの部分でも容器の垂直方向の中心軸からの隔たりが2mm以内とし，滑らかに回転させ，結果に影響を及ぼすような揺動及び振動が生じないようにする．パドルの仕様は図6.10－2に示すとおりで，攪拌翼の垂直方向の軸が回転軸の中心を貫通し，攪拌翼の底部は回転軸の下端と同一平面となるようにする．試験中は，容器の内底と攪拌翼の下端との距離は25±2mmに固定する．攪拌翼と軸は金属又は化学的に不活性で堅牢な材質の一体化したものを用いる．試験中に攪拌翼と回転軸をしっかり固定できるならば，両者が取り外せるパドルを用いることができる．攪拌翼と回転軸は，化学的に不活性にするために適当な被覆剤で覆うことができる．試料は，攪拌翼の回転を始める前に，◆通例，◆容器の底部に沈める．試料が浮く場合には，らせん状に数回巻いた針金のような，化学的に不活性な材質でできた小型の締め付けないシンカー又は例として図6.10－2aに示したシンカーを試料に取り付けることができる．また，それら以外のバリデートされたシンカーを用いることもできる．◆シンカーを使用することが規定されている場合，シンカーは別に規定するもののほか，図6.10－2aに示したものを用いる．◆

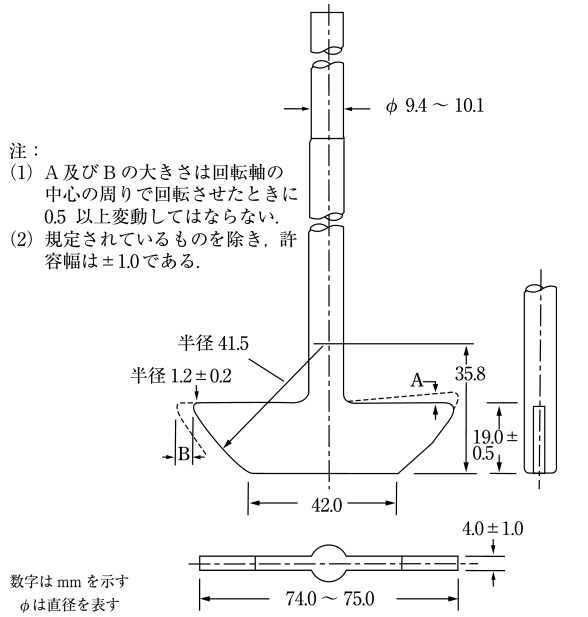
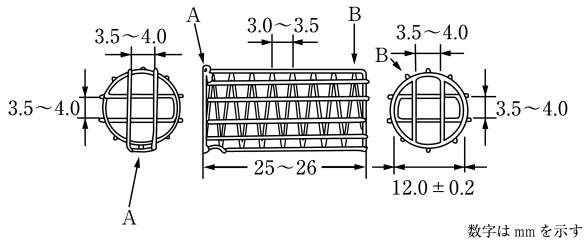


図6.10－2　装置２，回転軸及びパドルの攪拌翼部分



A：耐酸性針金の留め金
B：耐酸性針金の支柱

図6.10－2a　シンカーの仕様例

1.3.　フロースルーセル法の装置　(装置３)

装置は，試験液の貯槽と送液用ポンプ，フロースルーセル，試験液を37±0.5℃に保つための恒温水槽からなる．フロースルーセルは医薬品各条で規定された大きさのものを使用する．

送液用ポンプは，フロースルーセルの中を上向きに試験液を送液する．送液用ポンプは，毎分4～16mLの送液が可能で標準的な毎分4，8，16mLの送液ができるものを使用する．送液用ポンプは定流量(表示流量の±5%)で送液でき，脈流の波形は毎分120±10パルスの正弦型でなければならない．ただし，脈流が生じない送液用ポンプを用いてもよい．フロースルーセル法による溶出試験では，送液速度と，脈流の有無が規定されなければならない．

透明で化学的に不活性な材質でできたフロースルーセル(図6.10－3及び6.10－4参照)を垂直に設置し，セルの上部には，未溶解の粒子が流失するのを防ぐため，(医薬品各条で規定された)フィルターシステムを装着する．標準的なセルの直径は12及び22.6mmで，セルの下部にある円錐の先端に試験液導入チューブを保護するために直径約5mmのビーズを置き，その上に直径約1mmのガラスビーズを入れ円錐内を満たす．特殊

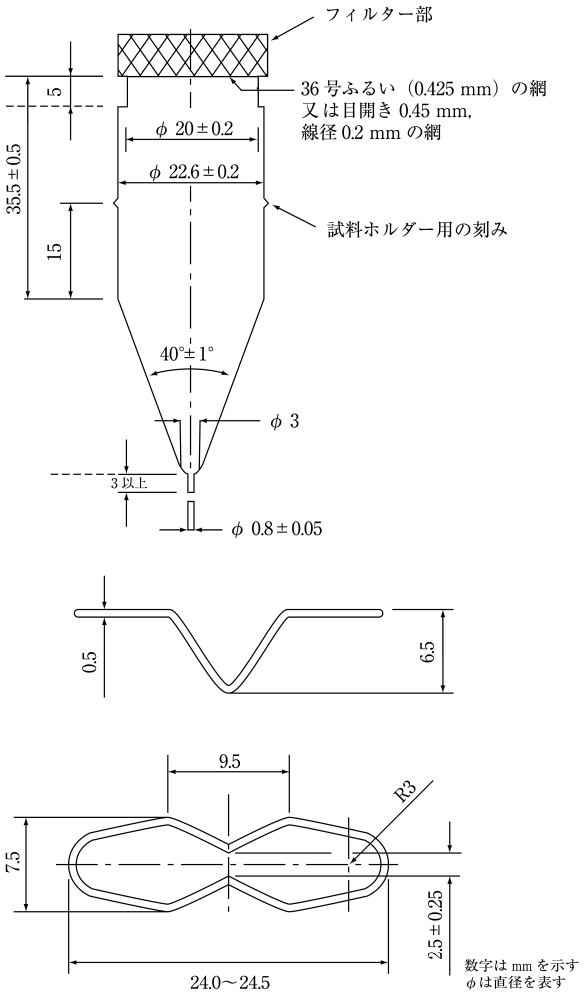
な剤形では，ホルダー(図6.10－3及び6.10－4参照)を使用して試料を保持することができる．フロースルーセルは恒温水槽に沈め，温度を37±0.5℃に保つ．

漏れが生じないように2枚のO－リングを使用してフロースルーセルをしっかり締める．送液用ポンプから発生する振動を遮蔽するために，送液用ポンプは溶出ユニットから離しておく．送液用ポンプは，貯槽より高いところに置いてはならない．接続チューブはできるだけ短くする．接続チューブにはテフロンのような化学的に不活性なものを使用し，その内径は約1.6mmで両端には化学的に不活性な接続用の縁が付いている．

2.　装置の適合性

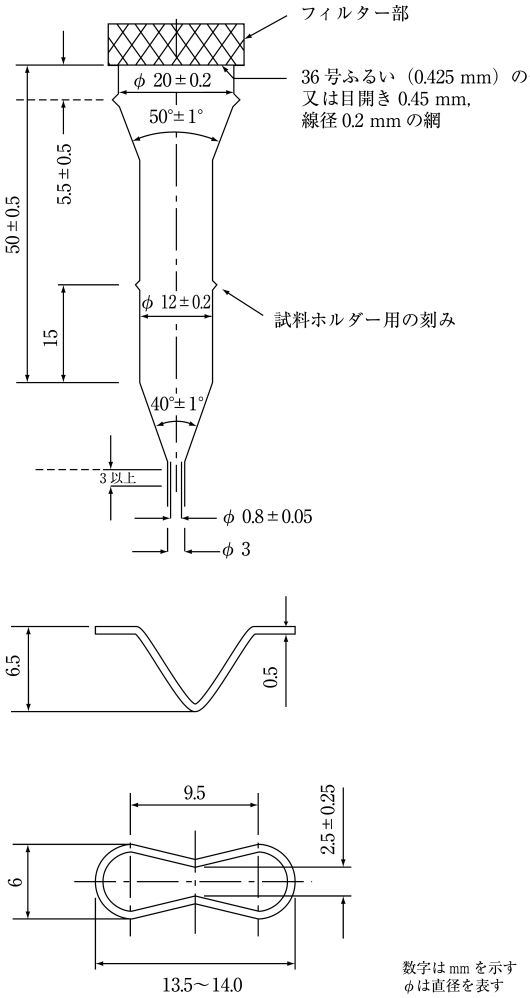
溶出試験装置の適合性には，装置の寸法が上述した許容誤差に従っていることの確認が含まれる．また，使用中に定期的に監視が必要な重要な試験パラメータは，温度や試験液の容量，(回転バスケット法及びパドル法では)回転速度，(フロースルーセル法では)試験液の流量などである．

定期的に，溶出試験装置が適切な性能を有しているかどうか判定する．



(上)　錠剤及びカプセル用の大型フロースルーセル
(下)　大型フロースルーセル用の錠剤ホルダー
(他に記載がない場合には寸法はmmで表している.)

図6.10－3　装置３



(上)　錠剤及びカプセル用の小型フロースルーセル
(下)　小型フロースルーセル用の錠剤ホルダー
(他に記載がない場合には寸法はmmで表している.)

図6.10－4　装置３

3.　操作

3.1.　回転バスケット法及びパドル法

3.1.1.　即放性製剤

(ｉ)　操作：規定された容器に規定された容量(±1%)の試験液を入れ，装置にセットする．試験液を37±0.5℃に保ち，温度計を取り除く．試料の表面に気泡が付かないように注意しながら各容器に試料を入れ，直ちに規定された回転速度で装置を作動させる．規定された間隔で又は規定された時間に，試験液の上面と回転バスケット又はパドルの攪拌翼の上面との中間で容器壁から10mm以上離れた位置から，試験液を採取する．(注：複数回の試験液の採取が規定されている試験では，採取された量と等しい容量の37℃の試験液を補充するか又は試験液の補充が必要ない場合には計算するときに容量変化を補正する．試験中，容器にはふたをし，適度な間隔で容器内の試験液の温度を確認する.)指示された分析法を用いて溶出した有効成分量を測定する[3]．他の試料についても同様の操作を行う．

試験液の採取が自動化された装置を用いるか若しくは装置に手を加えて変更する場合には，それらの装置が一般試験法に示されている標準的な装置を用いて得た結果と同等の結果が得られることを確認しなければならない．

(ⅱ)　試験液：適切な試験液を用いる．規定された液量は，20～25℃での計量値に相当する．試験液が緩衝液の場合，pHを規定値の±0.05以内となるように調整する．(注：試験液に溶存している気体は気泡の原因となることがあり，試験結果に影響を与えることがある．溶存している気体が溶出試験結果に影響を及ぼす場合には，試験の前に脱気する[4].)

(ⅲ)　試験時間：1時点での測定が規定されているときは，規定された溶出率に達した場合には，その時間より早く試験を終了することができる．それ以外では，規定された時間の±2%以内で試験液を採取する．

3.1.2.　徐放性製剤

(ⅰ)　操作：即放性製剤の項と同じ．

(ⅱ)　試験液：即放性製剤の項における指示と同じ．

(ⅲ)　試験時間：通常3時点の測定を行い，単位は時間で表示する．

3.1.3.　腸溶性製剤

(ⅰ)　◆操作：別に規定するもののほか，溶出試験第1液による試験及び溶出試験第2液による試験について，それぞれ独立して即放性製剤の項と同じ操作を行う．◆

(ⅱ)　◆試験液：溶出試験第1液による試験；試験液に溶出試験第1液を用いるほかは即放性製剤の項における指示に従う．溶出試験第2液による試験；試験液に溶出試験第2液を用いるほかは，即放性製剤における指示に従う．◆

(ⅲ)　◆試験時間：溶出試験第1液による試験；通例，錠剤，カプセルは2時間，顆粒は1時間とする．溶出試験第2液による試験；即放性製剤の項と同じ．◆ 試験液は規定時間の±2%以内に採取する．

3.2.　フロースルーセル法

3.2.1.　即放性製剤

(ⅰ)　操作：医薬品各条に規定された大きさのセルにガラスビーズを詰める．試料はガラスビーズの上に乗せるか，又はホルダーの使用が規定されている場合はホルダーの上に乗せる．上部のフィルター部分をセルにねじなどで取り付ける．37±0.5℃に加温した試験液を，ポンプを用いて規定された値の5%以内の誤差の流量でフロースルーセル底部よりセル内に導入する．規定された時間ごとに，試験液のフラクションを採取する．規定された分析法を用いて溶出した有効成分量を測定する．他の試料についても同様の操作を行う．

(ⅱ)　試験液：回転バスケット法及びパドル法における即放性製剤の項の指示に従う．

(ⅲ)　試験時間：回転バスケット法及びパドル法における即放性製剤の項の指示に従う．

3.2.2.　徐放性製剤

(ⅰ)　操作：フロースルーセル法における即放性製剤の項の指示に従う．

(ⅱ)　試験液：フロースルーセル法における即放性製剤の項の指示に従う．

(ⅲ)　試験時間：通常3時点の測定を行い，単位は時間で表示する．

4.　判定

4.1.　即放性製剤

◆医薬品各条でQ値が規定されている場合は判定法1に従い，その他の場合は判定法2に従う．◆

4.1.1.　判定法1

別に規定するもののほか，試料からの有効成分の溶出率が判定基準表6.10－1を満たすときに適合とする．S1又はS2を満たさない場合には，S3まで試験を行う．Qは，◆規定された有効成分の溶出率であり，◆表示量に対する百分率で表す；表中の5%，15%，25%は，Qと同様に，有効成分の表示量に対する百分率で表されている．

判定基準表6.10－1

水準	試験個数	判定基準
S1	6	個々試料からの溶出率がQ＋5%以上.
S2	6	12個(S1＋S2)の試料の平均溶出率≧Q, Q－15%未満のものがない.
S3	12	24個(S1＋S2＋S3)の試料の平均溶出率≧Q, Q－15%未満のものが2個以下, Q－25%未満のものがない.

4.1.2.　◆判定法2

別に規定するもののほか，試料6個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする．規定する値から外れた試料が1個又は2個のときは，新たに試料6個をとって試験を繰り返す．12個中，10個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする．◆

4.2.　徐放性製剤

4.2.1.　◆判定法1◆

別に規定するもののほか，試料からの有効成分の溶出率が判定基準表6.10－2を満たすときに適合とする．L1又はL2を満たさない場合には，L3まで試験を行う．各時点の溶出率の限度は，表示量に対する百分率で表されている．限度値は，規定された(場合によっては投与間隔を区切った)各試験液採取時間でのそれぞれの溶出率Q_iの値である．各条に複数の範囲が示されている場合は，それぞれの範囲で判定基準を適用する．

判定基準表6.10－2

水準	試験個数	判定基準
L1	6	すべての個々の溶出率が，それぞれの規定範囲内(限度値も含む)であり，かつ，最終試験時間では，すべての個々の溶出率が規定された値以上である.
L2	6	12個(L1＋L2)の試料の平均溶出率が規定された範囲内(限度値も含む)であり，かつ，試験終了時の12個(L1＋L2)の試料の平均溶出率が規定された値以上である；また，個々の試料からの溶出率は，規定された範囲から表示量の±10%を超えて外れるものがなく，かつ，試験終了時に規定された値より表示量の10%を超えて下回るものがない.
L3	12	24個(L1＋L2＋L3)の試料の平均溶出率が規定された範囲内(限度値も含む)であり，かつ，試験終了時の24個(L1＋L2＋L3)の試料の平均溶出率が規定された値以上である；規定された範囲から表示量の10%を超えて外れるものが，24個のうち2個以下であり，かつ，試験終了時に規定された値よりも表示量の10%を超えて下回るものが，24個のうち2個以下である．更に，規定された範囲から表示量の20%を超えて外れるものがなく，かつ，試験終了時に規定された値よりも表示量の20%を超えて下回るものがない.

4.2.2.　◆判定法２

別に規定するもののほか，試料6個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする．規定する値から外れた試料が1個又は2個のときは，新たに試料6個をとって試験を繰り返す．12個中，10個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする．複数の範囲が示されている場合は，それぞれの範囲で判定基準を適用する．◆

4.3.　腸溶性製剤

◆医薬品各条において，溶出試験第2液による試験でQ値が規定されている場合は判定法1に従い，その他の場合は判定法2に従う．

4.3.1.　判定法１

(ｉ)　溶出試験第1液による試験：別に規定するもののほか，溶出試験第1液による試験においては，有効成分の溶出率が判定基準表6.10－3を満たすときに適合とする．A2で25%を超えるものがなく平均溶出率が適合しない場合には，A3まで試験を行う．◆

判定基準表6.10－3

水準	試験個数	判定基準
A1	6	個々の試料からの溶出率が10%以下.
A2	6	12個(A1＋A2)の試料の平均溶出率が10%以下で，かつ，25%を超えるものがない.
A3	12	24個(A1＋A2＋A3)の試料の平均溶出率が10%以下で，かつ，25%を超えるものがない.

(ⅱ)　◆溶出試験第2液による試験◆：別に規定するもののほか，有効成分の溶出率が判定基準表6.10－4を満たすときに適合とする．B1又はB2を満たさない場合には，B3まで試験を行う．Qは，◆各条に規定された有効成分の溶出率であり，◆表示量に対する百分率で表す．表6.10－4中の5%，15%，25%は，Qと同様に，有効成分の表示量に対する百分率で表されている．

判定基準表6.10－4

水準	試験個数	判定基準
B1	6	個々試料からの溶出率がQ＋5%以上.
B2	6	12個(B1＋B2)の試料の平均溶出率≧Q, Q－15%未満のものがない.
B3	12	24個(B1＋B2＋B3)の試料の平均溶出率≧Q, Q－15%未満のものが2個以下, Q－25%未満のものがない.

4.3.2.　◆判定法２

別に規定するもののほか，溶出試験第1液，溶出試験第2液による試験共，試料6個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする．規定する値から外れた試料が1個又は2個のときは，新たに試料6個をとって試験を繰り返す．12個中，10個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする．◆

1)　試料を吸着したり，試料と反応したり，試料の測定を妨害するような材質であってはならない．

2)　ふたを用いる場合には，温度計や試験液を採取する器具が挿入できる差し込み口をあらかじめ開けておく．

3)　採取した試験液は，ろ過が不必要な場合を除いて，採取後直ちにろ過する．有効成分を吸着せず，また，分析を妨害する物質が溶出しないようなフィルターを使用する．

4)　脱気法の例：試験液を攪拌しながら41℃に加温し，直ちに吸引下攪拌しながら孔径0.45μm以下のフィルターを用いてろ過し，更に，5分間減圧下で攪拌する．他のバリデーションされた脱気方法を用いてもよい．

6.11　点眼剤の不溶性異物検査法

点眼剤の不溶性異物検査法は，点眼剤中の不溶性異物の有無を調べる検査法である．

容器の外部を清浄にし，白色光源を用い，3000～5000lxの明るさの位置で，肉眼で観察するとき，澄明で，たやすく検出される不溶性異物を認めない．

7.　容器・包装材料試験法

7.01　注射剤用ガラス容器試験法

注射剤用ガラス容器は，内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので，完全に融封できるか，又は他の適当な方法によって微生物が侵入しないようにし，内容医薬品を保護できるものであり，次の規格に適合する．ただし，表面処理を施した輸液用容器は，アルカリ溶出試験第1法の融封できない容器の規定に適合した材質を用いて製する．

(１)　容器は無色又は淡褐色透明で，注射剤の不溶性異物検査法〈*6.06*〉の試験に支障をきたす気泡があってはならない．

(２)　分割使用を目的とする容器は，ゴム栓又は他の適当な栓を用いて密封する．栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用しないもので，注射針を挿入したとき，栓の破片を混入することなく，また，注射針を抜きとったとき，直ちに外部からの汚染を防ぎうるものである．

輸液用を目的とする容器は，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉の規定に適合した栓を用いて密封する．

(３)　アルカリ溶出試験　試験法は容器の形状及び内容医薬品の用途によって，次の2方法に分ける．

(ｉ)　第1法：融封できる容器又は内容100mL以上の輸液用容器以外の融封できない容器はこの方法による．

容器の内外をよく水で洗い，乾燥し，必要ならば粗く砕いた後，その30～40gをとる，これを鉄製乳鉢に入れて，粉砕し，12号(1400μm)ふるいを通らないものは再び元の乳鉢に移し，同様の操作を，試料量の2／3が12号(1400μm)ふるいを通るまで繰り返す．次に12号(1400μm)ふるいを通過した砕末を合わせ，18号(850μm)及び50号(300μm)ふるいを用い，5分間水平に揺り動かしながら，時々軽くたたいてふるった後，18号(850μm)ふるいを通り，50号(300μm)ふるいを通らない大きさの砕末7gをとる．これを50号(300μm)ふるいに入れて適当な容器中で水に浸し，1分間ゆるく振り混ぜながら洗い，更にエタノール(95)で1分間洗い，100℃で30分間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷する．この砕末5.0gを正確に量り，200mLの硬質三角フラスコに入れ，水50mLを加えて弱く振り混ぜ，砕末がなるべくフラスコの底部に平均に分散するようにし，硬質小ビーカー又は硬質時計皿でふたをし，水浴中で2時間加熱した後，直ちに常温に冷却する．内容液は250mLの硬

質三角フラスコに移し，残留物は水20mLずつで3回よく洗い，洗液は250mLの硬質三角フラスコ中の液に合わせ，ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液5滴を加え，0.01mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/L硫酸の消費量は，容器の種類によって次の量以下である．

融封できる容器　0.30mL
融封できない容器
(容器として用いる注射筒を含む)　2.00mL

(ⅱ)　第2法：融封できない内容100mL以上の輸液用容器はこの方法による．

容器の内外をよく水で洗い，乾燥する．容器の実容積の90%に対応する容量の水を加え，硬質小ビーカーでふたをするか，又は適当な栓で密封した後，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃で1時間加熱し，常温になるまで放置する．この液100mLを正確に量り，250mLの硬質三角フラスコに入れ，ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液5滴を加え，0.01mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．別に水100mLを正確に量り，250mLの硬質三角フラスコに入れ，以下同様の方法で滴定して空試験を行い，補正するとき，0.01mol/L硫酸の消費量は0.10mL以下である．

(4)　着色容器の鉄溶出試験　着色容器5個以上をとり，水でよく洗い，105℃で30分間乾燥し，表示された内容量の0.01mol/L塩酸を入れ，融封できる容器は融封し，融封できない容器は，硬質小ビーカー又は硬質時計皿でふたをして，105℃で1時間加熱する．冷後，この液40.0mLをとり，鉄試験法〈1.10〉の第1法により検液を調製し，B法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える．

(5)　着色容器の遮光性試験　着色容器5個をとり，それぞれできるだけ湾曲の少ない切片に切断する．切片の表面を清浄にした後，分光光度計を用い，切片の中心部を光が垂直に透過するように切片をセルホルダーに固定し，空気を対照とし，波長290～450nm及び590～610nmにおける透過度を20nmの間隔で測定する．その透過率は波長290～450nmでそれぞれ50%以下，波長590～610nmでそれぞれ60%以上である．ただし，融封できない容器で器壁の厚さ1.0mm以上のものにあっては波長590～610nmでそれぞれ45%以上とする．

7.02　プラスチック製医薬品容器試験法

本試験法は，プラスチック製医薬品容器の設計及び品質評価に用いることができる．常に，どのような医薬品容器についても，ここに記述したすべての試験を行うことが必要なわけではない．他方，本試験法はプラスチック製医薬品容器の設計・品質評価に必要なすべての試験方法を示すものではない．したがって，必要に応じて他の試験を追加すべきである．

水性注射剤に使用するプラスチック製容器は，内容医薬品と作用して，その有効性，安全性，安定性に影響を与えず，また，内容剤が微生物汚染しないものであり，「2.プラスチック製水性注射剤容器の規格」に適合する．

1.　試験方法

1.1.　灰化試験

1.1.1.　強熱残分

容器の切片約5gを精密に量り，強熱残分試験法〈2.44〉により操作して，試験を行う．

1.1.2.　重金属

容器の切片の適当量を磁製るつぼにとり，重金属試験法第2法〈1.07〉により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える．

1.1.3.　鉛

1.1.3.1.　第1法

容器の切片2.0gを白金製又は石英製るつぼにとり，硫酸2mLで潤し，徐々に加熱して乾固した後，450～500℃で灰化する．必要ならばこの操作を繰り返す．冷後，残留物を水で潤し，塩酸2～4mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸1～5mLを加え，加温して溶かす．次にクエン酸一水和物溶液(1→2)／塩酸混液(1：1)0.5～1mL及び加熱した酢酸アンモニウム溶液(2→5)0.5～1mLを加える．不溶物が残るときはガラスろ過器(G3)でろ過する．得られたろ液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える．これに硫酸アンモニウム溶液(2→5)10mL及び水を加えて100mLとする．次に*N,N*－ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液(1→20)20mLを加えて混和し，数分間放置した後，4－メチル－2－ペンタノン20.0mLを加えて激しく振り混ぜる．これを静置して4－メチル－2－ペンタノン層を分取し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．

別に鉛標準液2.0mLをとり，水を加えて正確に10mLとし，この液1.0mLにクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，試料溶液中の鉛濃度を定量する．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン又は水素
　支燃性ガス　空気
ランプ：鉛中空陰極ランプ
波長：283.3nm

1.1.3.2.　第2法

容器の切片を5mm角以下に細断し，その2.0gをビーカーにとり，2－ブタノン50mL及び硝酸0.1mLを加えて加温し，溶解する．これにメタノール96mLを徐々に加えて樹脂分を沈殿させた後，吸引ろ過する．

ビーカー及び樹脂分をメタノール12mL，次に水12mLで洗い，洗液とろ液を合わせて減圧で約10mLになるまで濃縮し，分液漏斗に移す．これに酢酸エチル10mL及び水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，静置し，水層を分取し，これを蒸発乾固する．残留物に塩酸5mLを加え，加温して溶かす．次にクエン酸一水和物溶液(1→2)／塩酸混液(1：1)1mL及び加温した酢酸アンモニウム溶液(2→5)1mLを加える．不溶物が残るときはガラスろ過器(G3)でろ過する．得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える．これに硫酸アンモニウム溶液(2→5)10mL及び水を

加えて100mLとする．次に*N,N*－ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液(1→20)20mLを加えて混和し，数分間放置した後，4－メチル－2－ペンタノン20.0mLを加え，激しく振り混ぜる．これを静置して4－メチル－2－ペンタノン層を分取し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．

別に鉛標準液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液2.0mLをとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液につき，第1法と同じ条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中の鉛濃度を定量する．

1.1.4.　カドミウム

1.1.4.1.　第１法

カドミウム標準液2.0mLにクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下「1.1.3.1.第1法」の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．「1.1.3.1.第1法」の試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中のカドミウム濃度を定量する．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8nm

1.1.4.2.　第２法

カドミウム標準液2.0mLにクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下「1.1.3.2.第2法」の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．「1.1.3.2.第2法」の試料溶液及び標準溶液につき，「1.1.4.1.第1法」と同じ条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中のカドミウム濃度を定量する．

1.1.5.　スズ

容器の切片を5mm角以下に細断し，その5.0gをケルダールフラスコにとり，硫酸／硝酸混液(1：1)30mLを加え，マッフル炉で穏やかに加熱しながら内容物が褐色澄明の液になるまで，時々，硫酸／硝酸混液(1：1)を少量ずつ滴加して分解する．次に液の色が淡黄色澄明となるまで加熱した後，徐々に濃縮し，液をほとんど蒸発乾固するまで加熱する．冷後，残留物に塩酸5mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に10mLとする．この液5mLを正確に量り，25mLのメスフラスコ(A)にとる．次に残りの液を25mLのビーカー(B)に水10mLを用いて移し，ブロモクレゾールグリーン試液2滴を加え，薄めたアンモニア水(28)(1→2)を用いて中和し，中和に要した容量を*a* mLとする．次にAに液の色がわずかに微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加した後，少量のL－アスコルビン酸を脱色するまで加える．次に1mol/L塩酸試液1.5mL，クエン酸一水和物溶液(1→10)5mL，薄めたアンモニア水(28)(1→2)*a* mL及びポリビニルアルコール試液2.5mLを順次加え，更にフェニルフルオロン・エタノール試液5.0mL及び水を加えて25mLとし，よく振り混ぜて約20分間静置し，これを試料溶液とする．

別にスズ標準液1.0mLを正確に量り，水5mLを加え，液の色がわずかに微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加し，以下，試料溶液と同様に操作して得た液を標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長510nmの吸光度を測定する．

1.2.　溶出物試験

容器のできるだけ湾曲が少なく，厚さが均一な部分をとって切断し，厚みが0.5mm以下のときは，表裏の表面積の合計が約1200cm^{2}になるように，また，厚みが0.5mmを超えるときは，約600cm^{2}になるように切断片を集め，更にこれらを，通例，長さ約5cm，幅約0.5cmの大きさに細断し，水で洗った後，室温で乾燥する．これを内容約300mLの硬質ガラス製容器に入れ，水200mLを正確に加え，適当に密栓した後，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃で1時間加熱した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，この内容液を試験液とする．

なお，複合材料容器の場合は，容器に表示容量の水を入れて抽出を行ってもよい．ただし，抽出液量と材料面積の比を記録しておくこと．

また，容器が121℃で変形する場合は，耐えられる最高温度で抽出する．その場合，温度と抽出時間の関係は次のとおりとする：100±2℃，2±0.2時間；70±2℃，24±2時間；50±2℃，72±2時間；37±1℃，72±2時間．

別に水につき，同様の方法で操作し空試験液を調製する．ただし，複合材料容器の場合は，水を空試験液とする．試験液及び空試験液につき，次の試験を行う．

(ⅰ)　泡立ち：試験液5mLを内径約15mm，長さ約200mmの共栓試験管に入れ，3分間激しく振り混ぜ，生じた泡がほとんど消失するまでの時間を測定する．

(ⅱ)　pH〈*2.54*〉：試験液及び空試験液20mLずつをとり，これに塩化カリウム1.0gを水に溶かして1000mLとした液1.0mLずつを加え，両液のpHを測定し，その差を算出する．

(ⅲ)　過マンガン酸カリウム還元性物質：試験液20.0mLを共栓三角フラスコにとり，0.002mol/L過マンガン酸カリウム液20.0mL及び希硫酸1mLを加え，3分間煮沸し，冷後，これにヨウ化カリウム0.10gを加えて密栓し，振り混ぜて10分間放置した後，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液5滴)．別に空試験液20.0mLを用い，同様に操作する．試験液及び空試験液の0.002mol/L過マンガン酸カリウム液消費量の差を算出する．

(ⅳ)　紫外吸収スペクトル：試験液につき，空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長220～240nmの区間及び241～350nmのそれぞれの区間での最大吸光度を記録する．

(ⅴ)　蒸発残留物：試験液20mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥し，その質量を量る．

1.3.　微粒子試験

1.3.1.　操作法

容器の内外を微粒子試験用水でよく洗い，容器に表示された内容量の微粒子試験用水又は0.9w/v%塩化ナトリウム溶液を入れ，表示内容量500mLにつき容器内の空気の量が約50mLとなるようにして密栓した後，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃で25分間加熱し，2時間放冷した後に取り出し，常温で約24時間静置する．なお，容器が121℃で変形する場合にあっては，溶出物試験の温度・時間条件に関する規定を準用する．次に容器の

外部を清浄にし，5～6回転倒混和した後，直ちに容器のゴム栓にフィルターのない清浄な輸液セットの針をさし，穏やかに振り混ぜながら，流出液を清浄な測定用容器にとり，試験液とする．

微粒子の測定は，塵埃の少ない清浄な設備内又は装置内で光遮蔽粒子計数装置を用いて行う．装置のセンサーは，粒子径1.5μm以上の微粒子が測定できるものを用い，測定用量は10mLとする．装置をあらかじめ調整した後，その状態で測定する．粒子径及び粒子数の校正は，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子を微粒子試験用水又は0.9w/v%塩化ナトリウム溶液に懸濁させた液を用いて行う．

試験液をかき混ぜながら粒子径5～10μm，10～25μm，25μm以上の粒子数をそれぞれ5回測定し，初めの測定値を除いた4回の平均粒子数から試験液1.0mL中の粒子数を求める．

1.3.2.　試薬

微粒子試験用水及び0.9w/v%塩化ナトリウム溶液は，微粒子試験法により試験するとき，5～10μmの粒子数が1.0mLにつき，0.5個以下のものを用いる．

1.4.　透明性試験

1.4.1.　第１法

容器表面に凹凸やエムボス加工などがなく，比較的湾曲の少ない容器の試験に適用できる．

容器の胴部から，できるだけ湾曲が少なく厚さが均一な部分をとって，約0.9×4cmの大きさに切断したもの5個を作り，それぞれを水を満たした紫外線吸収スペクトル測定用セルに浸し，水だけを満たしたセルを対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長450nmの透過率を測定する．

1.4.2.　第２法

官能試験　容器表面に凹凸やエムボス加工がある容器の試験に適用できる．また，内容医薬品の析出などによる濁りを見つける必要があるような医薬品の容器の透明性を試験する場合に適用できる．

1.4.2.1.　試液

(ｉ)　ホルマジン標準乳濁液：ホルマジン乳濁原液15mLに水を加え1000mLとする．調製後24時間以内に使用することとし，用時よく振り混ぜて用いる．

(ⅱ)　参照乳濁液：ホルマジン標準乳濁液50mLに，水を加えて100mLとする．

1.4.2.2.　操作法

(ｉ)　有対照法：試験容器2個を用意し，片方に参照乳濁液を表示容量だけ入れ，他方に水を同じ量だけ入れる．どちらに参照乳濁液を入れたか知らされていない5人の被験者それぞれに，個別にこの二つの試料をみせて比較させ，どちらが濁っているかを問い，正解率を求める．

(ⅱ)　無対照法：試験容器6個を用意し，番号をふる．その中の3個には水を，他の3個には参照乳濁液を表示容量だけ入れる．どの容器に何が入っているか知らされていない被験者5人を個別に呼び，ランダムな順序でこの6個の容器を一つ一つみせて，内容液が濁っているかどうかを問い，水及び参照乳濁液を入れた2容器群について，濁っていると判断した率(100X／15：Xは濁っていると判断された試験容器の数)を求める．

1.5.　水蒸気透過性試験

1.5.1.　第１法

主に水性注射剤容器に適用する．容器に表示された内容量の水を入れ，密封した後，その質量を精密に量る．次に相対湿度65±5%，温度20±2℃で14日間放置した後，再び質量を精密に量り，その減量を算出する．

1.5.2.　第２法

製剤の容器を通した吸湿性の評価に適用する．別に規定するもののほか，次の方法により試験を行う．

1.5.2.1.　乾燥剤

微粉を入れないように注意しながら，水分測定用塩化カルシウムを浅い容器にとり，110℃で1時間乾燥後，デシケーター中で放冷する．

1.5.2.2.　操作法

容器12個をとり，乾燥布で表面を清浄にし，各容器を30回，毎回一様に開閉する．この中の10個を試験容器として，残りの2個を対照容器として用いる．ねじ付栓は，表7.02－1に規定されたトルクで閉める．試験容器10個をとり，各々に乾燥剤を内容20mL以上の容器では栓から13mm以内まで，内容20mL未満の容器では容器容積の2／3まで加える．内部の深さが63mm以上の容器では，容器と乾燥剤の総質量を最小にするような詰め物かスペーサーを底部に入れてもよいが，容器内の乾燥剤の層は5cm以上になるようにする．乾燥剤を加えた後，直ちにねじ付栓を規定のトルクで閉める．対照容器2個をとり，試験容器の質量とほぼ等しくなるようにガラスビーズを加え，同様の強さで閉める．調製した各容器の質量を，内容20mL未満の容器では0.1mg単位まで，内容20mL以上200mL未満の容器では1mg単位まで，内容200mL以上の容器では10mg単位まで精密に量り，相対湿度75±3%，温度20±2℃で保存する．

表7.02－1　ねじ付容器に適切なトルク

栓の径(mm)	トルク(N･cm)
8	59
10	60
13	88
15	59 ～ 98
18	78 ～ 118
20	88 ～ 137
22	98 ～ 157
24	118 ～ 206
28	137 ～ 235
30	147 ～ 265
33	167 ～ 284
38	196 ～ 294
43	196 ～ 304
48	216 ～ 343
53	235 ～ 402
58	265 ～ 451
63	284 ～ 490
66	294 ～ 510
70	314 ～ 569
83	363 ～ 735
86	451 ～ 735
89	451 ～ 794
100	510 ～ 794
110	510 ～ 794
120	618 ～ 1069
132	677 ～ 1069

14日間放置した後，同様にそれぞれの容器の質量を精密に量る．別に空容器5個をとり，水又は微細なガラスビーズのような非圧縮，非流動性の固体で，正しく栓をしたときの表面のレベルまで完全に満たす．それぞれの内容物をメスシリンダーに移し，平均内容量(mL)を量る．水分透過速度(mg/日/L)を次の式により計算する．

水分透過速度(mg/日/L)

$$=(1000/14V)\{(T_f-T_i)-(C_f-C_i)\}$$

V: 平均内容量(mL)

T_f-T_i：各試験容器の最終時と開始時の質量の差(mg)

C_f-C_i：2個の対照容器の最終時と開始時の質量の差の平均(mg)

1.6.　漏れ試験

容器にフルオレセインナトリウム溶液(1→1000)をほとんど満たすまで加えて密封した後，容器の上下にろ紙をしき，20℃において，単位面積(cm^2)当たり6.9N(0.7kg)の圧力を10分間加え，ろ紙の色をみて漏れを判定する．

1.7.　細胞毒性試験

細胞毒性試験は，プラスチック製医薬品容器材料の培地抽出液の細胞毒性を評価することによって，プラスチック中の毒性物質を検出するためのものである．本法以外にも，適切な標準試験方法を用いることができる．ただし，試験結果に疑義が生じた場合には，結果の判定は本法によるものとする．

1.7.1.　細胞株

細胞株はL929細胞(ATCC. CCL1)又はV79(JCRB0603)とする．ただし，あらかじめコロニー形成性や結果の再現性を検定し，それらが記載した細胞株とほぼ同等であれば，他の細胞株を用いることができる．

1.7.2　培地

イーグルの最少必須培地を用いる．以下に示す物質を水1000mLに溶かし，高圧蒸気滅菌器で121℃で20分間加熱して滅菌し，室温まで冷却した後，別に滅菌しておいた炭酸水素ナトリウム試液22mL及びグルタミン試液10mLを加える．これに牛胎児血清を10vol%の割合になるように加える．

塩化ナトリウム	6.80g
塩化カリウム	400mg
リン酸二水素ナトリウム(無水)	115mg
硫酸マグネシウム(無水)	93.5mg
塩化カルシウム(無水)	200mg
ブドウ糖	1.00g
塩酸 L－アルギニン	126mg
塩酸 L－リシン	73.0mg
L－システイン塩酸塩一水和物	31.4mg
L－チロシン	36.0mg
L－ヒスチジン塩酸塩一水和物	42.0mg
L－イソロイシン	52.0mg
L－ロイシン	52.0mg
メチオニン	15.0mg
フェニルアラニン	32.0mg
L－トレオニン	48.0mg
L－トリプトファン	10.0mg
L－バリン	46.0mg
コハク酸	75.0mg
コハク酸ナトリウム六水和物	100mg
重酒石酸コリン	1.8mg
葉酸	1.0mg
ミオイノシトール	2.0mg
ニコチン酸アミド	1.0mg
D－パントテン酸カルシウム	1.0mg
塩酸ピリドキサール	1.0mg
リボフラビン	0.1mg
塩酸チアミン	1.0mg
ビオチン	0.02mg
フェノールレッド	6.0mg

1.7.3.　試薬

(ⅰ)　炭酸水素ナトリウム試液：炭酸水素ナトリウム10gを水に溶かして100mLとし，気密状態で121℃で20分間高圧蒸気滅菌するか，孔径0.22μm以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する．

(ⅱ)　グルタミン試液：L－グルタミン2.92gを水に溶かして100mLとし，孔径0.22μm以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する．

(ⅲ)　リン酸緩衝液：塩化カリウム0.20g，リン酸二水素カリウム0.20g，塩化ナトリウム8.00g及び無水リン酸水素二ナトリウム1.15gを水に溶かして1000mLとし，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃で20分間加熱する．

(ⅳ)　トリプシン試液：トリプシン0.5g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.2gをリン酸緩衝液に溶かして1000mLとし，孔径0.22μm以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する．

(ⅴ)　希ホルムアルデヒド試液：ホルムアルデヒド液を水で10倍に薄める．

(ⅵ)　希ギムザ試液：ギムザ試液を希釈液で約50倍に薄め，ろ紙でろ過して不溶物を除く．用時製する．

(ⅶ)　希釈液：リン酸二水素カリウム4.54g及び無水リン酸水素二ナトリウム4.75gを水に溶かして1000mLとする．

1.7.4.　器具及び装置

(ⅰ)　ピペット：パスツールピペット，駒込ピペット，メスピペット，チップ式微量ピペット

(ⅱ)　スクリューキャップ式ガラス瓶：50～1000mL

(ⅲ)　プラスチック製滅菌遠心沈殿管：15mL及び50mL

(ⅳ)　プラスチック製滅菌培養フラスコ：25cm^2又は75cm^2

(ⅴ)　プラスチック製滅菌培養プレート(24穴)

(ⅵ)　顕微鏡：倒立顕微鏡及び実体顕微鏡

(ⅶ)　炭酸ガス培養器：炭酸ガス濃度を5%に，温度を37℃に維持する．

1.7.5.　対照材料及び対照物質

(ⅰ)　陰性対照材料：ポリエチレンフィルム

(ⅱ)　陽性対照材料A：ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛を0.1%含有するポリウレタンフィルム

(ⅲ)　陽性対照材料B：ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛を0.25%含有するポリウレタンフィルム

(ⅳ)　対照物質：ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛及びジブチルジチオカルバミン酸亜鉛(試薬1級)

1.7.6.　操作法

(ⅰ)　試験試料：容器材料が均一な場合は，試料容器を2×15mm角程度に細切して試験試料とする．多層の材料の場合は，

片面の面積が2.5cm^{2}の試料を容器から切り出し，細切せずに試験試料とする．

(ⅱ)　試験溶液の調製：試験試料をスクリューキャップ式ガラス瓶又はプラスチック製滅菌遠心沈殿管にとり，軽く栓をし，清浄なアルミニウム箔で覆い，121℃で20分間高圧蒸気滅菌する．試験試料が高圧蒸気滅菌に耐えない場合は，適切な条件で酸化エチレン(EO)ガス滅菌を行い，残留EOの影響のないように十分にエアレーションを行う．試験試料の片面2.5cm^{2}に対して1mL，又は1gに対して10mLの培地を加えて軽く栓をした後，炭酸ガス培養器に移し，24時間静置して抽出する．抽出液をあらかじめ高圧蒸気滅菌しておいたガラス瓶又はプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し，これを100%試験溶液とする．この試験溶液を新鮮な培地を用いて2倍ずつの系列希釈を行い，50%，25%，12.5%，6.25%，3.13%などの試験溶液とする．

(ⅲ)　細胞浮遊液の調製：細胞を培養しておいたプラスチック製滅菌培養フラスコから培地を除き，リン酸緩衝液適当量を静かに加えて，フラスコをゆっくり2，3回傾けて細胞層を洗った後，リン酸緩衝液を捨てる．トリプシン試液を細胞層が露出しない程度に加え，フラスコの栓をして，炭酸ガス培養器に入れ，1～2分間放置する．フラスコを培養器から取り出し，顕微鏡ではがれ具合いを観察する．培地適当量を加え，パスツールピペットで静かにピペッティングして，細胞をフラスコ壁面から完全にはがす．この液をプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し，1分間800～1000回転で2～5分間遠心分離する．上清を捨て，新しいリン酸緩衝液を適当量加えて，パスツールピペットでピペッティングした後，再度遠心分離する．上清を捨て，新しい培地を一定量加えた後，パスツールピペットで静かにピペッティングして，均一な細胞浮遊液を作る．細胞濃度を血球計算盤を用いて測る．

(ⅳ)　細胞毒性試験：細胞浮遊液を培地で薄めて，細胞濃度を100個/mLにする．この0.5mLずつをプラスチック製滅菌培養プレートの各穴に分注する．培養プレートを炭酸ガス培養器中で4～6時間静置して，細胞をプレートの底面に接着させる．培養プレートの各穴の培地を捨て，先に調製した種々の濃度の試験溶液又は新しい培地0.5mLをそれぞれ別の穴に加える．それぞれの濃度の試験溶液あるいは新しい培地について，それぞれ4穴を使用する．培養プレートは直ちに炭酸ガス培養器に戻し所定の期間培養する．培養期間はL929細胞では7～9日間，V79細胞では6～7日間とする．培養終了後，培養プレートから試験溶液などを捨て，希ホルムアルデヒド試液を適当量加えて，約30分間放置して細胞を固定する．各穴から希ホルムアルデヒド試液を捨て，希ギムザ試液を適当量加える．コロニーがよく染色されたのを確認した後，希ギムザ試液を捨て，各穴のコロニー数を数える．各濃度の試験溶液でのコロニー数を平均し，その値を培地のみのときのコロニー数の平均値で除して，当該試験液濃度のコロニー形成率(%)を算出する．片対数グラフ用紙の対数軸に試験溶液濃度(%)を，もう片方の軸にコロニー形成率をとり，得られた結果をプロットし，増殖阻害曲線を得る．この曲線から，コロニー形成率が50%となる試験溶液濃度(IC_{50}(%))を読み取る．

なお，必要に応じて対照材料又は対照物質を試験して，試験の感度や再現性を確かめることが望ましい．

2.　プラスチック製水性注射剤容器の規格

2.1.　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器

容器は，接着剤を使用していないもので，ポリエチレン製又はポリプロピレン製のものをいう．

(1)　透明性　容器は，「1.4.1.第1法」で試験したとき，透過率は55%以上でなければならない．「1.4.1.第1法」で試験できない場合は，「1.4.2.2.操作法(ⅱ)無対照法」によって試験を行う．その場合，容器に水を入れた試料を“濁っている”と判断した率は20%未満であり，容器に参照乳濁液を入れた試料を“濁っている”と判断した率は80%以上でなければならない．

(2)　外観　使用上差し支えを生じるようなすじ，きず，泡，またはその他の欠点のないものである．

(3)　水蒸気透過性　「1.5.1.第1法」に従って試験したとき，減量は0.20%以下である．

(4)　重金属　検液の色は比較液より濃くない．ただし，容器切片採取量は1.0gとする．

(5)　鉛　「1.1.3.1.第1法」によって操作し，標準溶液と比較したとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

(6)　カドミウム　「1.1.4.1.第1法」によって操作し，標準溶液と比較したとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

(7)　強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(5g)

(8)　溶出物

(ⅰ)　泡立ち：生じた泡は3分以内にほとんど消失する．

(ⅱ)　pH：試験液と空試験液の差は1.5以下である．

(ⅲ)　過マンガン酸カリウム還元性物質：0.002mol/L過マンガン酸カリウム液の消費量の差は1.0mL以下である．

(ⅳ)　紫外吸収スペクトル：波長220nm以上241nm未満における吸光度は0.08以下，波長241nm以上350nm以下における吸光度は0.05以下である．

(ⅴ)　蒸発残留物：1.0mg以下である．

(9)　細胞毒性　IC_{50}(%)は90%以上である．その他の標準試験方法を用いたときは，結果は陰性である．

2.2.　ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器

容器は，接着剤を使用していないもので，ポリ塩化ビニルの単一重合体よりなり，可塑剤としてフタル酸ジ(2－エチルヘキシル)のみを使用しているものとする．また，容器は，水蒸気の透過を防ぐため容易に取り除けるもので包装することができる．この場合，水蒸気透過性試験はこの包装を施したものについて行う．

(1)　厚さ　容器の袋の部分の厚さを異なった5箇所について測定するとき，その最大値と最小値の差は0.05mm以内である．

(2)　透明性　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(1)」を準用する．

(3)　外観　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(2)」を準用する．

(4)　漏れ　「1.6.漏れ試験」に従って試験したとき，漏れはない．

(5)　柔軟性　漏れ試験を行った容器のゴム栓に針をさすとき，液は容器内を空気で置換することなくほとんど排出する．

(6)　水蒸気透過性　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(3)」を準用する．

(7)　重金属　検液の色は比較液より濃くない．ただし，容器

切片採取量は1.0gとする．

（8）　鉛　「1.1.3.2.第2法」によって操作し，標準溶液と比較したとき，試験溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

（9）　カドミウム　「1.1.4.2.第2法」によって操作し，標準溶液と比較したとき，試験溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

(10)　スズ　試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない．

(11)　塩化ビニル　容器の切片を水で洗い，ろ紙で水を十分にふきとった後，5mm角以下に裁断し，その0.5gをとり，20mLのバイアルに入れる．これに*N,N*－ジメチルアセトアミド2.5mLを加えた後，密栓したものを試料溶液とする．ただし，溶解が困難な試料については，常温で一晩放置したものを試料溶液とする．同様に，20mLのバイアルに*N,N*－ジメチルアセトアミド2.5mLを入れ，ドライアイス・メタノールで冷却した塩化ビニル標準液50μLを正確に加えた後，密栓したものを標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液を90℃で1時間加熱した後，気相部分0.5mLにつき，次の試験条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，試料溶液の塩化ビニルのピーク面積は，標準溶液のピーク面積よりも大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.25mm，長さ25mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン・ジビニルベンゼン共重合体を3μmの厚さで被覆する．

カラム温度：注入後，2分間50℃に保ち，その後，120℃まで毎分10℃で昇温し，次いで250℃まで毎分20℃で昇温し，250℃を10分間保持する．

注入口温度：200℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：塩化ビニルの保持時間が約7分になるように調整する．

スプリット比：1：5

システム適合性

システムの性能　標準溶液の気体0.5mLにつき，上記の条件で操作するとき，塩化ビニル，エタノールの順に流出し，その分離度は3.0以上である．

システムの再現性　標準溶液を90℃で1時間加熱した後，気相部分0.5mLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，塩化ビニルのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

(12)　微粒子　微粒子の数は，試験液1.0mLにつき，5～10μm 100個以下，10～25μm 10個以下及び25μm以上1個以下である．

(13)　強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(5g)

(14)　溶出物　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(8)」を準用する．

(15)　細胞毒性　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(9)」を準用する．

2.3.　その他の水性注射剤容器

以下の規格に適合するほかに，重金属，強熱残分，溶出物などに関する当該容器の材質に固有の規格を満足する．

（1）　透明性　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(1)」を準用する．

（2）　外観　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(2)」を準用する．

（3）　水蒸気透過性　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(3)」を準用する．

（4）　細胞毒性　「2.1.ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器(9)」を準用する．

7.03　輸液用ゴム栓試験法

輸液用ゴム栓は，輸液として用いる注射剤に使用する内容100mL以上の容器に用いるゴム栓(プラスチック等の材料でコーティング又はラミネートしたものを含む．)をいう．使用するゴム栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので，また，微生物の侵入を防止し，内容輸液の使用に支障を与えないものであり，次の規格に適合する．

1.　カドミウム

ゴム栓を水で洗い，室温で乾燥した後，細かく切り，よく混ぜた後，その2.0gを白金製又は石英製るつぼにとり，硫酸2mLで潤し，徐々に加熱して乾固した後，450～500℃で灰化する．もし灰化が不十分ならば硫酸1mLで潤し，加熱して乾固し，灰化する．必要ならばこの操作を繰り返す．冷後，残留物を水で潤し，塩酸2～4mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸1～5mLを加え，加温して溶かす．次にクエン酸一水和物溶液(1→2)／塩酸混液(1：1)0.5～1mL及び加熱した酢酸アンモニウム溶液(2→5)0.5～1mLを加える．不溶物が残るときはガラスろ過器でろ過する．得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える．これに硫酸アンモニウム溶液(2→5)10mL及び水を加えて100mLとする．次に*N,N*－ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液(1→20)20mLを加えて混和し，数分間放置した後，4－メチル－2－ペンタノン20.0mLを加え，激しく振り混ぜる．これを静置して4－メチル－2－ペンタノン層を分取し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にカドミウム標準液10.0mLをとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8nm

2.　鉛

鉛標準液1.0mLをとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→4)10mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加え，以下(1)の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．(1)の試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉によ

り試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3nm

3.　溶出物試験

ゴム栓を水で洗った後，室温で乾燥する．これを硬質ガラス製容器に入れ，試料質量の10倍量の水を正確に加え，適当な栓を施した後，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃で1時間加熱した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，速やかにゴム栓を除き，この液を試験液とする．別に水につき，同様の方法で空試験液を調製する．試験液及び空試験液につき，次の試験を行う．

3.1.　性状

試験液は無色澄明で，空試験液を対照とし，層長10mmで波長430nm及び650nmの透過率を測定するとき，それぞれ99.0%以上である．

3.2.　泡立ち

試験液5mLを内径約15mm，長さ約200mmの共栓試験管に入れ，3分間激しく振り混ぜるとき，生じた泡は3分間以内にほとんど消失する．

3.3.　ｐＨ〈*2.54*〉

試験液及び空試験液20mLずつをとり，これに塩化カリウム1.0gを水に溶かして1000mLとした液1.0mLずつを加え，両液のpHを測定するとき，その差は1.0以下である．

3.4.　亜鉛

試験液10.0mLに薄めた希硝酸(1→3)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液1.0mLをとり，薄めた希硝酸(1→3)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9nm

原子吸光光度用亜鉛標準液：亜鉛標準原液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLは亜鉛(Zn)0.01mgを含む．

3.5.　過マンガン酸カリウム還元性物質

試験液100mLを共栓三角フラスコにとり，0.002mol/L過マンガン酸カリウム液10.0mL及び希硫酸5mLを加え，3分間煮沸する．冷後，これにヨウ化カリウム0.10gを加えて密栓し，振り混ぜて10分間放置した後，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液5滴)．別に空試験液100mLを用い，同様に操作する．0.002mol/L過マンガン酸カリウム液の消費量の差は2.0mL以下である．

3.6.　蒸発残留物

試験液100mLをとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.0mg以下である．

3.7.　紫外吸収スペクトル

試験液につき，空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長220～350nmにおける吸光度は，0.20以下である．

4.　急性毒性試験

試験液につき，空試験液を対照とし，次の条件で試験を行うとき，適合する．

4.1.　試験液及び空試験液の調製

ゴム栓を水及び注射用水で順次洗い，汚染を避けて室温で乾燥する．これを硬質ガラス製容器に入れ，試料質量の10倍量の生理食塩液を加え，適当な栓を施した後，高圧蒸気滅菌器を用いて121℃で1時間加熱した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，これを試験液とする．別に同様の方法で空試験液を調製する．

4.2.　試験条件

(ｉ)　試験動物：体重17～23gの均一系又は純系の雄マウスを用いる．

(ⅱ)　操作法：試験動物は各群を10匹とし，試験動物の体重1kgにつき，それぞれ50mLを静脈内注射する．

4.3.　判定

注射後5日間観察するとき，異常又は死亡を認めない．

5.　発熱性物質試験

4.1.の試験液につき，空試験液を対照とし，発熱性物質試験〈*4.04*〉を行うとき，これに適合する．

6.　溶血性試験

4.1.の試験液10mLにウサギ脱繊維血0.1mLを加え，37℃で24時間放置するとき，溶血を認めない．別に対照として空試験液10mLをとり，同様に操作する．

8.　その他

8.01　滅菌法及び無菌操作法

1.　滅菌法

滅菌とは，物質中のすべての微生物を殺滅又は除去することをいう．滅菌法は，一般に，微生物の種類，汚染状況，滅菌されるものの性質及び状態に応じて，その方法の適切な選択と操作法及び条件の適正化を検討して行う．

滅菌の適否は，通例，無菌試験法によって判定する．

滅菌操作は，温度，圧力などが目的とする滅菌条件に適合していることを十分に確認して行わなければならない．

なお，滅菌条件の選定又は滅菌効果の確認などを行うとき，それぞれの滅菌方法に適した滅菌指標体を用いることができる．

2.　無菌操作法

無菌操作法は，無菌医薬品を製造する場合，医薬品を最終容器(医薬品が最終的に用いる容器のことをいう)に充てんした後，滅菌する方法である最終滅菌法を適用しない医薬品に用いる技術であり，ろ過滅菌後，又は原料段階から一連の無菌工程により無菌医薬品を製造するために用いる方法をいう．

本操作法を用いて無菌医薬品を製造する場合は，通例，あらかじめ使用するすべての器具及び材料を滅菌した後，環境微生物数及び微粒子数が適切に管理された無菌設備内において，適

切な無菌操作法を用いて一定の無菌性保証水準を得られるように行う．

9.　標準品，標準液，試薬・試液，計量器・用器等

標準品

9.01　標準品

標準品は，日本薬局方に規定された試験に用いるために一定の品質に調製されたものである．

日本薬局方標準品は，次のとおりである．

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

アザチオプリン標準品
アシクロビル標準品
アスコルビン酸標準品
アスピリン標準品
アセグルタミド標準品
アセトアミノフェン標準品
アトルバスタチンカルシウム標準品
アドレナリン酒石酸水素塩標準品
アトロピン硫酸塩標準品
アミトリプチリン塩酸塩標準品
アミノ安息香酸エチル標準品
アムロジピンベシル酸塩標準品
アルプロスタジル標準品
アレンドロン酸ナトリウム標準品
アンレキサノクス標準品
イコサペント酸エチル標準品
イソフルラン標準品
イドクスウリジン標準品
イプリフラボン標準品
イミプラミン塩酸塩標準品
ヒトインスリン標準品
インダパミド標準品
インターロイキン－2標準品
インドメタシン標準品
ウリナスタチン標準品
高分子量ウロキナーゼ標準品
エストラジオール安息香酸エステル標準品
エストリオール標準品
エチニルエストラジオール標準品
エテンザミド標準品
エトポシド標準品
エドロホニウム塩化物標準品
エナラプリルマレイン酸塩標準品
エピチオスタノール標準品
エルカトニン標準品
エルゴカルシフェロール標準品
エルゴメトリンマレイン酸塩標準品
エンドトキシン標準品
オキシトシン標準品
オザグレルナトリウム標準品
カフェイン標準品
ガベキサートメシル酸塩標準品
カモスタットメシル酸塩標準品
カリジノゲナーゼ標準品
過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品
カルシトニン(サケ)標準品
カルビドパ標準品
d－カンフル標準品
dl－カンフル標準品
ギトキシン標準品
ギンセノシドRb_1標準品
ギンセノシドRg_1標準品
グアイフェネシン標準品
グリチルリチン酸標準品
グリメピリド標準品
D－グルクロノラクトン標準品
クロフィブラート標準品
クロベタゾールプロピオン酸エステル標準品
クロミフェンクエン酸塩標準品
クロルジアゼポキシド標準品
クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品
クロルマジノン酢酸エステル標準品
ゲファルナート標準品
ゴナドレリン酢酸塩標準品
コルチゾン酢酸エステル標準品
コレカルシフェロール標準品
サルポグレラート塩酸塩標準品
シアノコバラミン標準品
ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品
ジギトキシン標準品
シクロスポリン標準品
ジクロフェナミド標準品
ジゴキシン標準品
シスプラチン標準品
ジドブジン標準品
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品
ジフルコルトロン吉草酸エステル標準品
シュウ酸カルシウム一水和物標準品
ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品
シロスタゾール標準品
シンバスタチン標準品
スウェルチアマリン標準品
スコポラミン臭化水素酸塩標準品
スピロノラクトン標準品
スルファジアジン銀標準品
血清性性腺刺激ホルモン標準品
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品
セボフルラン標準品
セラセフェート標準品

センノシドA標準品
センノシドB標準品
タクロリムス標準品
ダナゾール標準品
チアミラール標準品
チアミン塩化物塩酸塩標準品
チロシン標準品
デキサメタゾン標準品
テストステロンプロピオン酸エステル標準品
デスラノシド標準品
デフェロキサミンメシル酸塩標準品
テプレノン標準品
ドキサゾシンメシル酸塩標準品
トコフェロール標準品
トコフェロールコハク酸エステル標準品
トコフェロール酢酸エステル標準品
トコフェロールニコチン酸エステル標準品
トスフロキサシントシル酸塩標準品
ドネペジル塩酸塩標準品
ドブタミン塩酸塩標準品
トラザミド標準品
トラネキサム酸標準品
トリアムシノロン標準品
トリアムシノロンアセトニド標準品
トリクロルメチアジド標準品
トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品
トルナフタート標準品
トルブタミド標準品
トレハロース標準品
トロキシピド標準品
トロンビン標準品
ナテグリニド標準品
ナブメトン標準品
ニコチン酸標準品
ニコチン酸アミド標準品
ニザチジン標準品
無水乳糖標準品
乳糖標準品
ニルバジピン標準品
ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品
ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品
ノルゲストレル標準品
バイカリン標準品
バクロフェン標準品
バソプレシン標準品
パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品
ピオグリタゾン塩酸塩標準品
ビサコジル標準品
ヒドロクロロチアジド標準品
ヒドロコルチゾン標準品
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品
ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品
ピリドキシン塩酸塩標準品
ビンクリスチン硫酸塩標準品
ビンブラスチン硫酸塩標準品
フィトナジオン標準品
フェキソフェナジン塩酸塩標準品
プエラリン標準品
プラゾシン塩酸塩標準品
プラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品
プリミドン標準品
フルオキシメステロン標準品
フルオシノニド標準品
フルオシノロンアセトニド標準品
フルオロメトロン標準品
フルスルチアミン塩酸塩標準品
フルタミド標準品
フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品
フルボキサミンマレイン酸塩標準品
プレドニゾロン標準品
プレドニゾロンコハク酸エステル標準品
プレドニゾロン酢酸エステル標準品
プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品
プロゲステロン標準品
フロセミド標準品
プロタミン硫酸塩標準品
プロピベリン塩酸塩標準品
プロブコール標準品
プロベネシド標準品
ペオニフロリン標準品
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品
ベタメタゾン標準品
ベタメタゾン吉草酸エステル標準品
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品
低分子量ヘパリン標準品
ヘパリンナトリウム標準品
理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品
含糖ペプシン標準品
ペミロラストカリウム標準品
ペルフェナジン標準品
ベルベリン塩化物標準品
ペントバルビタール標準品
ポビドン標準品
ホリナートカルシウム標準品
マニジピン塩酸塩標準品
マルトース標準品
ミゾリビン標準品
メキシレチン塩酸塩標準品
メコバラミン標準品
メストラノール標準品
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品
メチルジゴキシン標準品
メチルテストステロン標準品
メチルドパ標準品
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品
メトキサレン標準品

メトトレキサート標準品
メナテトレノン標準品
融点標準品　アセトアニリド
融点標準品　アセトフェネチジン
融点標準品　カフェイン
融点標準品　スルファニルアミド
融点標準品　スルファピリジン
融点標準品　ワニリン
ユビデカレノン標準品
葉酸標準品
ラクツロース標準品
ラナトシドC標準品
ラニチジン塩酸塩標準品
ラベプラゾールナトリウム標準品
リセドロン酸標準品
リゾチーム標準品
リトドリン塩酸塩標準品
リボフラビン標準品
リマプロスト標準品
レセルピン標準品
レチノール酢酸エステル標準品
レチノールパルミチン酸エステル標準品
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品
ロキソプロフェン標準品
ロサルタンカリウム標準品
ワルファリンカリウム標準品

（２）　国立感染症研究所が製造する標準品.

アクチノマイシンD標準品
アクラルビシン標準品
アジスロマイシン標準品
アズトレオナム標準品
アスポキシシリン標準品
アミカシン硫酸塩標準品
アムホテリシンB標準品
アモキシシリン標準品
アルベカシン硫酸塩標準品
アンピシリン標準品
イセパマイシン硫酸塩標準品
イダルビシン塩酸塩標準品
イミペネム標準品
エピルビシン塩酸塩標準品
エリスロマイシン標準品
エンビオマイシン硫酸塩標準品
オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品
カナマイシン一硫酸塩標準品
カルモナムナトリウム標準品
クラブラン酸リチウム標準品
グラミシジン標準品
クラリスロマイシン標準品
グリセオフルビン標準品
クリンダマイシン塩酸塩標準品
クリンダマイシンリン酸エステル標準品
クロキサシリンナトリウム標準品
クロラムフェニコール標準品
クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品
ゲンタマイシン硫酸塩標準品
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品
コリスチン硫酸塩標準品
サイクロセリン標準品
シクラシリン標準品
ジクロキサシリンナトリウム標準品
シッカニン標準品
ジノスタチンスチマラマー標準品
ジベカシン硫酸塩標準品
ジョサマイシン標準品
ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品
ストレプトマイシン硫酸塩標準品
スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品
スペクチノマイシン塩酸塩標準品
スルタミシリントシル酸塩標準品
スルバクタム標準品
スルベニシリンナトリウム標準品
セファクロル標準品
セファゾリン標準品
セファトリジンプロピレングリコール標準品
セファドロキシル標準品
セファレキシン標準品
セファロチンナトリウム標準品
セフィキシム標準品
セフェピム塩酸塩標準品
セフォジジムナトリウム標準品
セフォゾプラン塩酸塩標準品
セフォタキシム標準品
セフォチアム塩酸塩標準品
セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品
セフォテタン標準品
セフォペラゾン標準品
セフカペンピボキシル塩酸塩標準品
セフジトレンピボキシル標準品
セフジニル標準品
セフスロジンナトリウム標準品
セフタジジム標準品
セフチゾキシム標準品
セフチブテン塩酸塩標準品
セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品
セフトリアキソンナトリウム標準品
セフピラミド標準品
セフピロム硫酸塩標準品
セフブペラゾン標準品
セフポドキシムプロキセチル標準品
セフミノクスナトリウム標準品
セフメタゾール標準品
セフメノキシム塩酸塩標準品
セフロキサジン標準品
セフロキシムアキセチル標準品
ダウノルビシン塩酸塩標準品

タゾバクタム標準品
タランピシリン塩酸塩標準品
テイコプラニン標準品
テトラサイクリン塩酸塩標準品
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品
ドキシサイクリン塩酸塩標準品
ドキソルビシン塩酸塩標準品
トブラマイシン標準品
トリコマイシン標準品
ナイスタチン標準品
バカンピシリン塩酸塩標準品
バシトラシン標準品
パニペネム標準品
バンコマイシン塩酸塩標準品
ピブメシリナム塩酸塩標準品
ピペラシリン標準品
ピマリシン標準品
ピラルビシン標準品
ピロールニトリン標準品
ファロペネムナトリウム標準品
フェネチシリンカリウム標準品
フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品
フラジオマイシン硫酸塩標準品
ブレオマイシンA_2塩酸塩標準品
フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品
ベカナマイシン硫酸塩標準品
ペプロマイシン硫酸塩標準品
ベンジルペニシリンカリウム標準品
ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品
ポリミキシンB硫酸塩標準品
マイトマイシンC標準品
ミクロノマイシン硫酸塩標準品
ミデカマイシン標準品
ミデカマイシン酢酸エステル標準品
ミノサイクリン塩酸塩標準品
ムピロシンリチウム標準品
メロペネム標準品
ラタモキセフアンモニウム標準品
リファンピシン標準品
リボスタマイシン硫酸塩標準品
リンコマイシン塩酸塩標準品
レナンピシリン塩酸塩標準品
ロイコマイシンA_5標準品
ロキシスロマイシン標準品
ロキタマイシン標準品

標準液

9.21　容量分析用標準液

容量分析用標準液は，濃度が精密に知られた試薬溶液で，主として容量分析に用いるものである．

容量分析用標準液には規定のモル濃度に調製された液を用いる．それぞれの標準液につき規定された物質1モルが1000mL中に正確に含まれるように調製した溶液が1モル濃度溶液であり，1mol/Lで表す．

また必要に応じて，それらを一定の割合に薄めた液を用いる．例えば1mol/L溶液を10倍容量に薄めたものは0.1mol/L溶液である．

容量分析用標準液は，別に規定するもののほか，無色又は遮光した共栓瓶に入れ，保存する．

調製及び標定

容量分析用標準液は，次のいずれかの方法によって調製し，規定された濃度n (mol/L)からのずれの度合いは，ファクターfにより表す．日本薬局方では，通例，ファクターfが0.970～1.030の範囲にあるように調製する．ファクターを決定する操作を標定という．

（1）　純物質約1モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を精密に量り，規定の溶媒に溶かして正確に1000mLとし，規定の濃度n (mol/L)に近似する濃度の標準液を調製する．この場合，秤量した純物質の質量(g)をその物質1モルの質量(g)で除し，更に規定されたモル濃度を表す数値nで除した値をその標準液のファクターfとする．もし，純物質が得られない場合は，純度が正確にわかっている純度の高い物質を用いて差し支えない．

（2）　純物質又は純度が正確にわかっている純度の高い物質が得られない場合，それぞれの標準液につき定められた物質約1モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を量り，規定の溶媒に溶かして約1000mLとし，規定された濃度n (mol/L)付近の標準液を調製する．この標準液の正確な濃度を知るため，標定操作を行ってそれぞれの標準液のファクターfを定める．標定法には直接法と間接法がある．

a)　直接法

標準試薬などそれぞれの標準液について規定された物質の規定量を精密に量り，規定の溶媒に溶かした後，この液を調製した標準液で滴定し，次の式を用いてそれぞれの標準液のファクターfを定める．

$$f=\frac{1000m}{VMn}$$

M：標準液の調製に用いた物質(例えば，1mol/L塩酸であれば塩酸)1モルに対応する標準試薬などの質量(g)
m：標準試薬などの採取量(g)
V：調製した標準液の消費量(mL)
n：調製した標準液の規定されたモル濃度を表す数値(例えば，濃度0.02mol/Lの標準液であれば，n＝0.02)

b)　間接法

直接に標準試薬などを用いない場合，調製した標準液の一定量V_2(mL)をとり，ファクター既知(f_1)の規定の滴定用標準液を用いて滴定し，次の式を用いて調製した標準液のファクター(f_2)を計算する．

$$f_2=\frac{V_1\times f_1}{V_2}$$

f_1：滴定用標準液のファクター
f_2：調製した標準液のファクター

V_1：滴定用標準液の消費量(mL)
V_2：調製した標準液の採取量(mL)

（3）　ファクター既知の標準液の一定容量をとり，規定の方法で正確に希釈し，規定の濃度n (mol/L)の標準液を調製する．この場合，元の標準液のファクターと希釈して調製した標準液のファクターとは変わらないものとする．

0.1mol/L亜鉛液

1000mL中亜鉛(Zn：65.38)6.538gを含む．

調製　亜鉛(標準試薬)を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110℃で5分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その6.538gに希塩酸80mL及び臭素試液2.5mLを加え，静かに加温して溶かし，煮沸して過量の臭素を除き，水を加えて正確に1000mLとする．

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液

1000mL中亜硝酸ナトリウム($NaNO_2$：69.00)6.900gを含む．

調製　亜硝酸ナトリウム7.2gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　ジアゾ化滴定用スルファニルアミドを105℃で3時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.44gを精密に量り，塩酸10mL，水40mL及び臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加えて溶かし，15℃以下に冷却した後，調製した亜硝酸ナトリウム液で，滴定終点検出法〈2.50〉の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定し，ファクターを計算する．

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL
　＝17.22mg $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$

注意　遮光して保存する．長く保存したものは，標定し直して用いる．

0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$：372.24)37.224gを含む．

調製　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物38gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　亜鉛(標準試薬)を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110℃で5分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約1.3gを精密に量り，希塩酸20mL及び臭素試液8滴を加え，穏やかに加温して溶かし，煮沸して過量の臭素を追い出した後，水を加えて正確に200mLとする．この液25mLを正確に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→50)を加えて中性とし，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mL及びエリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04gを加え，調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝6.538mg Zn

注意　ポリエチレン瓶に保存する．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$：372.24)18.612gを含む．

調製　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物19gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　亜鉛(標準試薬)を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110℃で5分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.8gを精密に量り，希塩酸12mL及び臭素試液5滴を加え，穏やかに加温して溶かし，煮沸して過量の臭素を追い出した後，水を加えて正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→50)を加えて中性とし，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mL及びエリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04gを加え，調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝3.269mg Zn

注意　ポリエチレン瓶に保存する．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$：372.24)7.445gを含む．

調製　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物7.5gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に準じる．ただし，亜鉛(標準試薬)を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110℃で5分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，約0.3gを精密に量り，希塩酸5mL及び臭素試液5滴を加え，以下同様に操作する．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝1.308mg Zn

注意　ポリエチレン瓶に保存する．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$：372.24)3.7224gを含む．

調製　用時，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に2倍容量とする．

0.001mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$：372.24)0.37224gを含む．

調製　用時，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に10倍容量とする．

0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

を見よ.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

0.001mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.001mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液

1000mL中塩化チタン(Ⅲ)($TiCl_3$：154.23)15.423gを含む.

調製 塩化チタン(Ⅲ)(20)75mLに塩酸75mLを加え，新たに煮沸して冷却した水を加えて1000mLとし，遮光したため付きビュレットに入れ，空気を水素で置換し，48時間放置した後に使用する．用時，次の標定を行う.

標定 硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物3gを500mLの広口三角フラスコに量り，二酸化炭素を通じながら，新たに煮沸して冷却した水50mLを加えて溶かし，薄めた硫酸(27→100)25mLを加え，二酸化炭素を通じながら，速やかに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液40mLを正確に加える．これにほとんど終点近くまで，調製した塩化チタン(Ⅲ)液を加えた後，直ちにチオシアン酸アンモニウム5gを加え，塩化チタン(Ⅲ)液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する.

注意 空気を水素で置換して保存する.

0.1mol/L塩化バリウム液

1000mL中塩化バリウム二水和物($BaCl_2$・$2H_2O$：244.26)24.426gを含む.

調製 塩化バリウム二水和物24.5gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.

標定 調製した塩化バリウム液20mLを正確に量り，塩酸3mLを加えて加温する．あらかじめ加温した薄めた硫酸(1→130)40mLを加え，水浴上で30分間加熱した後，一夜放置する．この液をろ過し，ろ紙上の残留物を，ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後，ろ紙と共にるつぼに移し，強熱灰化する．冷後，硫酸2滴を加え，再び約700℃で2時間強熱する．冷後，残留物の質量を精密に量り，硫酸バリウム($BaSO_4$)の量とし，ファクターを計算する.

0.1mol/L塩化バリウム液1mL＝23.34mg $BaSO_4$

0.02mol/L塩化バリウム液

1000mL中塩化バリウム二水和物($BaCl_2$・$2H_2O$：244.26)4.885gを含む.

調製 塩化バリウム二水和物4.9gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.

標定 調製した塩化バリウム液100mLを正確に量り，塩酸3mLを加えて加温する．あらかじめ加温した薄めた硫酸(1→130)40mLを加え，水浴上で30分間加熱した後，一夜放置する．この液をろ過し，ろ紙上の残留物を，ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後，ろ紙と共にるつぼに移し，強熱灰化する．冷後，硫酸2滴を加え，再び約700℃で2時間強熱する．冷後，残留物の質量を精密に量り，硫酸バリウム($BaSO_4$)の量とし，ファクターを計算する.

0.02mol/L塩化バリウム液1mL＝4.668mg $BaSO_4$

0.01mol/L塩化バリウム液

1000mL中塩化バリウム二水和物($BaCl_2$・$2H_2O$：244.26)2.4426gを含む.

調製 用時，0.02mol/L塩化バリウム液に水を加えて正確に2倍容量とする.

0.05mol/L塩化マグネシウム液

1000mL中塩化マグネシウム六水和物($MgCl_2$・$6H_2O$：203.30)10.165gを含む.

調製 塩化マグネシウム六水和物10.2gに新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.

標定 調製した塩化マグネシウム液25mLを正確に量り，水50mL，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3mL及びエリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04gを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．ただし，滴定の終点は，終点近くでゆっくり滴定し，液の赤紫色が青紫色に変わるときとする.

0.01mol/L塩化マグネシウム液

1000mL中塩化マグネシウム六水和物($MgCl_2$・$6H_2O$：203.30)2.0330gを含む.

調製 用時，0.05mol/L塩化マグネシウム液に水を加えて正確に5倍容量とする.

2mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)72.92gを含む.

調製 塩酸180mLに水を加えて1000mLとし，次の標定を行う.

標定 1mol/L塩酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム(標準試薬)約1.5gを精密に量り，水100mLに溶かし，滴定〈2.50〉する.

2mol/L塩酸1mL＝106.0mg Na_2CO_3

1mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)36.461gを含む.

調製 塩酸90mLに水を加えて1000mLとし，次の標定を行う.

標定 炭酸ナトリウム(標準試薬)を500～650℃で40～50分間加熱した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.8gを精密に量り，水50mLに溶かし，調製した塩酸で滴定

〈2.50〉し，ファクターを計算する(指示薬法：メチルレッド試液3滴，又は電位差滴定法)．ただし，指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し，ゆるく栓をして冷却するとき，持続するだいだい色～だいだい赤色を呈するときとする．電位差滴定は，被滴定液を激しくかき混ぜながら行い，煮沸しない．

1mol/L塩酸1mL＝53.00mg Na_2CO_3

0.5mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)18.230gを含む．

調製　塩酸45mLに水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　1mol/L塩酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム(標準試薬)約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，滴定〈2.50〉する．

0.5mol/L塩酸1mL＝26.50mg Na_2CO_3

0.2mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)7.292gを含む．

調製　塩酸18mLに水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　1mol/L塩酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム(標準試薬)約0.15gを精密に量り，水30mLに溶かし，滴定〈2.50〉する．

0.2mol/L塩酸1mL＝10.60mg Na_2CO_3

0.1mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)3.6461gを含む．

調製　用時，0.2mol/L塩酸に水を加えて正確に2倍容量とする．

0.05mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)1.8230gを含む．

調製　用時，0.2mol/L塩酸に水を加えて正確に4倍容量とする．

0.02mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)0.7292gを含む．

調製　用時，0.2mol/L塩酸に水を加えて正確に10倍容量とする．

0.01mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)0.36461gを含む．

調製　用時，0.2mol/L塩酸に水を加えて正確に20倍容量とする．

0.001mol/L塩酸

1000mL中塩酸(HCl：36.46)0.036461gを含む．

調製　用時，0.2mol/L塩酸に水を加えて正確に200倍容量とする．

0.1mol/L過塩素酸

1000mL中過塩素酸($HClO_4$：100.46)10.046gを含む．

調製　過塩素酸8.7mLを酢酸(100)1000mL中に約20℃に保ちながら徐々に加える．約1時間放置後，この液3.0mLをとり，別途，水分(g/dL)を速やかに測定する(廃棄処理時には水を加える)．この液を約20℃に保ちながら，無水酢酸[{水分(g/dL)－0.03}×52.2]mLを振り混ぜながら徐々に加え，24時間放置した後，次の標定を行う．

標定　フタル酸水素カリウム(標準試薬)を105℃で4時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，調製した過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬法：クリスタルバイオレット試液3滴，又は電位差滴定法)．ただし，指示薬法の終点は青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.42mg $KHC_6H_4(COO)_2$

注意　湿気を避けて保存する．

0.05mol/L過塩素酸

1000mL中過塩素酸($HClO_4$：100.46)5.023gを含む．

調製　用時，0.1mol/L過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に2倍容量とする．ただし，非水滴定用酢酸8.0mLを量り，水分(g/dL)を速やかに測定し，0.03(g/dL)を超えるときは，この非水滴定用酢酸1000mLにつき，無水酢酸[{水分(g/dL)－0.03}×52.2]mLを加えたものを用いる．

0.02mol/L過塩素酸

1000mL中過塩素酸($HClO_4$：100.46)2.0092gを含む．

調製　用時，0.1mol/L過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に5倍容量とする．ただし，非水滴定用酢酸8.0mLを量り，水分(g/dL)を速やかに測定し，0.03(g/dL)を超えるときは，この非水滴定用酢酸1000mLにつき，無水酢酸[{水分(g/dL)－0.03}×52.2]mLを加えたものを用いる．

0.1mol/L過塩素酸・ジオキサン液

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液　を見よ．

0.05mol/L過塩素酸・ジオキサン液

0.05mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液　を見よ．

0.004mol/L過塩素酸・ジオキサン液

0.004mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液　を見よ．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液

1000mL中過塩素酸($HClO_4$：100.46)10.046gを含む．

調製　過塩素酸8.5mLに1,4－ジオキサンを加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　フタル酸水素カリウム(標準試薬)を105℃で4時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.5gを精密に量り，非水滴定用酢酸80mLに溶かし，クリスタルバイオレット試液3滴を加え，調製した過塩素酸・1,4－ジオキサン液で青色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝20.42mg $KHC_6H_4(COO)_2$

注意　湿気を避け，冷所に保存する．

0.05mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液

1000mL中過塩素酸($HClO_4$：100.46)5.023gを含む．

調製 用時，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液に1,4－ジオキサンを加えて正確に2倍容量とする．

0.004mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液

1000mL中過塩素酸($HClO_4$：100.46)0.4018gを含む．

調製 用時，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液に1,4－ジオキサンを加えて正確に25倍容量とする．

0.005mol/L過塩素酸バリウム液

1000mL中過塩素酸バリウム[$Ba(ClO_4)_2$：336.23]1.6812gを含む．

調製 過塩素酸バリウム1.7gを水200mLに溶かし，2－プロパノールを加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定 調製した過塩素酸バリウム液20mLを正確に量り，メタノール55mL及びアルセナゾⅢ試液0.15mLを加え，0.005mol/L硫酸で液の紫色が赤紫色を経て赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液

1000mL中過マンガン酸カリウム($KMnO_4$：158.03)3.1607gを含む．

調製 過マンガン酸カリウム3.2gを水に溶かし，1000mLとし，15分間煮沸して密栓し，48時間以上放置した後，ガラスろ過器(G3又はG4)を用いてろ過し，次の標定を行う．

標定 シュウ酸ナトリウム(標準試薬)を150～200℃で1～1.5時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.3gを500mLの三角フラスコに精密に量り，水30mLに溶かし，薄めた硫酸(1→20)250mLを加え，液温を30～35℃とし，調製した過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ，穏やかにかき混ぜながら，その40mLを速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に55～60℃に加温して滴定を続け，30秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．ただし，終点前の0.5～1mLは注意して滴加し，過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の1滴を加える．

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL＝6.700mg $Na_2C_2O_4$

注意 遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.002mol/L過マンガン酸カリウム液

1000mL中過マンガン酸カリウム($KMnO_4$：158.03)0.31607gを含む．

調製 用時，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液に水を加えて正確に10倍容量とする．

0.05mol/L酢酸亜鉛液

1000mL中酢酸亜鉛二水和物[$Zn(CH_3COO)_2$・$2H_2O$：219.50]10.975gを含む．

調製 酢酸亜鉛二水和物11.1gに水40mL及び希酢酸4mLを加えて溶かし，水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液20mLを正確に量り，水50mL，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3mL及びエリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04gを加え，調製した酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．滴定の終点は液の青色が青紫色に変わるときとする．

0.02mol/L酢酸亜鉛液

1000mL中酢酸亜鉛二水和物[$Zn(CH_3COO)_2$・$2H_2O$：219.50]4.390gを含む．

調製 酢酸亜鉛二水和物4.43gに水20mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定 0.05mol/L酢酸亜鉛液に準じる．ただし，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液20mLを正確に量り，標定する．

0.1mol/L酢酸ナトリウム液

1000mL中に酢酸ナトリウム(CH_3COONa：82.03)8.203gを含む．

調製 無水酢酸ナトリウム8.20gを酢酸(100)に溶かし1000mLとし，次の標定を行う．

標定 調製した酢酸ナトリウム液25mLを正確に量り，酢酸(100)50mL及び*p*－ナフトールベンゼイン試液1mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で液の黄褐色が黄色を経て緑色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1mol/L三塩化チタン液

0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液　を見よ．

1／60 mol/L重クロム酸カリウム液

1／60 mol/L二クロム酸カリウム液　を見よ．

0.05mol/Lシュウ酸液

1000mL中シュウ酸二水和物($C_2H_2O_4$・$2H_2O$：126.07)6.303gを含む．

調製 シュウ酸二水和物6.3gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定 調製したシュウ酸液25mLを500mLの三角フラスコに正確に量り，10～15分間煮沸し，27±3℃に冷却した薄めた硫酸(1→20)200mLを加え，新たに標定した0.02mol/L過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ，穏やかにかき混ぜながら，その22mLを速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に55～60℃に加温して滴定を続け，30秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．ただし，終点前の0.5～1mLは注意して滴加し，過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の1滴を加える．

注意 遮光して保存する．

0.005mol/Lシュウ酸液

1000mL中シュウ酸二水和物($C_2H_2O_4$・$2H_2O$：126.07)0.6303gを含む．

調製 用時，0.05mol/Lシュウ酸液に水を加えて正確に10倍容量とする．

0.005mol/Lシュウ酸ナトリウム液

1000mL中シュウ酸ナトリウム($Na_2C_2O_4$：134.00)0.6700gを含む．

調製　シュウ酸ナトリウム(標準試薬)を150～200℃で2時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.6700gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，ファクターを計算する．

0.05mol/L臭素液

1000mL中臭素(Br：79.90)7.990gを含む．

調製　臭素酸カリウム2.8g及び臭化カリウム15gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　調製した臭素液25mLをヨウ素瓶中に正確に量り，水120mL，次に塩酸5mLを速やかに加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜる．これにヨウ化カリウム試液5mLを加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜて5分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

1／60 mol/L臭素酸カリウム液

1000mL中臭素酸カリウム($KBrO_3$：167.00)2.7833gを含む．

調製　臭素酸カリウム2.8gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　調製した臭素酸カリウム液25mLをヨウ素瓶中に正確に量り，ヨウ化カリウム2g及び希硫酸5mLを加え，密栓して5分間放置した後，水100mLを加え，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1mol/L硝酸銀液

1000mL中硝酸銀($AgNO_3$：169.87)16.987gを含む．

調製　硝酸銀17.0gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　塩化ナトリウム(標準試薬)を500～650℃で40～50分間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約80mgを精密に量り，水50mLに溶かし，強くかき混ぜながら，調製した硝酸銀液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する(指示薬法：フルオレセインナトリウム試液3滴，又は電位差滴定法：銀電極)．ただし，指示薬法の滴定の終点は，液の黄緑色が黄色を経てだいだい色を呈するときとする．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

注意　遮光して保存する．

0.02mol/L硝酸銀液

1000mL中硝酸銀($AgNO_3$：169.87)3.3974gを含む．

調製　用時，0.1mol/L硝酸銀液に水を加えて正確に5倍容量とする．

0.01mol/L硝酸銀液

1000mL中硝酸銀($AgNO_3$：169.87)1.6987gを含む．

調製　用時，0.1mol/L硝酸銀液に水を加えて正確に10倍容量とする．

0.005mol/L硝酸銀液

1000mL中硝酸銀($AgNO_3$：169.87)0.8494gを含む．

調製　用時，0.1mol/L硝酸銀液に水を加えて正確に20倍容量とする．

0.001mol/L硝酸銀液

1000mL中硝酸銀($AgNO_3$：169.87)0.16987gを含む．

調製　用時，0.1mol/L硝酸銀液に水を加えて正確に100倍容量とする．

0.01mol/L硝酸ビスマス液

1000mL中硝酸ビスマス五水和物[$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$：485.07]4.851gを含む．

調製　硝酸ビスマス五水和物4.86gを希硝酸60mLに溶かし，水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　調製した硝酸ビスマス液25mLを正確に量り，水50mL及びキシレノールオレンジ試液1滴を加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤色が黄色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

1mol/L水酸化カリウム液

1000mL中水酸化カリウム(KOH：56.11)56.11gを含む．

調製　水酸化カリウム65gを水950mLに溶かし，これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し，液をよく混ぜて密栓し，24時間放置した後，上澄液を傾斜するか，又はガラスろ過器(G3又はG4)を用いてろ過し，次の標定を行う．

標定　アミド硫酸(標準試薬)をデシケーター(減圧，シリカゲル)で約48時間乾燥し，その約2.5gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水25mLに溶かし，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，調製した水酸化カリウム液で緑色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

1mol/L水酸化カリウム液1mL＝97.09mg $HOSO_2NH_2$

注意　密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた瓶に保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.5mol/L水酸化カリウム液

1000mL中水酸化カリウム(KOH：56.11)28.053gを含む．

調製　水酸化カリウム32gをとり，1mol/L水酸化カリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標定　1mol/L水酸化カリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸(標準試薬)約1.3gを精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.5mol/L水酸化カリウム液1mL＝48.55mg $HOSO_2NH_2$

注意　1mol/L水酸化カリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1mol/L水酸化カリウム液

1000mL中水酸化カリウム(KOH：56.11)5.611gを含む．

調製　水酸化カリウム6.5gをとり，1mol/L水酸化カリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標定　1mol/L水酸化カリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸(標準試薬)約0.25gを精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L水酸化カリウム液1mL＝9.709mg $HOSO_2NH_2$

注意 1mol/L水酸化カリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液

1000mL中水酸化カリウム(KOH：56.11)28.053gを含む．

調製 水酸化カリウム35gを水20mLに溶かし，無アルデヒドエタノールを加えて1000mLとし，密栓し，24時間放置した後，上澄液を速やかに傾斜してとり，次の標定を行う．

標定 0.25mol/L硫酸15mLを正確に量り，水50mLを加え，調製した水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する(指示薬法：フェノールフタレイン試液2滴，又は電位差滴定法)．ただし，指示薬法の滴定の終点は淡赤色を呈するときとする．

注意 遮光した瓶に密栓して保存する．標定は用時行う．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液

1000mL中水酸化カリウム(KOH：56.11)5.611gを含む．

調製 水酸化カリウム7gをとり，0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液に準じて調製し，次の標定を行う．

標定 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液に準じる．ただし，0.05mol/L硫酸15mLを正確に量り，滴定〈2.50〉する．

注意 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液に準じて保存する．標定は用時行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)39.997gを含む．

調製 水酸化ナトリウム42gを水950mLに溶かし，これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し，液をよく混ぜて密栓し，24時間放置した後，上澄液を傾斜するか，又はガラスろ過器(G3又はG4)を用いてろ過し，次の標定を行う．

標定 アミド硫酸(標準試薬)をデシケーター(減圧，シリカゲル)で約48時間乾燥し，その約1.5gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水25mLに溶かし，調製した水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する(指示薬法：ブロモチモールブルー試液2滴，又は電位差滴定法)．ただし，指示薬法の滴定の終点は緑色を呈するときとする．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝97.09mg $HOSO_2NH_2$

注意 密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた瓶に保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)19.999gを含む．

調製 水酸化ナトリウム22gをとり，1mol/L水酸化ナトリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標定 1mol/L水酸化ナトリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸(標準試薬)約0.7gを精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝48.55mg $HOSO_2NH_2$

注意 1mol/L水酸化ナトリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.2mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)7.999gを含む．

調製 水酸化ナトリウム9gをとり，1mol/L水酸化ナトリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標定 1mol/L水酸化ナトリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸(標準試薬)約0.3gを精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.2mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝19.42mg $HOSO_2NH_2$

注意 1mol/L水酸化ナトリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)3.9997gを含む．

調製 水酸化ナトリウム4.5gをとり，1mol/L水酸化ナトリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標定 1mol/L水酸化ナトリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸(標準試薬)約0.15gを精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝9.709mg $HOSO_2NH_2$

注意 1mol/L水酸化ナトリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.05mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)1.9999gを含む．

調製 用時，0.1mol/L水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に2倍容量とする．

0.02mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)0.7999gを含む．

調製 用時，0.1mol/L水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に5倍容量とする．

0.01mol/L水酸化ナトリウム液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)0.39997gを含む．

調製 用時，0.1mol/L水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に10倍容量とする．

0.025mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液

1000mL中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)1.000gを含む．

調製 水酸化ナトリウム2.1gをエタノール(99.5)100mLに溶かし，密栓し，一夜放置した後，上澄液50mLをとり，エタノール(99.5)650mL及び新たに煮沸して冷却した水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定 アミド硫酸(標準試薬)をデシケーター(減圧，シリカゲル)で48時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水で薄めたエタノール(7→10)30mLに溶かし，調製した水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する(電位差滴定法)．

0.025mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液1mL
＝2.427mg $HOSO_2NH_2$

注意 遮光した瓶に密栓して保存する．標定は用時行う．

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液

1000mL中チオシアン酸アンモニウム(NH_4SCN：76.12)7.612gを含む.

調製　チオシアン酸アンモニウム8gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.

標定　0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に量り，水50mL，硝酸2mL及び硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mLを加え，振り動かしながら，調製したチオシアン酸アンモニウム液で持続する赤褐色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する.

注意　遮光して保存する.

0.02mol/Lチオシアン酸アンモニウム液

1000mL中チオシアン酸アンモニウム(NH_4SCN：76.12)1.5224gを含む.

調製　用時，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液に水を加えて正確に5倍容量とする.

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液

1000mL中チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)24.818gを含む.

調製　チオ硫酸ナトリウム五水和物25g及び無水炭酸ナトリウム0.2gに新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，1000mLとし，24時間放置した後，次の標定を行う.

標定　ヨウ素酸カリウム(標準試薬)を120～140℃で1.5～2時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約50mgをヨウ素瓶に精密に量り，水25mLに溶かし，ヨウ化カリウム2g及び希硫酸10mLを加え，密栓し，10分間放置した後，水100mLを加え，遊離したヨウ素を調製したチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬法，又は電位差滴定法：白金電極)．ただし，指示薬法の滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する.

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝3.567mg KIO_3

注意　長く保存したものは標定し直して用いる.

0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム液

1000mL中チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)12.409gを含む.

調製　用時，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に2倍容量とする.

0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液

1000mL中チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)4.964gを含む.

調製　用時，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に5倍容量とする.

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液

1000mL中チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)2.4818gを含む.

調製　用時，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に10倍容量とする.

0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液

1000mL中チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)1.2409gを含む.

調製　用時，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に20倍容量とする.

0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液

1000mL中チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)0.4964gを含む.

調製　用時，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に50倍容量とする.

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液

1000mL中テトラフェニルホウ酸ナトリウム[$NaB(C_6H_5)_4$：342.22]6.844gを含む.

調製　テトラフェニルホウ酸ナトリウム7.0gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.

標定　フタル酸水素カリウム(標準試薬)0.5gを量り，水100mLに溶かし，酢酸(31)2mLを加え，水浴中で50℃に加温し，かき混ぜながら，調製したテトラフェニルホウ酸ナトリウム液50mLをビュレットから徐々に加えた後に急冷し，常温で1時間放置する．生じた沈殿を質量既知のガラスろ過器(G4)にろ取し，テトラフェニルボロンカリウム試液5mLずつで3回洗い，105℃で1時間乾燥し，その質量を精密に量り，テトラフェニルボロンカリウム[$KB(C_6H_5)_4$：358.32]の量とし，ファクターを計算する.

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL
＝7.166mg $KB(C_6H_5)_4$

注意　用時調製する.

0.02mol/Lテトラフェニルボロンナトリウム液

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液　を見よ.

0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液

1000mL中テトラブチルアンモニウムヒドロキシド[$(C_4H_9)_4NOH$：259.47]25.947gを含む.

調製　用時，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド26.0gに対応する量の10%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，2－プロパノールを加えて1000mLとし，次の標定を行う.

標定　安息香酸をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約0.3gを精密に量り，アセトン50mLに溶かし，調製した0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝12.21mg C_6H_5COOH

注意　密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる.

0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000mL中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド

[$(CH_3)_4NOH$：91.15]18.231gを含む．

調製　用時，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド18.4gに対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　安息香酸をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約0.4gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド60mLに溶かし，調製した0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬法：チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液3滴，又は電位差滴定法)．ただし，指示薬法の滴定の終点は青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
　＝24.42mg C_6H_5COOH

注意　密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000mL中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$：91.15]9.115gを含む．

調製　用時，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド9.2gに対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，水を加えて1000mLとし，次の標定〈*2.50*〉を行う．

標定　0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる．ただし，安息香酸約0.2gを精密に量り，滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
　＝12.21mg C_6H_5COOH

注意　密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000mL中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$：91.15]1.8231gを含む．

調製　用時，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に5倍容量とする．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液

1000mL中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$：91.15]9.115gを含む．

調製　用時，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド9.2gに対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，メタノールを加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる．

注意　密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液

1000mL中ナトリウムメトキシド(CH_3ONa：54.02)5.402gを含む．

調製　ナトリウムの新しい切片2.5gを氷冷したメタノール150mL中に少量ずつ加えて溶かした後，ベンゼンを加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　安息香酸をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド80mLに溶かし，チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液3滴を加え，調製したナトリウムメトキシド液で青色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液1mL
　＝12.21mg C_6H_5COOH

注意　湿気を避けて，冷所に保存する．標定は用時行う．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド・ジオキサン液

0.1mol/Lナトリウムメトキシド・1,4－ジオキサン液　を見よ．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド・1,4－ジオキサン液

1000mL中ナトリウムメトキシド(CH_3ONa：54.02)5.402gを含む．

調製　ナトリウムの新しい切片2.5gを氷冷したメタノール150mL中に少量ずつ加えて溶かした後，1,4－ジオキサンを加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　安息香酸をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド80mLを加えて溶かし，チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液3滴を加え，調製したナトリウムメトキシド・1,4－ジオキサン液で青色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド・1,4－ジオキサン液1mL
　＝12.21mg C_6H_5COOH

注意　湿気を避けて，冷所に保存する．標定は用時行う．

1／60 mol/L二クロム酸カリウム液

1000mL中二クロム酸カリウム($K_2Cr_2O_7$：294.18)4.903gを含む．

調製　二クロム酸カリウム(標準試薬)を粉末とし，100～110℃で3～4時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約4.903gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，ファクターを計算する．

0.1mol/Lフェリシアン化カリウム液

0.1mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液　を見よ．

0.05mol/Lフェリシアン化カリウム液

0.05mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液　を見よ．

0.1mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液

1000mL中ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム[$K_3Fe(CN)_6$：

329.24]32.924gを含む.
調製　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム33gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.
標定　調製したヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液25mLをヨウ素瓶に正確に量り，ヨウ化カリウム2g及び希塩酸10mLを加え，密栓して15分間放置した後，硫酸亜鉛試液15mLを追加し，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する.
注意　遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる.

0.05mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液

1000mL中ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム[$K_3Fe(CN)_6$：329.24]16.462gを含む.
調製　用時，0.1mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液に水を加えて正確に2倍容量とする.

0.05mol/Lヨウ素液

1000mL中ヨウ素(I：126.90)12.690gを含む.
調製　ヨウ素13gをヨウ化カリウム溶液(2→5)100mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて1000mLとし，次の標定を行う.
標定　調製したヨウ素液15mLを正確に量り，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉し，ファクターを計算する(指示薬法：デンプン試液，又は電位差滴定法：白金電極)．ただし，指示薬法の滴定の終点は，液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする.
注意　遮光して保存する．長く保存したものは，標定し直して用いる.

0.01mol/Lヨウ素液

1000mL中ヨウ素(I：126.90)2.5381gを含む.
調製　用時，0.05mol/Lヨウ素液に水を加えて正確に5倍容量とする.

0.005mol/Lヨウ素液

1000mL中ヨウ素(I：126.90)1.2690gを含む.
調製　用時，0.05mol/Lヨウ素液に水を加えて正確に10倍容量とする.

0.002mol/Lヨウ素液

1000mL中ヨウ素(I：126.90)0.5076gを含む.
調製　用時，0.05mol/Lヨウ素液に水を加えて正確に25倍容量とする.

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液

1000mL中ヨウ素酸カリウム(KIO_3：214.00)10.700gを含む.
調製　ヨウ素酸カリウム(標準試薬)を120～140℃で1.5～2時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約10.700gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，ファクターを計算する.

1／60 mol/Lヨウ素酸カリウム液

1000mL中ヨウ素酸カリウム(KIO_3：214.00)3.567gを含む.
調製　ヨウ素酸カリウム(標準試薬)を120～140℃で2時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その3.567gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，ファクターを計算する.

1／1200 mol/Lヨウ素酸カリウム液

1000mL中ヨウ素酸カリウム(KIO_3：214.00)0.17833gを含む.
調製　ヨウ素酸カリウム(標準試薬)を120～140℃で1.5～2時間乾燥した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.17833gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，ファクターを計算する.

0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液

1000mL中ラウリル硫酸ナトリウム($C_{12}H_{25}NaO_4S$：288.38)2.8838gを含む.
調製　ラウリル硫酸ナトリウム2.9gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う.
標定　定量用塩酸パパベリンを乾燥し，その約0.3gを精密に量り，水に溶かし正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水5mL，希硫酸5mL及びジクロロメタン60mLを加え，更に指示薬として，メチルエローのジクロロメタン溶液(1→500)5～6滴を加え，強く振り混ぜながら，調製した0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液で，最小目盛り0.02mLのビュレットを用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は，0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，ジクロロメタン層の黄色がだいだい赤色に変わるときとする.

0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液1mL
　＝3.759mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

0.5mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)49.04gを含む.
調製　硫酸30mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う.
標定　炭酸ナトリウム(標準試薬)を500～650℃で40～50分間加熱した後，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，その約0.8gを精密に量り，水50mLに溶かし，調製した硫酸で滴定〈*2.50*〉し，ファクターを計算する(指示薬法：メチルレッド試液3滴，又は電位差滴定法)．ただし，指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し，ゆるく栓をして冷却するとき，持続するだいだい色～だいだい赤色を呈するときとする．電位差滴定法は，被滴定液を激しくかき混ぜながら行い，煮沸しない.

0.5mol/L硫酸1mL＝53.00mg Na_2CO_3

0.25mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)24.520gを含む.
調製　硫酸15mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う.
標定　0.5mol/L硫酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム(標準試薬)約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，滴定〈*2.50*〉す

る．

0.25mol/L硫酸1mL＝26.50mg Na_2CO_3

0.1mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)9.808gを含む．

調製　硫酸6mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う．

標定　0.5mol/L硫酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム(標準試薬)約0.15gを精密に量り，水50mLに溶かし，滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L硫酸1mL＝10.60mg Na_2CO_3

0.05mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)4.904gを含む．

調製　硫酸3mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う．

標定　0.5mol/L硫酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム(標準試薬)約80mgを精密に量り，水30mLに溶かし，滴定〈2.50〉する．

0.05mol/L硫酸1mL＝5.300mg Na_2CO_3

0.025mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)2.4520gを含む．

調製　用時，0.05mol/L硫酸に水を加えて正確に2倍容量とする．

0.01mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)0.9808gを含む．

調製　用時，0.05mol/L硫酸に水を加えて正確に5倍容量とする．

0.005mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)0.4904gを含む．

調製　用時，0.05mol/L硫酸に水を加えて正確に10倍容量とする．

0.0005mol/L硫酸

1000mL中硫酸(H_2SO_4：98.08)0.04904gを含む．

調製　用時，0.05mol/L硫酸に水を加えて正確に100倍容量とする．

0.1mol/L硫酸亜鉛液

1000mL中硫酸亜鉛七水和物($ZnSO_4$・$7H_2O$：287.55)28.755gを含む．

調製　硫酸亜鉛七水和物28.8gを水に溶かし，1000mLとし，次の標定を行う．

標定　調製した硫酸亜鉛液25mLを正確に量り，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mL及びエリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04gを加え，0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.02mol/L硫酸亜鉛液

1000mL中硫酸亜鉛七水和物($ZnSO_4$・$7H_2O$：287.55)5.7510gを含む．

調製　用時，0.1mol/L硫酸亜鉛液に水を加えて正確に5倍容量とする．

0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液

1000mL中硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$・$6H_2O$：392.14]39.214gを含む．

調製　硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物40gを硫酸30mL及び水300mLの混液を冷却した液に溶かし，水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　調製した硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液25mLを正確に量り，水25mL及びリン酸5mLを加え，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

注意　用時調製する．

0.02mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液

1000mL中硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$・$6H_2O$：392.14]7.843gを含む．

調製　用時，0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液に薄めた硫酸(3→100)を加えて正確に5倍容量とする．

0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液

1000mL中硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物[$FeNH_4(SO_4)_2$・$12H_2O$：482.19]48.22gを含む．

調製　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物49gを硫酸6mL及び水300mLの混液を冷却した液に溶かし，水を加えて1000mLとし，次の標定を行う．

標定　調製した硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液25mLをヨウ素瓶に正確に量り，塩酸5mLを加えて振り混ぜ，ヨウ化カリウム2gを加えて溶かし，密栓して10分間放置した後，水50mLを加え，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

注意　遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1mol/L硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液　を見よ．

0.02mol/L硫酸第一鉄アンモニウム液

0.02mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液　を見よ．

0.1mol/L硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液　を見よ．

0.01mol/L硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.01mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液　を見よ．

0.1mol/L硫酸第二鉄アンモニウム液

0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液　を見よ．

0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液

1000mL中硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物[$Ce(NH_4)_4(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$：632.55]63.26gを含む.

調製　硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物64gを0.5mol/L硫酸に溶かし，1000mLとし，24時間放置した後，必要ならばガラスろ過器(G3又はG4)を用いてろ過し，次の標定を行う.

標定　調製した硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液25mLをヨウ素瓶に正確に量り，水20mL及び希硫酸20mLを加え，次にヨウ化カリウム1gを加えて溶かし，直ちに0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する.

注意　遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる.

0.01mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液

1000mL中硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物[$Ce(NH_4)_4(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$：632.55]6.326gを含む.

調製　用時，0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液に0.5mol/L硫酸を加えて正確に10倍容量とする.

9.22　標準液

標準液は日本薬局方における試験において，試験の比較の基礎として用いる液である.

亜鉛標準原液　亜鉛(標準試薬)1.000gを正確に量り，水100mL及び塩酸5mLを加えて徐々に加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に1000mLとする.

亜鉛標準液　亜鉛標準原液25mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLは亜鉛(Zn)0.025mgを含む.

亜鉛標準液，原子吸光光度用　輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉を見よ.

アルミニウム標準原液　アルミニウム1.0gをとり，薄めた塩酸(1→2)60mLを加え，加熱して溶かす．冷後，水を加えて1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水30mL及びpH3.0の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5mLを加え，アンモニア試液を滴加して，pHを約3とする．更に，Cu-PAN試液0.5mLを加え，煮沸しながら0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり，1分間以上持続したときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝0.2698mg Al

アルミニウム標準液，原子吸光光度用　アルミニウム標準原液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．用時製する．この液1mLはアルミニウム(Al)0.100mgを含む.

アンモニウム標準液　塩化アンモニウム2.97gを正確に量り，アンモニウム試験用水に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，これにアンモニウム試験用水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはアンモニウム(NH_4)0.01mgを含む.

塩化ビニル標準液　200mLのメスフラスコに約190mLのガスクロマトグラフィー用エタノールを入れ，シリコーンゴム栓をする．このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却しながら，あらかじめ液化した塩化ビニル0.20gをシリコーンゴム栓を通して注入し，更にあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールをシリコーンゴム栓を通して注入し，正確に200mLとする．この液1mLを正確にとり，あらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールを加えて正確に100mLとし，標準液とする．この液は密封容器に入れ，－20℃以下で保存する．なお，本液1mLは塩化ビニル10μgを含む.

カドミウム標準原液　カドミウム地金1.000gを正確に量り，希硝酸100mLを加え，加熱して溶かす．冷後，希硝酸を加えて正確に1000mLとする.

カドミウム標準液　カドミウム標準原液10mLを正確に量り，薄めた希硝酸(1→3)を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めた希硝酸(1→3)を加えて正確に100mLとする．用時製する．この液1mLはカドミウム(Cd)0.001mgを含む.

カリウム標準原液　塩化カリウムを130℃で2時間乾燥し，その9.534gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLはカリウム(K)5.00mgを含む.

カルシウム標準液　炭酸カルシウム0.250gを正確に量り，希塩酸5mL及び水25mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはカルシウム(Ca)0.1mgを含む.

カルシウム標準液，原子吸光光度用　炭酸カルシウム0.250gを精密に量り，1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液1mLはカルシウム(Ca)1.00mgを含む.

金標準原液　テトラクロロ金(Ⅲ)四水和物0.209gを正確に量り，王水2mLに溶かし，水浴上で10分間加熱した後，1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液1mLは金(Au)1.00mgを含む.

金標準液，原子吸光光度用　金標準原液25mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLは金(Au)0.025mgを含む.

銀標準原液　硝酸銀1.575gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLは銀(Ag)1.00mgを含む.

銀標準液，原子吸光光度用　銀標準原液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLは銀(Ag)0.01mgを含む.

原子吸光光度用亜鉛標準液　輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉を見よ.

原子吸光光度用アルミニウム標準液　アルミニウム標準液，原子吸光光度用　を見よ.

原子吸光光度用カルシウム標準液　カルシウム標準液，原子吸光光度用　を見よ.

原子吸光光度用金標準液　金標準液，原子吸光光度用　を見よ.

原子吸光光度用銀標準液　銀標準液，原子吸光光度用　を見よ．

原子吸光光度用鉄標準液　鉄標準液，原子吸光光度用　を見よ．

原子吸光光度用マグネシウム標準液　マグネシウム標準液，原子吸光光度用　を見よ．

シアン標準原液　シアン化カリウム2.5gを水に溶かし，正確に1000mLとする．この液100mLを正確に量り，4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液0.5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が赤色を呈するときとする．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.204mg CN

シアン標準液　シアン(CN)10mgに相当するシアン標準原液を正確に量り，水酸化ナトリウム試液100mL及び水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLはシアン(CN)0.01mgを含む．

シュウ酸塩pH標準液　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

硝酸標準液　硝酸カリウム0.0722gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLは窒素(N)0.01mgを含む．

水銀標準液　塩化水銀(Ⅱ)をデシケーター(シリカゲル)で6時間乾燥し，その0.0135gを正確に量り，希硝酸10mL及び水を加えて溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，希硝酸10mL及び水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLは水銀(Hg)0.1μgを含む．用時製する．

水酸化カルシウムpH標準液　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

スズ標準液　スズ0.250gを正確に量り，硫酸10mLを加え，加熱して溶かす．冷後，この液を薄めた塩酸(1→5)400mLを用いて500mLのメスフラスコに移し，薄めた塩酸(1→5)を加えて500mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めた塩酸(1→5)を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLはスズ(Sn)0.005mgを含む．

セレン標準原液　二酸化セレン1.405gを正確に量り，0.1mol/L硝酸に溶かし，正確に1000mLとする．

セレン標準液　セレン標準原液1mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLはセレン(Se)1.0μgを含む．

炭酸塩pH標準液　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

鉄標準原液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物4.840gを正確に量り，薄めた塩酸(9→25)に溶かし，正確に100mLとする．

鉄標準液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物86.3mgを正確に量り，水100mLに溶かし，希塩酸5mL及び水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLは鉄(Fe)0.01mgを含む．

鉄標準液，原子吸光光度用　鉄標準原液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．用時製する．この液1mLは鉄(Fe)0.250mgを含む．

銅標準原液　銅(標準試薬)1.000gを正確に量り，希硝酸100mLを加え，加熱して溶かす．冷後，水を加えて正確に1000mLとする．

銅標準液　銅標準原液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液1mLは銅(Cu)0.01mgを含む．

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液　ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム1.000gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム[$CH_3(CH_2)_{11}C_6H_4SO_3Na$]0.01mgを含む．

ナトリウム標準原液　塩化ナトリウム(標準試薬)を130℃で2時間乾燥し，その2.542gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLはナトリウム(Na)1.00mgを含む．

鉛標準原液　硝酸鉛(Ⅱ)159.8mgを正確に量り，希硝酸10mLに溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液の調製及び保存には可溶性鉛塩を含まないガラス容器を用いる．

鉛標準液　鉛標準原液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．用時製する．この液1mLは鉛(Pb)0.01mgを含む．

ニッケル標準液　硫酸ニッケル(Ⅱ)アンモニウム六水和物6.73gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはニッケル(Ni)0.005mgを含む．

粘度計校正用標準液　[日本工業規格，粘度計校正用標準液(Z 8809)]

pH標準液，シュウ酸塩　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

pH標準液，水酸化カルシウム　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

pH標準液，炭酸塩　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

pH標準液，フタル酸塩　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

pH標準液，ホウ酸塩　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

pH標準液，リン酸塩　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

ヒ素標準原液　ヒ素試験法〈1.11〉　を見よ．

ヒ素標準液　ヒ素試験法〈1.11〉　を見よ．

フタル酸塩pH標準液　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

フッ素標準液　酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉　を見よ．

ホウ酸塩pH標準液　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

ホウ素標準液　ホウ酸をデシケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥し，その0.286gを正確に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて1000mLとする．この液1mLはホウ素(B)0.5μgを含む．

ホルマジン乳濁原液　ヘキサメチレンテトラミン試液25mLに硫酸ヒドラジニウム試液25mLを加え，25±3℃で24時間放置後，使用する．本液は，内表面に傷のないガラス容器に保存する．調製後2箇月以内に使用する．用時よく振り混ぜて用いる．

マグネシウム標準原液　塩化マグネシウム六水和物8.365gを正確に量り，2mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとする．

マグネシウム標準液，原子吸光光度用　マグネシウム標準原液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．用時製する．この液1mLはマグネシウム(Mg)0.0100mgを含む．

水・メタノール標準液　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

メタノール標準液　メタノール試験法〈1.12〉　を見よ．

リン酸塩pH標準液　pH測定法〈2.54〉　を見よ．

リン酸標準液　リン酸二水素カリウムをデシケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥し，その0.358gを正確に量り，薄めた硫酸(3→10)10mL及び水を加えて溶かし正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLはリン酸(PO_4として)0.025mgを含む．

9.23　色の比較液

色の比較液は日本薬局方における試験において，色の比較の対照に用いるものである．

色の比較液は，次の比較原液から製する．比較原液は，次の方法によって製し，共栓瓶に保存する．色の比較液を用いて液の色を比較するには，別に規定するもののほか，ネスラー管に入れ，白色の背景を用いて側方から観察する．

塩化コバルトの色の比較原液　塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液　を見よ．

塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液　塩化コバルト(Ⅱ)六水和物65gに塩酸25mL及び水を加えて溶かし，1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液25mLを正確に量り，水75mL及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬0.05gを加え，更に液の赤紫色がだいだい黄色に変わるまで薄めたアンモニア水(28)(1→10)を滴加し，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点近くで薄めたアンモニア水(28)(1→10)0.2mLを加え，滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝2.379mg $CoCl_2 \cdot 6H_2O$

滴定によって得た数値から，1mL中に塩化コバルト(Ⅱ)六水和物($CoCl_2 \cdot 6H_2O$：237.93)59.5mgを含むように，薄めた塩酸(1→40)を加えて比較原液とする．

塩化第二鉄の色の比較原液　塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液　を見よ．

塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物55gに塩酸25mL及び水を加えて溶かし，1000mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水15mL及びヨウ化カリウム3gを加え，密栓し，暗所で15分間放置した後，水100mLを加え，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL).

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL
　＝27.03mg $FeCl_3 \cdot 6H_2O$

滴定によって得た数値から，1mL中に塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$：270.30)45.0mgを含むように，薄めた塩酸(1→40)を加えて比較原液とする．

硫酸銅の色の比較原液　硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液　を見よ．

硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液　硫酸銅(Ⅱ)五水和物65gに塩酸25mL及び水を加えて溶かし，1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液25mLを正確に量り，水75mL，塩化アンモニウム溶液(3→50)10mL，薄めたアンモニア水(28)(1→10)2mL及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬0.05gを加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が紫色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝2.497mg $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

滴定によって得た数値から，1mL中に硫酸銅(Ⅱ)五水和物($CuSO_4 \cdot 5H_2O$：249.69)62.4mgを含むように，薄めた塩酸(1→40)を加えて比較原液とする．

色の比較液　表9.23－1に示すそれぞれの色の比較原液及び水の一定量を0.1mL以下の目盛りのあるビュレット又はピペットを用いて正確に量り，混和して製する．

表9.23－1　色の比較液

色の比較液の記号	塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液(mL)	塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液(mL)	硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液(mL)	水(mL)
A	0.1	0.4	0.1	4.4
B	0.3	0.9	0.3	3.5
C	0.1	0.6	0.1	4.2
D	0.3	0.6	0.4	3.7
E	0.4	1.2	0.3	3.1
F	0.3	1.2	－	3.5
G	0.5	1.2	0.2	3.1
H	0.2	1.5	－	3.3
I	0.4	2.2	0.1	2.3
J	0.4	3.5	0.1	1.0
K	0.5	4.5	－	－
L	0.8	3.8	0.1	0.3
M	0.1	2.0	0.1	2.8
N	－	4.9	0.1	－
O	0.1	4.8	0.1	－
P	0.2	0.4	0.1	4.3
Q	0.2	0.3	0.1	4.4
R	0.3	0.4	0.2	4.1
S	0.2	0.1	－	4.7
T	0.5	0.5	0.4	3.6

試薬・試液等

9.41　試薬・試液

試薬は日本薬局方における試験に用いるものである．日本薬局方において容量分析用標準試薬，特級，1級，水分測定用などと記載したもの又は単に試薬名を記載したものは，それぞれ日本工業規格試薬の容量分析用標準物質，特級，1級，水分測定用などの規格に適合するもので，試験法は日本工業規格試薬の試験法に従う．日本薬局方の試薬名が日本工業規格と相違する場合は，これを併記する．医薬品各条と記載したものは，医薬品各条の規格に適合するものである．単に試験法を記載してある試薬については，日本薬局方の試験法を準用する．

試液は日本薬局方における試験に用いるために調製した液である．

アウリントリカルボン酸アンモニウム　アルミノン　を見よ．

亜鉛　Zn　[K 8012，特級]

亜鉛(標準試薬)　Zn　[K 8005，容量分析用標準物質]

亜鉛，ヒ素分析用　Zn　[K 8012，ひ素分析用]　粒径約800μmのものを用いる．

亜鉛，無ヒ素　亜鉛，ヒ素分析用　を見よ．

亜鉛粉末　Zn　[K 8013，窒素酸化物分析用又はひ素分析用]

亜鉛末　亜鉛粉末　を見よ．

アクリノール　アクリノール水和物　を見よ．

アクリノール水和物　$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$　[医薬品各条]

アクリルアミド　$CH_2CHCONH_2$　白色～微黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　83～87℃

含量　97.0%以上．

アコニチン，純度試験用　$C_{34}H_{47}NO_{11}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリル又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約185℃(分解)．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3500cm^{-1}，1718cm^{-1}，1278cm^{-1}，1111cm^{-1}，1097cm^{-1}及び717cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(230nm)：211～243　(5mg，エタノール(99.5)，200mL)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品5.0mgをアセトニトリル2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品5.0mgをアセトニトリル5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のアコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(9：1)

流量：アコニチンの保持時間が約26分になるように調整する．

面積測定範囲：アコニチンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たアコニチンのピーク面積が標準溶液10μLから得たアコニチンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ1mg並びに純度試験用ジェサコニチン8mgをアセトニトリル200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アコニチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

水分〈2.48〉　1.0%以下(5mg，電量滴定法)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

アサリニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{18}O_6$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：118～122℃

確認試験　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長234～238nm及び285～289nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液1μLにつき，「小青竜湯エキス」の確認試験(7)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

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

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

純度試験　類縁物質　本品2mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の(*E*)－アサロン以外のピークの合計面積は，標準溶液の(*E*)－アサロンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ソヨウ」の定量法の試験条件を準用する．

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

システム適合性

システムの性能は「ソヨウ」の定量法のシステム適合性を準用する．

亜酸化窒素　N_2O　無色の気体で，においはない．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いる．

アジ化ナトリウム　NaN_3　[K 9501，特級]

亜ジチオン酸ナトリウム　$Na_2S_2O_4$　白色～灰白色の結晶性の粉末で，強い刺激臭がある．水分，空気中の酸素により分解する．

確認試験

（1）　本品0.5gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．この

液10mLに硫酸銅(Ⅱ)試液1mLを加えるとき，液は灰褐色を呈する．

（2）　(1)の試料溶液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

貯法　遮光した気密容器．

アジピン酸　$C_4H_8(COOH)_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　151～154℃

含量　98.0％以上．　**定量法**　本品約1gを精密に量り，水100mLを加え，加温して溶かし，冷後，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝73.07mg $C_6H_{10}O_4$

アジマリン，定量用　$C_{20}H_{26}N_2O_2$　[医薬品各条，「アジマリン」ただし，乾燥したものを定量するとき，アジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)99.0％以上を含むもの]

亜硝酸カリウム　KNO_2　白色～微黄色の結晶性の粉末で，潮解性がある．

確認試験

（1）　本品1gを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLに硫酸1mLを加えるとき，黄褐色のガスを生じる．

（2）　(1)の試料溶液はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

貯法　遮光した気密容器．

亜硝酸ナトリウム　$NaNO_2$　[K 8019，特級]

亜硝酸ナトリウム試液　亜硝酸ナトリウム10gを水に溶かし，100mLとする．用時製する．

アスコルビン酸　L－アスコルビン酸　を見よ．

L－アスコルビン酸　$C_6H_8O_6$　[K 9502，L(＋)－アスコルビン酸，特級]

アスコルビン酸，鉄試験用　L－アスコルビン酸　を見よ．

アスコルビン酸・塩酸試液，0.012g/dL　L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.012g/dL　を見よ．

アスコルビン酸・塩酸試液，0.02g/dL　L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.02g/dL　を見よ．

アスコルビン酸・塩酸試液，0.05g/dL　L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.05g/dL　を見よ．

L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.012g/dL　L－アスコルビン酸15mgをメタノール25mLに溶かし，塩酸100mLを注意して加え，混和する．用時製する．

L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.02g/dL　L－アスコルビン酸25mgをメタノール25mLに溶かし，塩酸100mLを注意して加え，混和する．用時製する．

L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.05g/dL　L－アスコルビン酸50mgをメタノール30mLに溶かし，注意して塩酸を加えて100mLとする．用時製する．

アストラガロシドⅣ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{41}H_{68}O_{14}$　白色の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋19～＋26°(10mg，メタノール，2mL，50mm)．ただし，シリカゲルを乾燥剤として24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液5μLにつき，「補中益気湯エキス」の確認試験(4)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

アスパラギン酸　L－アスパラギン酸　を見よ．

DL－アスパラギン酸　$C_4H_7NO_4$　白色の結晶性の粉末で，水にやや溶けにくい．融点：270～271℃

L－アスパラギン酸　$C_4H_7NO_4$　[K 9045，特級]

アスピリン　$C_9H_8O_4$　[医薬品各条]

アセタール　$C_6H_{14}O_2$　無色澄明で，揮発性の液である．本品は水又はエタノール(95)と混和する．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：約1.382

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：約0.824

沸点〈*2.57*〉　約103℃

アセチルアセトン　$CH_3COCH_2COCH_3$　[K 8027，特級]

アセチルアセトン試液　酢酸アンモニウム150gを適量の水に溶かし，酢酸(100)3mL及びアセチルアセトン2mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．用時製する．

アセチレン　溶解アセチレン　を見よ．

***p*－アセトアニシジド**　$C_9H_{11}NO_2$　白色～帯紫白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　126～132℃

含量　98.0％以上．　**定量法**　本品0.1gをエタノール(95)5mLに溶かす．この液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．得られたガスクロマトグラムにつき，自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$含量(\%)=\frac{p\text{－アセトアニシジドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}}\times 100$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステルを酸処理及びシラン処理した177～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1％の割合で破覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：毎分30～50mLの間の一定量で*p*－アセトアニシジドの保持時間が11～14分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から*p*－アセトアニシジドの保持時間の3倍の範囲．

アセトアニリド　C_8H_9NO　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　114～117℃

2－アセトアミドグルタルイミド　$C_7H_{10}N_2O_3$：170.17

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3350cm^{-1}，1707cm^{-1}，1639cm^{-1}及び1545cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，「アセグルタミドアルミニウ

ム」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき，2－アセトアミドグルタルイミド以外のピーク面積の合計は標準溶液のピーク面積より大きくない．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約20mgを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005mol/L硫酸1mL＝0.8509mg $C_7H_{10}N_2O_3$

アセトアミノフェン　$C_8H_9NO_2$　[医薬品各条]

アセトアルデヒド　CH_3CHO　[K 8030，1級]

アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用　CH_3CHO　無色澄明で，可燃性の液である．本品は水又はエタノール(95)と混和する．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：約1.332

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：約0.788

沸点〈*2.57*〉　約21℃

アセトアルデヒド，定量用　CH_3CHO　アセトアルデヒド100mLを減圧蒸留し，初めの留液20mLを除き，次の留液をとり，用いる．用時製する．

アセトニトリル　CH_3CN　[K 8032，特級]

アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用　CH_3CN　無色澄明の液で水と混和する．

純度試験　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長200nmで0.07以下，210nmで0.046以下，220nmで0.027以下，230nmで0.014以下及び240nmで0.009以下である．

アセトリゾン酸　$C_9H_6I_3NO_3$　白色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品60mgをメグルミン溶液(3→1000)に溶かし，100mLとする．この液10mLをとり，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液5μLにつき，「アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液」の定量法を準用し，試験を行うとき，主ピーク以外にピークを認めない．

アセトン　CH_3COCH_3　[K 8034，特級]

アセトン，生薬純度試験用　CH_3COCH_3　[K 8034，アセトン，特級]　ただし，アセトン300.0mLを量り，減圧，40℃以下で濃縮し，アセトンを加えて正確に1mLとし，試料溶液とする．別にγ－BHC2.0mgを生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)1μLずつを正確にとり，次の操作条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のγ－BHCのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈*5.01*〉の純度試験(2)の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)1μLから得たγ－BHCのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)1μLから得たγ－BHCのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からγ－BHCの保持時間の約3倍の範囲

アセトン，非水滴定用　アセトンに過マンガン酸カリウムを少量ずつ加えて振り混ぜ，2～3日放置して紫色が消えなくなった後に蒸留する．留液に新たに焼いた炭酸カリウムを加えて脱水し，分留管を付け，湿気を避けて蒸留し，56℃の留分を集める．

アセナフテン　$C_{12}H_{10}$　白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異な芳香がある．クロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により測定するとき，波数1605cm^{-1}，840cm^{-1}，785cm^{-1}及び750cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　93～96℃

純度試験　本品0.10gをクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液とする．この液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりアセナフテンの量を求めるとき，98.0%以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：アセナフテンの保持時間が約8分になるように調整する．

検出感度：試料溶液1.0mLにクロロホルムを加えて100mLとした液2μLから得たアセナフテンのピーク高さがフルスケールの5～15%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセナフテンの保持時間の約3倍の範囲

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

アセメタシン　$C_{21}H_{18}ClNO_6$　[医薬品各条]

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

純度試験　類縁物質　本品40mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセメタシン以外のピークの面積は，標準溶液のアセメタシンのピーク面積の1/2より大きくない．また，試料溶液のアセメタシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアセメタシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「アセ

メタシン錠」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アセメタシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たアセメタシンのピーク面積が，標準溶液のアセメタシンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの性能：アセメタシン75mg及びインドメタシン75mgをメタノール50mLに溶かす．この液4mLにパラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液(1→250)1mLを加え，更にメタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセメタシン，インドメタシン，パラオキシ安息香酸ヘキシルの順に溶出し，アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンとパラオキシ安息香酸ヘキシルの分離度は，それぞれ3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アセメタシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

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

亜セレン酸　H_2SeO_3　無色～白色の結晶で吸湿性がある．

確認試験

（1）　本品0.2gを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLに塩化スズ(Ⅱ)試液2mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の試料溶液10mLに薄めた塩酸(2→3)1mL及びヨウ化カリウム試液1mLを加えるとき，液は褐色を呈する．

貯法　遮光した気密容器．

亜セレン酸・硫酸試液　亜セレン酸50mgを硫酸10mLに溶かす．

亜セレン酸ナトリウム　Na_2SeO_3　白色の結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品1gを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLに塩化スズ(Ⅱ)試液2mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の試料溶液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

貯法　遮光した気密容器．

亜テルル酸カリウム　K_2TeO_3　本品は二酸化テルルと炭酸カリウムの当モル混合物を二酸化炭素気流中で融解して得られる白色の粉末又は小塊である．本品は水にやや溶けやすい．

含量　90.0%以上．　**定量法**　本品約1.0gを精密に量り，水100mLに溶かした後，薄めた酢酸(31)(1→3)5mLを加えて煮沸する．冷後，るつぼ形ガラスろ過器(1G4)[105±2℃で1時間乾燥し，恒量としたもの(b(g))]で吸引ろ過する．ろ過後，水で洗浄し，ガラスろ過器を110℃で3時間乾燥後，質量a(g)を量る．

亜テルル酸カリウム(K_2TeO_3)の量(%)

$$= \frac{(a-b)\times 1.5902}{S}\times 100$$

S：本品の秤取量(g)

アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{20}O_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：193～196℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長217～221nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール10mLに溶かした液2μLにつき，「加味逍遙散エキス」の確認試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

アトロピン硫酸塩水和物　$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O　[医薬品各条]

アトロピン硫酸塩水和物，定量用　$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O　[医薬品各条，「アトロピン硫酸塩水和物」ただし，乾燥したものを定量するとき，アトロピン硫酸塩[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4]99.0%以上を含むもの]

アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O　定量用アトロピン硫酸塩水和物　ただし，その50mgをとり，エタノール(95)に溶かして10mLとし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉によって試験を行う．試料溶液50μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ジエチルアミン混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めないもの．

***p*－アニスアルデヒド**　4－メトキシベンズアルデヒド　を見よ．

***p*－アニスアルデヒド・酢酸試液**　4－メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液　を見よ．

***p*－アニスアルデヒド・硫酸試液**　4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液　を見よ．

14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用　$C_{33}H_{47}NO_{11}$・HCl・xH_2O　白色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．融点：約210℃(分解)．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(258nm)：276～294(脱水物に換算したもの5mg，メタノール，200mL)．

純度試験

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

（2）　類縁物質　本品5.0mgを移動相5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の14－アニソイルアコニン以外のピークの合計面積は，標準溶液の14－アニソイルアコニンのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

面積測定範囲：14－アニソイルアコニンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得た14－アニソイルアコニンのピーク面積が，標準溶液の14－アニソイルアコニンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

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

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

アニソール　C_7H_8O　無色の液体である．沸点：約155℃

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.995～1.001

アニリン　$C_6H_5NH_2$　[K 8042，特級]

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

アプロチニン　健康なウシの肺又は耳下腺から抽出して得たアプロチニンを含む無色澄明の液で，pHは5.0～7.0である．

含量　1mL中アプロチニン15000～25000KIE単位を含む．

定量法

(i)　トリプシン溶液　結晶トリプシンの表示されたFIP単位に従いトリプシン約250FIP単位に対応する量を量り，0.001mol/L塩酸試液を加えて溶かし，正確に10mLとする．用時調製し，氷冷保存する．

(ii)　試料溶液　本品の適量を量り，pH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加え，その1mL中に800KIE単位を含むように薄め，試料溶液とする．

(iii)　装置　反応容器は内径20mm，高さ50mmのガラス製瓶で，pH測定用のガラス／銀－塩化銀電極，窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする．反応容器を恒温槽に固定する．恒温槽は精密な温度調節器を用い，浴温を25±0.1℃に保つ．

(iv)　操作法　*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル試液5.0mLにpH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液45.0mLを加えて基質溶液とする．次にトリプシン溶液1mLを正確に量り，pH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に10mLとし，試験溶液Ⅰとする．基質溶液10.0mLをとり，反応容器に入れ，窒素を通じてかき混ぜながら，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加して液のpHを8.00に調整し，あらかじめ試験温度で10分間放置した試験溶液Ⅰを正確に1mL加え，直ちにかき混ぜながら反応液のpHを8.00に保つように50μLのマイクロピペット(最小目盛1μL)を用い，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し，pHが8.00に達したときの0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める．この操作は6分まで行う．別にトリプシン溶液2mL及び試料溶液1mLをそれぞれ正確に量り，pH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に10mLとし，試験溶液Ⅱとする．基質溶液10.0mLをとり，反応容器に入れ，窒素を通じてかき混ぜながら，液のpHを8.00に調整し，あらかじめ試験温度で10分間放置した試験溶液Ⅱを正確に1mL加え，以下同様の操作を行う．また，別に基質溶液10.0mLをとり，反応容器に入れ，窒素を通じてかき混ぜながら，液のpHを8.00に調整し，あらかじめ試験温度で10分間放置したpH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液1.0mLを加え，以下同様の操作で空試験を行う．

(v)　計算法　0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(μL)を反応時間(分)に対しプロットし，直線となる反応時間t_1及びt_2を選び，これに対応する0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量をv_1及びv_2とし，それぞれの1分間に消費される水酸化ナトリウムのμmol数をDとする．

$$D\,(\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times \frac{1}{10} \times f$$

f: 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

本品1mL中のKIE単位数

$$= \frac{2(D_A - D_0) - (D_B - D_0)}{L} \times n \times 32.5$$

L：試験溶液Ⅱに加えた試料溶液の量(mL)

n：本品の希釈係数

D_A：試験溶液Ⅰを用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

D_B：試験溶液Ⅱを用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

D_0：空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

32.5：FIP 単位から KIE 単位への換算係数

ただし，1KIE単位とはpH8，室温，2時間でカリジノゲナーゼ2単位の効力を半減させるアプロチニン量とする．

貯法　遮光した密封容器に入れ，冷所に保存する．

アプロチニン試液　アプロチニンの適量を量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中に50KIE単位を含む溶液を調製する．

α－アポオキシテトラサイクリン　$C_{22}H_{22}N_2O_8$　黄褐色～緑色の粉末である．

融点〈2.60〉　200～205℃

β－アポオキシテトラサイクリン　$C_{22}H_{22}N_2O_8$　黄褐色～褐色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品8mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験(2)を準用し，試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面

積百分率法によりそれらの量を求めるとき，β－アポオキシテトラサイクリン以外のピークの合計量は10%以下である．

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

アミグダリン，成分含量測定用　アミグダリン，定量用　を見よ．

アミグダリン，定量用　$C_{20}H_{27}NO_{11}$　アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(263nm)：5.2～5.8(20mg，メタノール，20mL)．ただし，別途水分〈*2.48*〉を測定し(5mg，電量滴定法)，脱水物換算する．

純度試験　類縁物質　本品5mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアミグダリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアミグダリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「桂枝茯苓丸エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アミグダリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「桂枝茯苓丸エキス」の定量法(3)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たアミグダリンのピーク面積が，標準溶液のアミグダリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{27}NO_{11}$　白色の粉末で，においはない．水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験　本品のメタノール溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長250～254nm，255～259nm，261～265nm及び267～271nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品5mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「トウニン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

6－アミジノ－2－ナフトールメタンスルホン酸塩　$C_{11}H_{10}N_2O$・CH_4O_3S　白色～微黄色の結晶性の粉末である．融点：約233℃(分解)．

純度試験　本品0.5gをメタノール10mLに溶かすとき，液は澄明である．

アミドトリゾ酸，定量用　$C_{11}H_9I_3N_2O_4$　[医薬品各条，「アミドトリゾ酸」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，アミドトリゾ酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)99.0%以上を含むもの]

アミド硫酸(標準試薬)　$HOSO_2NH_2$　[K 8005，容量分析用標準物質]

アミド硫酸アンモニウム　$NH_4OSO_2NH_2$　[K 8588，特級]

アミド硫酸アンモニウム試液　アミド硫酸アンモニウム1gを水に溶かし，40mLとする．

4－アミノアセトフェノン　$H_2NC_6H_4COCH_3$　淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

融点〈*2.60*〉　105～108℃

***p*－アミノアセトフェノン**　4－アミノアセトフェノン　を見よ．

4－アミノアセトフェノン試液　4－アミノアセトフェノン0.100gをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．

***p*－アミノアセトフェノン試液**　4－アミノアセトフェノン試液　を見よ．

4－アミノ安息香酸　$H_2NC_6H_4COOH$　本品は白色～ごく微黄色の結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品0.1gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明である．

***p*－アミノ安息香酸**　4－アミノ安息香酸　を見よ．

4－アミノ安息香酸イソプロピル　$H_2NC_6H_4COOCH(CH_3)_2$　微褐色の結晶である．

融点〈*2.60*〉　83～86℃

***p*－アミノ安息香酸イソプロピル**　4－アミノ安息香酸イソプロピル　を見よ．

アミノ安息香酸エチル　$C_9H_{11}NO_2$　[医薬品各条]

アミノ安息香酸誘導体化試液　アミノ安息香酸エチル0.28gにメタノール600μLを加え，約50℃に加温して溶かし，酢酸170μL及びボラン－ピリジン錯体145μLを加える．

4－アミノアンチピリン　$C_{11}H_{13}N_3O$　[K 8048，特級]

4－アミノアンチピリン試液　4－アミノアンチピリン0.1gを水30mLに溶かし，炭酸ナトリウム十水和物溶液(1→5)10mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加え，更に水を加えて全量を100mLとする．用時製する．

4－アミノアンチピリン塩酸塩　$C_{11}H_{13}N_3O$・HCl　淡黄色の結晶性の粉末で水に溶ける．融点：232～238℃(分解)．

純度試験　溶状　本品1gを水25mLに溶かすとき，ほとんど澄明である．

含量　100.6～108.5%．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，必要ならば0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和し(指示薬：赤色リトマス紙)，ジクロロフルオレセイン試液4滴を加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝23.97mg $C_{11}H_{13}N_3O$・HCl

4－アミノアンチピリン塩酸塩試液　4－アミノアンチピリン塩酸塩1gを水に溶かし，50mLとする．

2－アミノエタノール　$H_2NCH_2CH_2OH$　[K 8109，特級]

2－アミノエタンチオール塩酸塩　$H_2NCH_2CH_2SH$・HCl　白色の結晶又は粒状．

融点〈*2.60*〉　65～71℃

3－(2－アミノエチル)インドール　$C_{10}H_{12}N_2$　黄褐色の結晶．

融点〈*2.60*〉　約118℃

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

2－アミノ－5－クロロベンゾフェノン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{13}H_{10}ClNO$　黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　97～101℃

純度試験　類縁物質　本品10mgをとり，メタノールに溶かし，正確に200mLとした液につき，「クロルジアゼポキシド」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.7の主スポット以外のスポットを認めない．

アミノ酸分析用無水ヒドラジン　無水ヒドラジン，アミノ酸分析用　を見よ．

4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩－水和物　$H_2NC_6H_4N(C_2H_5)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$　白色～わずかに着色した粉末で，水に溶ける．

融点〈2.60〉　173～176℃

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩試液　4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩一水和物0.2gを水に溶かし，100mLとする．光を避け，用時製する．

L－2－アミノスベリン酸　$C_8H_{15}NO_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋19.1　～　＋20.1°(乾燥後，0.1g, 5mol/L塩酸試液，100mm).

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，105℃，2時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸6mLを正確に加えて溶かした後，酢酸(100)50mLを正確に加え，0.1mol/L過塩素酸で，滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.92mg $C_8H_{15}NO_4$

1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸　$C_{10}H_9NO_4S$　[K 8050，特級]

1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液　無水亜硫酸ナトリウム5g，亜硫酸水素ナトリウム94.3g及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸0.7gをよく混合する．用時この混合試薬1.5gを水に溶かし，10mLとする．

2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール　$C_4H_{11}NO_3$　[K 9704，特級]

2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール塩酸塩　$C_4H_{11}NO_3 \cdot HCl$　白色の結晶又は結晶性粉末．

アミノピリン　$C_{13}H_{17}N_3O$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　107～109℃

3－アミノフェノール　$H_2NC_6H_4OH$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　121～125℃

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，非水滴定用酢酸50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.91mg $H_2NC_6H_4OH$

***m*－アミノフェノール**　3－アミノフェノール　を見よ．

4－アミノフェノール塩酸塩　$HOC_6H_4NH_2 \cdot HCl$　白色又はわずかに着色した結晶で，水又はエタノール(95)に溶けやすい．融点：約306℃(分解).

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.17gを精密に量り，非水滴定用酢酸50mL及び非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液5mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液1mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝14.56mg C_6H_8NOCl

貯法　遮光した気密容器．

2－アミノ－1－ブタノール　$CH_3CH_2CH(NH_2)CH_2OH$　無色～淡黄色澄明の液で，水又はメタノールに混和する．

屈折率〈2.45〉　n_{20}^{20}：1.450～1.455

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.944～0.950

純度試験　類縁物質　本品50mgをとり，メタノール10mLを正確に加えて混和した液2μLにつき，「エタンブトール塩酸塩」の純度試験(4)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用　前処理用に製造したもの．

***N*－アミノヘキサメチレンイミン**　$(CH_2)_6NNH_2$　無色～微黄色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.482～1.487

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.936～0.942

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

4－アミノメチル安息香酸　$C_8H_9NO_2$　白色の粉末である．

純度試験　本品10mgを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，「トラネキサム酸」の純度試験(5)の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の4－アミノメチル安息香酸以外のピークの各々の面積は標準溶液の4－アミノメチル安息香酸のピーク面積より大きくない．

1－アミノ－2－メチルナフタレン　$C_{11}H_{11}N$　微黄色～微褐色の固体又は液体である．

2－アミノメチルピペリジン　$C_6H_{14}N$　無色～淡黄色の澄明な液体で，アミン様の特異なにおいがある．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数3280cm^{-1}，1600cm^{-1}，1440cm^{-1}，1120cm^{-1}及び840cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品0.8μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，2－アミノメチルピペリジン以外のピークの合計面積は1.5%以下である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20M及び水酸化カリウムを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ10%及び2%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：初期温度を100℃とし，注入後200℃まで毎分10℃で昇温する．

キャリヤーガス：窒素

流量：2－アミノメチルピペリジンの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：2－アミノメチルピペリジンの保持時間の約2倍の範囲

4－アミノ酪酸　$H_2NCH_2CH_2CH_2COOH$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約200℃(分解).

***n*－アミルアルコール**　$CH_3(CH_2)_4OH$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．水にやや溶けにくい．エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.409～1.411

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：0.810～0.820

蒸留試験〈*2.57*〉　135～140℃，95vol%以上.

***t*－アミルアルコール**　$(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_3$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．*t*－ブタノール又は2－ブタノンと混和し，水に溶けやすい．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.808～0.815

純度試験　酸及びエステル　本品20mLにエタノール(95)20mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液5.0mLを加え，これに還流冷却器を付け，水浴中で10分間穏やかに加熱する．冷後，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行うとき，0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は1.25mL以下である．

蒸発残留物　本品50mLを蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.6mg以下である．

蒸留試験〈*2.57*〉　100～103℃，95vol%以上.

アミルアルコール，イソ　3－メチル－1－ブタノール　を見よ．

アミルアルコール，第三　*t*－アミルアルコール　を見よ．

アモキシシリン　アモキシシリン水和物　を見よ．

アモキシシリン水和物　$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$　[医薬品各条]

アモスラロール塩酸塩，定量用　$C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$　[医薬品各条，「アモスラロール塩酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

アラセプリル　$C_{20}H_{26}N_2O_5S$　[医薬品各条]

アラセプリル，定量用　$C_{20}H_{26}N_2O_5S$　[医薬品各条，「アラセプリル」ただし，乾燥したものを定量するとき，アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)99.0%以上を含むもの]

L－アラニン　$C_3H_7NO_2$　[K 9101，特級]

β－アラニン　$C_3H_7NO_2$　無色の結晶又は白色の結晶性粉末で，水に溶けやすく，メタノールに極めて溶けにくく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品5.0mgをとり，薄めたメタノール(4→5)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(4→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(5：2：2)を展開溶媒として約8cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

L－アラビノース　$C_5H_{10}O_5$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　155～160℃

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋103.0～＋105.5°　本品を105℃で2時間乾燥し，その約5gを精密に量り，水30mLに溶かし，アンモニア試液0.4mLを加え，水を加えて正確に50mLとする．この液を1時間放置し，層長100mmで測定する．

アリザリンS　アリザリンレッドS　を見よ．

アリザリンS試液　アリザリンレッドS試液　を見よ．

アリザリンエローGG　$C_{13}H_8N_3NaO_5$　[K 8056，特級]

アリザリンエローGG試液　アリザリンエローGG 0.1gをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液　アリザリンエローGG試液10mLにチモールフタレイン試液20mLを混和する．

アリザリンコンプレキソン　$C_{19}H_{15}NO_8$(1,2－ジヒドロキシアントラキノン－3－イルメチルアミン－*N,N*－ジ酢酸)　黄褐色の粉末で，アンモニア試液にやや溶けやすく，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

感度　本品0.1gにアンモニア水(28)2滴，酢酸アンモニウム試液2滴及び水20mLを加えて溶かし，その10mLにpH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液を加えて100mLとする．この液1滴を白色の滴板上にとり，フッ化ナトリウム溶液(1→100000)1滴及び硝酸セリウム(Ⅲ)試液1滴を加えてかき混ぜ，1分後，散光のもとで観察するとき，液は青紫色を呈し，比較液は赤紫色である．比較液はフッ化ナトリウム溶液の代わりに水1滴を加え，同様に操作したものを用いる．

アリザリンコンプレキソン試液　アリザリンコンプレキソン0.390gを新たに製した水酸化ナトリウム溶液(1→50)20mLに溶かし，水800mL及び酢酸ナトリウム三水和物0.2gを加えて溶かした後，1mol/L塩酸を加えてpHを4～5に調整し，水を加えて1000mLとする．

アリザリンレッドS　$C_{14}H_7NaO_7S$　[K 8057，特級]

アリザリンレッドS試液　アリザリンレッドS 0.1gを水に溶かし，100mLとし，必要ならばろ過する．

アリストロキア酸Ⅰ，生薬純度試験用　$C_{17}H_{11}NO_7$　黄色の結晶性の粉末である．融点：約280℃(分解).

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$(318nm)：384～424(1mg，メタノール，100mL).

純度試験　類縁物質　本品1.0mgを薄めたメタノール(3→4)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(3→4)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアリストロキア酸Ⅰ以外のピークの合計面積は，標準溶液のアリストロキア酸Ⅰのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サイシン」の純度試験(4)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアリストロキア酸

Ｉの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

「サイシン」の純度試験(4)のシステム適合性を準用する．

アリソールA，薄層クロマトグラフィー用　$C_{30}H_{50}O_5$　白色～微黄色の粉末である．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋86～＋106°(5mg，メタノール，1mL，50mm)．ただし，シリカゲルを乾燥剤として24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液5μLにつき，「柴苓湯エキス」の確認試験(6)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

亜硫酸水　SO_2として5%以上を含む無色澄明の液体で，刺激臭がある．密度：約1.03g/mL.

確認試験　ヨウ素試液1mLに水20mLを加えた液に，本品1mLを加えるとき，液の色は消える．次いでこの液に塩化バリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

貯法　冷所に保存する．

亜硫酸水素ナトリウム　[K 8059，特級]

亜硫酸水素ナトリウム試液　亜硫酸水素ナトリウム10gを水に溶かし，30mLとする．用時製する．

亜硫酸ナトリウム　亜硫酸ナトリウム七水和物　を見よ．

亜硫酸ナトリウム，無水　Na_2SO_3　[K 8061，亜硫酸ナトリウム，特級]

亜硫酸ナトリウム七水和物　$Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$　[K 8060，特級]

亜硫酸ナトリウム試液，1mol/L　無水亜硫酸ナトリウム1.26gを水に溶かし，10mLとする．

亜硫酸ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液　無水亜硫酸ナトリウム1.26gを水100mLに溶かした液1.5mLに，リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56gを水100mLに溶かした液98.5mLを加える．用時製する．

亜硫酸ビスマス・インジケーター　微生物試験用に製造したもの．

アルカリ性1,3－ジニトロベンゼン試液　1,3－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性*m*－ジニトロベンゼン試液　1,3－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性銅試液　銅試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性銅試液(2)　銅試液(2)，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性銅溶液　銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性を見よ．

アルカリ性2,4,6－トリニトロフェノール試液　2,4,6－トリニトロフェノール試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性ピクリン酸試液　2,4,6－トリニトロフェノール試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性ヒドロキシルアミン試液　ヒドロキシルアミン試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性フェノールフタレイン試液　アルコール数測定法〈1.01〉　を見よ．

アルカリ性フェリシアン化カリウム試液　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液　ブルーテトラゾリウム試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性ホスファターゼ　ホスファターゼ，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性ホスファターゼ試液　ホスファターゼ試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ性硫酸銅試液　硫酸銅(Ⅱ)試液，アルカリ性　を見よ．

アルカリ銅試液　リン酸水素二ナトリウム十二水和物70.6g，酒石酸ナトリウムカリウム四水和物40.0g及び無水硫酸ナトリウム180.0gを水600mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→5)20mLを加える．この液にかき混ぜながら硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(2→25)100mL及び0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液33.3mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．

L－アルギニン　$C_6H_{14}N_4O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋26.9～＋27.9°(乾燥後，4g，6mol/L塩酸試液，50mL，200mm)．

乾燥減量〈2.41〉　0.50%以下(1g，105℃，3時間)．

含量　98.0～102.0%．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液10滴)．ただし，滴定の終点は液の黄褐色が黄色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝8.710mg $C_6H_{14}N_4O_2$

L－アルギニン塩酸塩　$C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$　[医薬品各条]

アルキレングリコールフタル酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

アルコール数測定用エタノール　アルコール数測定法〈1.01〉を見よ．

アルシアンブルー8GX　$C_{56}H_{68}Cl_{14}CuN_{16}S_4$　暗い青紫色の粉末である．

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

アルセナゾⅢ　$C_{22}H_{18}As_2N_4O_{14}S_2$　[K 9524，特級]

アルセナゾⅢ試液　アルセナゾⅢ 0.1gを水に溶かし，50mLとする．

アルデヒドデヒドロゲナーゼ　本品1mgは酵素活性2単位以上を含む．白色粉末である．

定量法　本品約20mgを精密に量り，水1mLに溶かし，氷冷したウシ血清アルブミン溶液(1→100)を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．吸光度測定用セルにpH9.0のピロリン酸塩緩衝液2.50mL，β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド(β－NAD)20.0mgを水に溶かして正確に1mLとした液0.20mL，ピラゾール溶液(17→2500)0.10mL及び試料溶液0.10mLを入れ，かき混ぜた後，密栓して25±1℃で2分間放置する．この液にアセトアルデヒド溶液(3→1000)0.01mLを加えてかき混ぜた後，密栓し，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長340nmにおける吸光度を30秒ごとに測定し，時間と吸光度の関係が直線を示す部分より1分間当たりの吸光度の変化(Δ*A*)を求める．その酵素活性の単位は，操作法の条件で試験するとき，1分間に1μmolのア

セトアルデヒドを酸化させる酵素量を1単位とする．

本品中の酵素活性の単位(単位/mg)

$$= \frac{2.91 \times \Delta A \times 200}{6.3 \times M \times 0.10 \times 1000}$$

M：本品の秤取量(g)

アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液　アルデヒドデヒドロゲナーゼ70単位に相当する量を水10mLに溶かす．用時製する．

RPMI－1640粉末培地　1L当たり塩化ナトリウム6g，塩化カリウム400mg，無水リン酸二水素ナトリウム800mg，硝酸カルシウム100mg，硫酸マグネシウム49mg，デキストロース2g，L－アルギニン200mg，グルタチオン1mg，L－イソロイシン50mg，L－フェニルアラニン15mg，L－トリプトファン5mg，ビオチン0.2mg，ニコチンアミド1mg，チアミン塩酸塩1mg，L－グルタミン300mg，L－アスパラギン56.8mg，グリシン10mg，L－ロイシン50mg，L－プロリン20mg，L－チロシン20mg，D－パントテン酸カルシウム0.25mg，シアノコバラミン5μg，アミノ安息香酸1mg，L－アスパラギン酸20mg，L－ヒスチジン15mg，L－リシン塩酸塩40mg，L－セリン30mg，L－バリン20mg，葉酸1mg，ピリドキシン塩酸塩1mg，L－グルタミン酸20mg，L－ヒドロキシプロリン20mg，L－メチオニン15mg，L－トレオニン20mg，コリン塩化物3mg，*i*－イノシトール35mg，リボフラビン0.2mg，L－シスチン59mg，フェノールレッド5mgを含有する細胞培養用培地．

アルビフロリン　$C_{23}H_{28}O_{11}$・xH_2O　白色の粉末で，においはない．水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験　本品の薄めたメタノール(1→2)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230～234nmに吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質1　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液10μLにつき，「シャクヤク」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.2の主スポット以外のスポットを認めない．

（2）　類縁物質2　本品1mgを量り，薄めたメタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「シャクヤク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりペオニフロリンの保持時間の2倍まで試験を行う．試料溶液のアルビフロリン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピークの1／10より大きくない．

アルブチン，成分含量測定用　アルブチン，定量用　を見よ．

アルブチン，定量用　$C_{12}H_{16}O_7$・xH_2O　アルブチン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(280nm)：70～76(4mg，水，100mL)．ただし，デシケーター(減圧，シリカゲル)で12時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品40mgを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルブチン以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のアルブチンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ウワウルシ」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)10μLから得たアルブチンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)10μLから得たアルブチンのピーク高さがフルスケールの約20%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルブチンの保持時間の約3倍の範囲

アルブチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{12}H_{16}O_7$・xH_2O　無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸エチル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　199～201℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，エタノール(95)／水混液(7：3)1mLを正確に加えて溶かした液20μLにつき，「ウワウルシ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

アルブミン試液　新鮮なニワトリの卵1個から注意して卵白を分取し，水100mLを加え，よく振り混ぜて卵白が水と混和した後，ろ過する．用時製する．

アルミニウム　Al　[K 8069，特級]

アルミノプロフェン，定量用　$C_{13}H_{17}NO_2$　[医薬品各条，「アルミノプロフェン」ただし，乾燥したものを定量するとき，アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)99.5%以上を含むもの]

アルミノン　$C_{22}H_{23}N_3O_9$　[K 8011，特級]

アルミノン試液　アルミノン0.1gを水に溶かし，100mLとする．24時間放置した後に用いる．

アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用　$C_8H_{13}NO_2$・HBr　白色の結晶で水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉169～171℃

純度試験　類縁物質　本品5mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液10μLにつき，「ビンロウジ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

アレンドロン酸ナトリウム水和物　$C_4H_{12}NNaO_7P_2$・$3H_2O$　[医薬品各条]

アロプリノール　$C_5H_4N_4O$　[医薬品各条]

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

安息香酸　C_6H_5COOH　[K 8073，特級]

安息香酸イソアミル　$C_{12}H_{16}O_2$

比重〈2.56〉　d^{15}_{4}：0.993

沸点〈2.57〉　260～262℃

安息香酸イソプロピル　$C_6H_5COOCH(CH_3)_2$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉　n^{20}_{D}：1.490～1.498

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.008～1.016

安息香酸エチル　$C_6H_5COOC_2H_5$　無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.502～1.507

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.045～1.053

安息香酸コレステロール　$C_{34}H_{50}O_2$　白色の結晶性の粉末である．融点：145～152℃

安息香酸ナトリウム　$C_7H_5NaO_2$　[医薬品各条]

安息香酸フェニル　$C_6H_5COOC_6H_5$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　68～70℃

純度試験　溶状　本品1.0gをメタノール20mLに溶かすとき，液は澄明である．

安息香酸ブチル　$C_6H_5COOCH_2CH_2CH_2CH_3$　無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.495～1.500

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.006～1.015

安息香酸プロピル　$C_6H_5COOC_3H_7$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.498～1.503

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.022～1.027

安息香酸ベンジル　$C_6H_5COOCH_2C_6H_5$　無色の油状の液体である．凝固点：約18℃，沸点：約323℃

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.118～1.123

貯法　遮光した気密容器．

安息香酸メチル　$C_6H_5COOCH_3$　無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.515～1.520

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.087～1.095

純度試験　本品0.1mLを「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の移動相に溶かし，50mLとする．この液10μLにつき，「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約2倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により安息香酸メチルの量を求めるとき，99.0%以上である．

安息香酸メチル，エストリオール試験用　$C_6H_5COOCH_3$　本品は無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.515～1.520

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.087～1.095

酸価〈1.13〉　0.5以下．

アンチトロンビンⅢ　白色の粉末である．

水分〈2.48〉　5%以下．

含量　表示量の80～130%

アンチトロンビンⅢ試液　アンチトロンビンⅢ 10単位を水10mLに溶かす．

アンチピリン　$C_{11}H_{12}N_2O$　[医薬品各条]

アントロン　$C_{14}H_{10}O$　淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　154～160℃

貯法　遮光した気密容器．

アントロン試液　アントロン35mgを硫酸100mLに溶かす．用時製する．

アンミントリクロロ白金酸アンモニウム，液体クロマトグラフィー用　$Cl_3H_7N_2Pt$　シスプラチン20gに6mol/L塩酸試液600mLを加え，還流冷却器をつけ，水浴上で4～6時間かき混ぜながら加熱する．冷後，溶媒を留去し，だいだい色の残留物を室温で減圧乾燥する．このだいだい色の残留物にメタノール300mLを加え，約50℃に加温し，不溶性の黄色の残留物をろ過して除き，ろ液を得る．黄色の残留物をメタノール10mLで洗い，ろ液と洗液を合わせ，約50℃に加温し，酢酸エチル100mLをかき混ぜながらゆっくりと加える．この液を遮光し，室温まで冷却した後，約－10℃で1時間放置する．析出した結晶をろ過して除き，結晶をアセトン100mLで洗い，ろ液と洗液を合わせ，蒸発乾固し，だいだい色の結晶を得る．必要ならば，上記の精製の操作を繰り返し行い，不溶性の結晶を取り除く．だいだい色の結晶にアセトン／メタノール混液(5：1)300～500mLを加え，約50℃で加熱してかき混ぜ，不溶性の結晶を熱時ろ過して除く．この結晶をアセトン／メタノール混液(5：1)で洗い，洗液を先のろ液に合わせる．この操作を何度か繰り返した後，溶媒を留去する．得られた結晶をアセトン50mLに分散懸濁させ，ろ過し，得られた結晶をアセトン20mLで洗い，室温で減圧乾燥する．本品は黄褐色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品を80℃で3時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3480cm^{-1}，3220cm^{-1}，1622cm^{-1}，1408cm^{-1}及び1321cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　シスプラチン　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品10mgをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にシスプラチン10mgをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のシスプラチンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

「シスプラチン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

アンモニア試液　アンモニア水(28)400mLに水を加えて1000mLとする(10%)．

アンモニア試液，1mol/L　アンモニア水(28)65mLに水を加えて1000mLとする．

アンモニア試液，13.5mol/L　水9mLを正確に量り，アンモニア水(28)を加えて正確に50mLとする．

アンモニア・エタノール試液　アンモニア水(28)20mLにエタノール(99.5)100mLを加える．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH8.0　塩化アンモニウム1.07gを水に溶かし，100mLとし，薄めたアンモニア試液(1→30)を加えてpH8.0に調整する．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH10.0　塩化アンモ

ニウム70gを水に溶かし，アンモニア水(28)100mLを加え，次に水を加えて1000mLとした後，アンモニア水(28)を滴加して，pH10.0に調整する．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH10.7　塩化アンモニウム67.5gを水に溶かし，アンモニア水(28)570mLを加え，次に水を加えて1000mLとする．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH11.0　塩化アンモニウム53.5gを水に溶かし，アンモニア水(28)480mLを加え，次に水を加えて1000mLとする．

アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH8.0　酢酸アンモニウム試液にアンモニア試液を滴加してpH8.0に調整する．

アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH8.5　酢酸アンモニウム50gに水800mL及びエタノール(95)200mLを加えて溶かし，アンモニア水(28)を加えてpH8.5に調整する．

アンモニアガス　NH_3　アンモニア水(28)を加熱して製する．

アンモニア水　アンモニア試液　を見よ．

アンモニア水(28)　NH_3　[K 8085，アンモニア水，特級，密度約0.90，含量28～30%]

アンモニア水，1mol/L　アンモニア試液，1mol/L　を見よ．

アンモニア水，13.5mol/L　アンモニア試液，13.5mol/L　を見よ．

アンモニア水，強　アンモニア水(28)　を見よ．

アンモニア銅試液　炭酸銅一水和物0.5gに水10mLを加えてすりつぶし，アンモニア水(28)10mLを加える．

アンモニア飽和1－ブタノール試液　1－ブタノール試液，アンモニア飽和　を見よ．

アンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液　次亜塩素酸ナトリウム試液，アンモニウム試験用　を見よ．

アンモニウム試験用水　水1500mLに対して硫酸4.5mLを注意しながら加えた後，硬質ガラス製蒸留器を用いて蒸留し，初留を十分に除いた後の留液(アンモニウム不含の水)を用いる．

純度試験　本品40mLをとり，フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)ナトリウム試液6.0mLを加えて混和する．次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液4.0mLを加えて混和した後，60分間放置した液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長640nmにおける吸光度は0.010以下である．

アンモニウム試験用精製水　アンモニウム試験用水　を見よ．

EMB平板培地　エオシンメチレンブルーカンテン培地を加熱して溶解した後，約50℃に冷却し，その約20mLをペトリ皿にとり，水平にして固まらせる．次に皿のふたを少し開いてふらん器内に入れ，内部の水蒸気及び平板上の凝固水を揮散させる．

イオウ　S　[K 8088，硫黄，特級]

イオタラム酸，定量用　$C_{11}H_9I_3N_2O_4$　[医薬品各条，「イオタラム酸」]

イカリイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{33}H_{40}O_{15}$　淡黄色の結晶で，メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約234℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かした液10μLにつき，「インヨウカク」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

イサチン　2,3－インドリンジオン　を見よ．

イソアミルアルコール　3－メチル－1－ブタノール　を見よ．

イソオクタン　オクタン，イソ　を見よ．

イソクスプリン塩酸塩，定量用　$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl　[医薬品各条]

イソニアジド　$C_6H_7N_3O$　[医薬品各条]

イソニアジド，定量用　$C_6H_7N_3O$　[医薬品各条，「イソニアジド」ただし，乾燥したものを定量するとき，イソニアジド($C_6H_7N_3O$)99.0%以上を含むもの]

イソニアジド試液　定量用イソニアジド0.1gにメタノール50mL及び塩酸0.12mLを加えて溶かし，更にメタノールを加えて200mLとする．

イソニコチン酸　$C_6H_6NO_2$　白色の結晶又は粉末である．融点：約315℃(分解)．

イソニコチン酸アミド　$C_6H_6N_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　155～158℃

純度試験　溶状　本品1.0gをメタノール20mLに溶かすとき，液は澄明である．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)20mLを加え，加温して溶かし，冷後，ベンゼン100mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は，液の紫色が青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.21mg $C_6H_6N_2O$

イソブタノール　2－メチル－1－プロパノール　を見よ．

イソプロパノール　2－プロパノール　を見よ．

イソプロパノール，液体クロマトグラフィー用　2－プロパノール，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

イソプロピルアミン　プロピルアミン，イソ　を見よ．

イソプロピルアミン・エタノール試液　イソプロピルアミン20mLにエタノール(99.5)を加えて100mLとする．用時製する．

イソプロピルエーテル　プロピルエーテル，イソ　を見よ．

4－イソプロピルフェノール　$C_9H_{12}O$　白色～帯赤黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　59～63℃

イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{20}N_2S$・HCl　白色の結晶性の粉末でにおいはなく，水，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　193～197℃

純度試験　類縁物質　本品5.0mgをとり，エタノール(95)25mLを正確に加えて溶かした液につき，「プロメタジン塩酸塩」の純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.65の主スポット以外のスポットを認めない．

L－イソロイシン　$C_6H_{13}NO_2$　[医薬品各条]

L－イソロイシン，定量用　$C_6H_{13}NO_2$　[医薬品各条，「L－イソロイシン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$)99.0%以上を含むもの]

一酸化炭素　CO　有毒な無色の気体である．ギ酸に硫酸を作用させて発生する気体を水酸化ナトリウム試液層を通して製する．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい．

一酸化窒素 NO 無色の気体である．硫酸鉄(Ⅱ)七水和物の希硫酸溶液に亜硝酸ナトリウム試液を加えて製する．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい．

一酸化鉛 酸化鉛(Ⅱ) を見よ．

一臭化ヨウ素 臭化ヨウ素(Ⅱ) を見よ．

イブプロフェン $C_{13}H_{18}O_2$ [医薬品各条]

イミダゾール $C_3H_4N_2$ 白色の結晶性の粉末で，水又はメタノールに極めて溶けやすい．

吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(313nm)：0.031以下(8g，水，100mL)．

融点 〈2.60〉 89～92℃

イミダゾール，水分測定用 水分測定法〈2.48〉 を見よ．

イミダゾール，薄層クロマトグラフィー用 $C_3H_4N_2$ 白色の結晶性の粉末で，水又はメタノールに極めて溶けやすく，酢酸エチル又はジクロロメタンに溶けやすい．

融点 〈2.60〉 89～92℃

純度試験 類縁物質 本品10mgをとり，ジクロロメタン20mLを正確に加えて溶かした液につき，「クロトリマゾール」の純度試験(6)を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

イミダゾール試液 イミダゾール8.25gを水65mLに溶かし，5mol/L塩酸試液を加えてpH6.8に調整した後，水を加えて100mLとする．

イミダプリル塩酸塩 $C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl [医薬品各条]

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

2,2′－イミノジエタノール塩酸塩 $C_4H_{11}NO_2$・HCl 淡黄色の液体である．

屈折率 〈2.45〉 n^{20}_{D}：1.515～1.519

比重 〈2.56〉 d^{20}_{20}：1.259～1.263

水分 〈2.48〉 本品1g中，水分は1mg以下とする．

イミノジベンジル $C_{14}H_{13}N$ 白色～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点 〈2.60〉 104～110℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gにメタノール20mLを加え，水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明である．

（2） 類縁物質 「カルバマゼピン」の純度試験(6)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.9の主スポット以外のスポットを認めない．

窒素含量 〈1.08〉 6.8～7.3%

イミプラミン塩酸塩 $C_{19}H_{24}N_2$・HCl [医薬品各条]

イルソグラジンマレイン酸塩 $C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$ [医薬品各条]

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

インジゴカルミン $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ [K 8092，特級]

インジゴカルミン試液 インジゴカルミン0.20gを水に溶かし，100mLとする．調製後60日間以内に用いる．

インターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3 C3H／Heマウスの脾細胞より付着性細胞及び食細胞を除去して得られる細胞を不連続密度勾配法により分画する．次にNK活性の強い細胞画分を，インターロイキン－2を含有する軟カンテン中で培養し，コロニーを得る．細胞株のうち液体培地中でインターロイキン－2に依存して増殖する細胞株の一つをインターロイキン－2含有液体培地中で継代したものをNKC3とする．

インドメタシン $C_{19}H_{16}ClNO_4$ [医薬品各条]

2,3－インドリンジオン $C_8H_5NO_2$ [K 8089，特級]

ウィイス試液 三塩化ヨウ素7.9g及びヨウ素8.9gをとり，それぞれを酢酸(100)に溶かした後，両液を混和し，更に酢酸(100)を加えて1000mLとする．遮光したガラス容器に入れて保存する．

ウサギ脱繊維血 ウサギから血液100mLを採血してフラスコにとり，径8mmのガラス球約20個を入れ，5分間緩やかに振り混ぜた後，ガーゼを用いてろ過する．用時製する．

ウシ血清 牛の血液より得た血清で，使用前に56℃で30分間加温してインターロイキン－2依存性細胞増殖阻害物質を除く．

ウシ血清アルブミン ウシ血清よりCohnの第5分画として得られたもので，アルブミン95%以上を含む．

ウシ血清アルブミン，ウリナスタチン試験用 ウシ血清よりアルブミン及び他の血漿たん白を変質させることのない方法で精製した白色の結晶性粉末であり，アルブミン含量は99%以上である．

ウシ血清アルブミン，定量用 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

アルブミンを99%以上含むウシ血清アルブミン約50mgずつ広口ガラス製アンプルにとり，あらかじめ塩化カルシウム飽和溶液で25℃，31%RHに調湿したデシケーター内で2週間放置した後，アンプルを取り出し，速やかに密封する．

たん白質含量 88%以上． **定量法** 本品約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液3mLを正確にケルダールフラスコにとり，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う．

0.005mol/L 硫酸1mL＝0.8754mg たん白質

貯法 4℃以下で保存する．

ウシ血清アルブミン試液，セクレチン標準品用 ウシ血清アルブミン0.1g，L－アラニン0.8g，クエン酸一水和物0.01g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物0.14g及び塩化ナトリウム0.45gを注射用水100mLに溶かす．

ウシ血清アルブミン試液，セクレチン用 ウシ血清アルブミン0.1g，L－システイン塩酸塩一水和物0.1g，L－アラニン0.8g，クエン酸一水和物0.01g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物0.14g及び塩化ナトリウム0.45gを注射用水100mLに溶かす．

ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液，pH7.2 リン酸水素二ナトリウム十二水和物10.75g，塩化ナトリウム7.6g及びウシ血清アルブミン1.0gを水に溶かして1000mLとする．使用する直前に希水酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸(1→10)を加えてpH7.2に調整する．

ウシ血清アルブミン・生理食塩液 ウシ血清アルブミン1.0gを生理食塩液100mLに溶かす．用時製する．

1w/v%ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液　ウシ血清アルブミン1gをpH7.4の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液100mLに溶かす.

ウシ血清アルブミン加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液　ウシ血清アルブミン10g及びチメロサール0.1gをリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし，1000mLとする.

貯法　冷暗所に保存する.

0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液　ウシ血清アルブミン0.1gを酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→100)に溶かし，正確に100mLとする．この液に1mol/L塩酸試液を加えてpH4.0に調整する.

ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液　ウシ血清100mLに0.1gのチメロサールを溶かしたリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液900mLを加えて1000mLとする.

貯法　遮光して，冷所に保存する.

ウシ胎児血清　ウシの胎児の血液より得た血清で，使用前に56℃で30分間加温してインターロイキン－2依存性細胞増殖阻害物質を除く.

ウシ由来活性化血液凝固X因子　ウシの血漿から得たたん白質で，プロトロンビンを特異的に限定分解してトロンビンを生成する作用を有する．トロンビン及びプラスミンを含まない．たん白質1mg当たり500単位以上を含む．ただし，25℃で1分間に1μmolの*N*－ベンゾイル－L－イソロイシル－L－グルタミル(γ－OR)－グリシル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリドを加水分解する量を1単位とする.

薄めたエタノール　エタノール，薄めた　を見よ.

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

ウラシル　$C_4H_4N_2O_2$　針状結晶で，冷水には溶けにくく，熱水には溶けやすい.

融点〈*2.60*〉　335℃

ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン　ウシ血清アルブミン，ウリナスタチン試験用　を見よ.

ウリナスタチン試験用トリプシン試液　トリプシン試液，ウリナスタチン試験用　を見よ.

ウリナスタチン定量用結晶トリプシン　結晶トリプシン，ウリナスタチン定量用　を見よ.

ウルソデオキシコール酸　$C_{24}H_{40}O_4$　[医薬品各条]

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

純度試験　類縁物質　本品0.15gを液体クロマトグラフィー用メタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約2.5のピーク面積は，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積より大きくなく，試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約5.5のピーク面積は，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のウルソデオキシコール酸及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の1／5より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

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

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約2.3分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からウルソデオキシコール酸の保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

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

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

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

ウレタン　カルバミン酸エチル　を見よ.

エオシン　エオシンY　を見よ.

エオシンY　$C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$　赤色の塊又は粉末である.

確認試験　本品の水溶液(1→1000)10 mLに，塩酸1滴を加えるとき，黄赤色の沈殿を生じる.

エオシンメチレンブルーカンテン培地　カゼイン製ペプトン10g，リン酸水素二カリウム2g及びカンテン25～30gに水約900mLを加え，煮沸して溶かす．これに乳糖一水和物10g，エオシンY溶液(1→50)20mL，メチレンブルー溶液(1→200)13mL及び温湯を加えて1000mLとし，よく混和した後，分注する．121℃で20分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行い，速やかに冷水に浸して冷却する．又は100℃で30分間，1日1回，3日間，間欠滅菌する.

A型赤血球浮遊液　A型のヒト血液から赤血球を分離し，生理食塩液を加えて赤血球濃度が1vol%となるように調製する.

エカベトナトリウム水和物，定量用　$C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$　[医薬品各条，「エカベトナトリウム水和物」ただし，換算した脱水物に対し，エカベトナトリウム

($C_{20}H_{27}NaO_5S$)99.5%以上を含むもの]

液状チオグリコール酸培地　無菌試験法〈4.06〉　液状チオグリコール酸培地　を見よ.

液体クロマトグラフィー用アセトニトリル　アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウム　アンミントリクロロ白金酸アンモニウム，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用イソプロパノール　2－プロパノール，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用エレウテロシドB　エレウテロシドB，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用3′－クロロ－3′－デオキシチミジン　3′－クロロ－3′－デオキシチミジン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド　*N,N*－ジメチルホルムアミド，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用セルモロイキン　セルモロイキン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用チミン　チミン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用2′－デオキシウリジン　2′－デオキシウリジン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン　テトラヒドロフラン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用トリプシン　トリプシン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用2－プロパノール　2－プロパノール，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ヘキサン　ヘキサン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用*n*－ヘキサン　ヘキサン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ヘプタン　ヘプタン，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用メタノール　メタノール，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール　1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用5－ヨードウラシル　5－ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

エストリオール試験用安息香酸メチル　安息香酸メチル，エストリオール試験用　を見よ.

エタクリン酸，定量用　$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$　[医薬品各条，「エタクリン酸」ただし，乾燥したものを定量するとき，エタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$)99.0%以上を含むもの]

エタノール　エタノール(95)　を見よ.

エタノール(95)　C_2H_5OH　[K 8102，特級]

エタノール(99.5)　C_2H_5OH　[K 8101，特級]

エタノール，ガスクロマトグラフィー用　エタノール(99.5)に硫酸鉄(Ⅱ)七水和物を加えて蒸留する．窒素を封入し，冷暗所で保存する.

エタノール，薄めた　エタノール(99.5)を用いて製する.

エタノール，希　エタノール(95)1容量に水1容量を加える．C_2H_5OH 47.45～50.00vol%を含む.

エタノール，消毒用　[医薬品各条]

エタノール，中和　エタノール(95)適量にフェノールフタレイン試液2～3滴を加え，これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液又は0.1mol/L水酸化ナトリウム液を，液が淡赤色を呈するまで加える．用時製する.

エタノール，無アルデヒド　エタノール(95)1000mLを共栓瓶にとり，酢酸鉛(Ⅱ)三水和物2.5gを水5mLに溶かした液を加え，よく混ぜる．別に水酸化カリウム5gを温エタノール(95)25mLに溶かす．冷後，この液を前の液にかき混ぜないで静かに加え，1時間後この液を激しく振り混ぜ，一夜放置する．上澄液をとり，蒸留する.

エタノール，無水　エタノール(99.5)　を見よ.

エタノール，メタノール不含　エタノール(95)，メタノール不含　を見よ.

エタノール(95)，メタノール不含　メタノール試験法〈1.12〉を準用し，標準液の代わりに本品を用いて試験を行うとき，ほとんど無色である.

エタノール・生理食塩液　エタノール(95)　1容量に生理食塩液19容量を加える.

エタノール不含クロロホルム　クロロホルム，エタノール不含　を見よ.

エチゾラム，定量用　$C_{17}H_{15}ClN_4S$　[医薬品各条，「エチゾラム」ただし，乾燥したものを定量するとき，エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)99.0%以上を含むもの]

エチドロン酸二ナトリウム，定量用　$C_2H_6Na_2O_7P_2$　[医薬品各条，「エチドロン酸二ナトリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，エチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)99.0%以上を含むもの]

エチニルエストラジオール　$C_{20}H_{24}O_2$　[医薬品各条]

2－エチル－2－フェニルマロンジアミド　$C_{11}H_{14}O_2N_2$　白色の結晶で，においはない．本品はエタノール(95)にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．融点：約120℃(分解).

純度試験　類縁物質　本品5.0mgをとり，ピリジン4mLを加え，更にビストリメチルシリルアセトアミド1mLを加え，よく振り混ぜた後，100℃で5分間加熱する．冷後，ピリジンを加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．この液2μLにつき，「プリミドン」の純度試験(3)の試験条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品及び溶媒以外のピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液2μLから得た2－エチル－2－フェニルマロンジアミドのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整し，ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から2－エチル－2－フェニルマロンジアミドの保持時間の約2倍の範囲とする.

エチルベンゼン　$C_6H_5C_2H_5$　無色の液体で，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない.

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.862～0.872

沸点〈2.57〉　約135℃

***N*－エチルマレイミド**　$C_6H_7NO_2$　白色の結晶で，刺激性の特異な臭いがある．エタノール(95)に溶けやすく，水に溶けにくい.

融点〈2.60〉　43～46℃

純度試験　溶状　無色澄明(1g，エタノール(95)，20mL).

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.1gを精密に量り，エタノール(95)20mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.51mg $C_6H_7NO_2$

エチレフリン塩酸塩　$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl　[医薬品各条]

エチレフリン塩酸塩，定量用　$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl　[医薬品各条，「エチレフリン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，エチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)99.0%以上を含むもの]

エチレングリコール　$HOCH_2CH_2OH$　[K 8105，特級]

エチレングリコール，水分測定用　エチレングリコールを蒸留し，195～198℃の留分をとる．本品1mL中の水分は1.0mg以下である．

エチレンジアミン　$C_2H_8N_2$　[医薬品各条]

エチレンジアミン試液　エチレンジアミン70gに水30gを加える．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物　$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$　[K 8107，特級]

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.04mol/L　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物14.890gを水に溶かし，1000mLとする．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.1mol/L　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物37.2gを水に溶かし，1000mLとする．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.4mol/L，pH8.5　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物148.9gを水約800mLに溶かし，8mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.5に調整し，水を加えて1000mLとする．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物　を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液，0.1mol/L　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.1mol/L　を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛　エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物　を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物　$C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn$・$4H_2O$　白色の粉末である．本品の水溶液(1→100)のpHは6.0～9.0である．

純度試験　溶状　本品0.10gを新たに煮沸し冷却した水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水80mL及び希硝酸を加えてpHを約2とし，0.01mol/L硝酸ビスマス液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：キシレノールオレンジ試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする．

0.01mol/L硝酸ビスマス液1mL
＝4.716mg $C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn$・$4H_2O$

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅　エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物　を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物　$C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8$・$4H_2O$　青色の粉末である．

ｐＨ〈*2.54*〉　7.0～9.0

純度試験　溶状　本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は青色澄明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.45gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水100mL及び希硝酸を加えてpHを約1.5とし，1,10－フェナントロリン一水和物のメタノール溶液(1→20)5mLを加え，0.01mol/L硝酸ビスマス液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：キシレノールオレンジ試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする．

0.01mol/L硝酸ビスマス液1mL
＝4.698mg $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8$・$4H_2O$

エーテル　ジエチルエーテル　を見よ．

エーテル，生薬純度試験用　ジエチルエーテル，生薬純度試験用　を見よ．

エーテル，麻酔用　$C_2H_5OC_2H_5$　[医薬品各条]

エーテル，無水　ジエチルエーテル，無水　を見よ．

エテンザミド　$C_9H_{11}NO_2$　[医薬品各条]

3－エトキシ－4－ヒドロキシベンズアルデヒド　$C_9H_{10}O_3$　本品は白色～微黄白色の結晶であり，エタノール(95)に溶けやすく，水に溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　76～78℃

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品をデシケーター(酸化リン(Ⅴ))で4時間乾燥し，その約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，0.1mol/Lナトリウムメトキシド液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールブルー試液)．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液1mL＝16.62mg $C_9H_{10}O_3$

4－エトキシフェノール　$C_8H_{10}O_2$　白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　62～68℃

純度試験　本品0.5gをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により4－エトキシフェノール以外の物質の量を求めるとき2.0%以下である．

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：150℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：4－エトキシフェノールの保持時間が約5分になるように調整する．

検出感度：試料溶液1μLから得た4－エトキシフェノールのピーク高さが，フルスケールの50%以上になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から4－エトキシフェ

ノール保持時間の約3倍の範囲

p－エトキシフェノール　4－エトキシフェノール　を見よ．

エナラプリルマレイン酸塩　$C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$　[医薬品各条]

エナント酸メテノロン　メテノロンエナント酸エステル　を見よ．

エナント酸メテノロン，定量用　メテノロンエナント酸エステル，定量用　を見よ．

NN指示薬　2－ヒドロキシ－1－(2－ヒドロキシ－4－スルホ－1－ナフチルアゾ)－3－ナフトエ酸0.5gと無水硫酸ナトリウム50gを混ぜ，均質になるまですりつぶして製する．

エバスチン，定量用　$C_{32}H_{39}NO_2$　[医薬品各条，「エバスチン」ただし，乾燥したものを定量するとき，エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)99.5%以上を含むもの]

4－エピオキシテトラサイクリン　$C_{22}H_{24}N_2O_9$　緑褐色～褐色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験(2)を準用し，試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，4－エピオキシテトラサイクリン以外のピークの合計量は10%以下である．

6－エピドキシサイクリン塩酸塩　$C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$　黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」の純度試験(2)を準用し，試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，6－エピドキシサイクリン以外のピークの合計量は10%以下である．

エフェドリン塩酸塩　$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$　[医薬品各条]

エフェドリン塩酸塩，定量用　エフェドリン塩酸塩　を見よ．

MTT試液　塩化ナトリウム8g，塩化カリウム0.2g，無水リン酸水素二ナトリウム1.15g及びリン酸二水素カリウム0.2gを水に溶かし，1000mLとした後，121℃で15分間，高圧蒸気滅菌し，PBS(－)液とする．臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム0.3gをPBS(－)液に溶かし，100mLとする．孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過滅菌し，遮光して冷所に保存する．

エメチン塩酸塩，定量用　$C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl \cdot xH_2O$　白色又は淡黄色の結晶性の粉末である．水にやや溶けやすい．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(283nm)：116～127(10mg，薄めたメタノール(1→2)，400mL)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，50℃)で5時間乾燥したもの．

融点〈2.60〉　約250℃　[分解，ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，50℃)で5時間乾燥後]．

純度試験　類縁物質　本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエメチン以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のエメチンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「トコン」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)10μLから得たエメチンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)10μLから得たエメチンのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：エメチンの保持時間の約3倍の範囲

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

エリオクロムブラックT　$C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$　[K 8736，特級]

エリオクロムブラックT試液　エリオクロムブラックT 0.3g及び塩化ヒドロキシルアンモニウム2gをメタノールに溶かし，50mLとする．1週間以内に用いる．遮光して保存する．

エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬　エリオクロムブラックT 0.1gと塩化ナトリウム10gを混ぜ，均質になるまですりつぶして製する．

エリスロマイシンB　$C_{37}H_{67}NO_{12}$　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール1mLに溶かし，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて5mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，「エリスロマイシン」の純度試験(3)を準用して試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシンB以外のピークの合計面積は，標準溶液のエリスロマイシンBのピーク面積より大きくない．

エリスロマイシンC　$C_{36}H_{65}NO_{13}$　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール1mLに溶かし，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて5mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，「エリスロマイシン」の純度試験(3)を準用して試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシンC以外のピークの合計面積は，標準溶液のエリスロマイシンCのピーク面積より大きくない．

エルカトニン試験用トリプシン試液　トリプシン試液，エルカトニン試験用　を見よ．

エレウテロシドB，液体クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{24}O_9 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，メタノールにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

融点：190～194℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長261～265nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエレウテロシドB以外のピークの合計面積は，標準溶液のエレウテロシドBのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，「シゴカ」の確認試験の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエレウテロシドBの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「シゴカ」の確認試験のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たエレウテロシドBのピーク面積が，標準溶液10μLから得たエレウテロシドBのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

塩化亜鉛　$ZnCl_2$　[K 8111，特級]

塩化亜鉛試液　塩化亜鉛10g及びフタル酸水素カリウム10gを水900mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

塩化亜鉛試液，0.04mol/L　塩化亜鉛5.452gを水に溶かし，1000mLとする．

塩化アルミニウム　塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物　を見よ．

塩化アルミニウム試液　塩化アルミニウム(Ⅲ)試液　を見よ．

塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物　$AlCl_3 \cdot 6H_2O$　[K 8114，特級]

塩化アルミニウム(Ⅲ)試液　塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物64.7gを水71mLに溶かし，活性炭0.5gを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にかき混ぜながら水酸化ナトリウム溶液(1→100)を加えてpH1.5に調整し，必要ならばろ過する．

塩化アンチモン(Ⅲ)　$SbCl_3$　[K 8400，特級]

塩化アンチモン(Ⅲ)試液　クロロホルムを等容量の水で2～3回洗った後，新たに強熱して冷却した炭酸カリウムを加えて密栓し，遮光して一夜放置する．クロロホルム層を分取し，遮光して蒸留する．このクロロホルムで塩化アンチモン(Ⅲ)の表面を洗い，洗液が澄明となった後，クロロホルムを加えて飽和溶液とし，遮光した共栓瓶に入れる．用時製する．

塩化アンモニウム　NH_4Cl　[K 8116，特級]

塩化アンモニウム緩衝液，pH10　塩化アンモニウム5.4gを水に溶かし，アンモニア水(28)21mL及び水を加えて100mLとする．

塩化アンモニウム試液　塩化アンモニウム10.5gを水に溶かし，100mLとする(2mol/L).

塩化アンモニウム・アンモニア試液　アンモニア水(28)に等容量の水を加え，これに塩化アンモニウムを飽和する．

塩化カリウム　KCl　[K 8121，特級]

塩化カリウム，赤外吸収スペクトル用　塩化カリウム単結晶又は塩化カリウムを砕き，200号(75μm)ふるいを通過したものを集め，120℃で10時間又は500℃で5時間乾燥する．これを用いて錠剤を作り，赤外吸収スペクトルを測定するとき，異常な吸収を認めない．

塩化カリウム，導電率測定用　KCl　[K 8121，塩化カリウム，電気伝導率測定用]

塩化カリウム試液，0.2mol/L　塩化カリウム14.9gを水に溶かし，1000mLとする．用時製する．

塩化カリウム試液，酸性　塩化カリウム250gを水に溶かし，1000mLとした液に塩酸8.5mLを加える．

塩化カリウム・塩酸緩衝液　塩化カリウム溶液(3→20)250mLに2mol/L塩酸試液53mL及び水を加えて1000mLとする．

塩化カルシウム　塩化カルシウム二水和物　を見よ．

塩化カルシウム，乾燥用　$CaCl_2$　[K 8124，塩化カルシウム(乾燥用)]

塩化カルシウム，水分測定用　$CaCl_2$　[K 8125，塩化カルシウム(水分測定用)]

塩化カルシウム二水和物　$CaCl_2 \cdot 2H_2O$　[K 8122，特級]

塩化カルシウム試液　塩化カルシウム二水和物7.5gを水に溶かし，100mLとする(0.5mol/L).

塩化金酸　テトラクロロ金(Ⅲ)酸四水和物　を見よ．

塩化金酸試液　テトラクロロ金(Ⅲ)酸試液　を見よ．

塩化コバルト　塩化コバルト(Ⅱ)六水和物　を見よ．

塩化コバルト試液　塩化コバルト(Ⅱ)試液　を見よ．

塩化コバルト・エタノール試液　塩化コバルト(Ⅱ)・エタノール試液　を見よ．

塩化コバルト(Ⅱ)六水和物　$CoCl_2 \cdot 6H_2O$　[K 8129，特級]

塩化コバルト(Ⅱ)試液　塩化コバルト(Ⅱ)六水和物2gに塩酸1mL及び水を加えて溶かし，100mLとする(0.08mol/L).

塩化コバルト(Ⅱ)・エタノール試液　塩化コバルト(Ⅱ)六水和物を105℃で2時間乾燥し，その0.5gをエタノール(99.5)に溶かし，100mLとする．

塩化コリン　コリン塩化物　を見よ．

塩化水銀(Ⅱ)　$HgCl_2$　[K 8139，特級]

塩化水銀(Ⅱ)試液　塩化水銀(Ⅱ)5.4gを水に溶かし，100mLとする．

塩化水素・エタノール試液　塩酸100mLに硫酸100mLを徐々に滴加して発生した塩化水素を硫酸を入れた洗気瓶で乾燥し，これを氷冷したエタノール(99.5)75gにその増量が25gに達するまで通じる．用時製する．

塩化スキサメトニウム，薄層クロマトグラフィー用　スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

塩化スズ(Ⅱ)二水和物　$SnCl_2 \cdot 2H_2O$　[K 8136，塩化すず(Ⅱ)二水和物，特級]

塩化スズ(Ⅱ)試液　塩化スズ(Ⅱ)二水和物1.5gを少量の塩酸を含む水10mLに溶かす．スズの小片を入れた共栓瓶に保存する．調製後1箇月以内に用いる．

塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性　塩化スズ(Ⅱ)二水和物8gを塩酸500mLに溶かす．共栓瓶に保存する．調製後3箇月以内に用いる．

塩化スズ(Ⅱ)・塩酸試液　スズ20gに塩酸85mLを加え，水素が発生しなくなるまで加熱し，放冷する．この液1容量に希塩酸10容量を加える．用時製する．

塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液　塩化スズ(Ⅱ)二水和物10gを薄めた硫酸(3→200)に溶かし，100mLとする．

塩化ストロンチウム　塩化ストロンチウム六水和物　を見よ．

塩化ストロンチウム六水和物　$SrCl_2 \cdot 6H_2O$　[K 8132，特級]

塩化セシウム　CsCl　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすい．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，110℃，2時間)．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，約0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，水30mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝16.84mg CsCl

塩化セシウム試液　塩化セシウム25.34gに水を加えて1000mLとする．

塩化第一スズ　塩化スズ(Ⅱ)二水和物　を見よ．

塩化第一スズ試液　塩化スズ(Ⅱ)試液　を見よ．

塩化第一スズ試液，酸性　塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性　を見よ．

塩化第一スズ・硫酸試液　塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液　を見よ．

塩化第二水銀　塩化水銀(Ⅱ)　を見よ．

塩化第二鉄　塩化鉄(Ⅲ)六水和物　を見よ．

塩化第二鉄試液　塩化鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

塩化第二鉄試液，希　塩化鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

塩化第二鉄試液，酸性　塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性　を見よ．

塩化第二鉄・酢酸試液　塩化鉄(Ⅲ)・酢酸試液　を見よ．

塩化第二鉄・ピリジン試液，無水　塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液，無水　を見よ．

塩化第二鉄・メタノール試液　塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液　を見よ．

塩化第二鉄・ヨウ素試液　塩化鉄(Ⅲ)・ヨウ素試液　を見よ．

塩化第二銅　塩化銅(Ⅱ)二水和物　を見よ．

塩化第二銅・アセトン試液　塩化銅(Ⅱ)・アセトン試液　を見よ．

塩化チオニル　$SOCl_2$　無色～淡黄色の澄明な液で，刺激臭がある．

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：約1.65(第3法)．

含量　95%以上．　**定量法**　本品0.1gをはかり瓶に精密に量り，約5℃の水50mLを入れた共栓三角フラスコにはかり瓶ごと入れ，直ちに栓をし，注意して溶かした後，この液を200mLビーカーに移す．共栓三角フラスコ及びはかり瓶を水30mLで洗い，洗液はビーカー中の液に合わせる．ポリビニルアルコール溶液(1→10)1滴を加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.949mg $SOCl_2$

塩化チタン(Ⅲ)(20)　$TiCl_3$　[K 8401，塩化チタン(Ⅲ)溶液，特級]　遮光した共栓瓶に保存する．

塩化チタン(Ⅲ)試液　塩化チタン(Ⅲ)($TiCl_3$)が15g/dLとなるように塩化チタン(Ⅲ)(20)に希塩酸を加える．用時製する．

含量　14.0～16.0g/dL．　**定量法**　本品2mLを正確に量り，水200mL及び塩酸溶液(2→3)5mLを加え，二酸化炭素を通じながら0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液で滴定〈2.50〉する(指示薬：チオシアン酸アンモニウム試液5mL)．ただし，滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする．

0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液1mL＝15.42mg $TiCl_3$

塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液　塩化チタン(Ⅲ)試液20mLを硫酸13mLと注意して混合し，この液に過酸化水素(30)を少量ずつ液が黄色となるまで注意して加え，次いで白煙を生ずるまで加熱する．冷後，水を加えて再び同様に加熱し，この操作を液が無色になるまで繰り返した後，水を加えて100mLとする．

塩化鉄(Ⅲ)六水和物　$FeCl_3 \cdot 6H_2O$　[K 8142，特級]

塩化鉄(Ⅲ)試液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物9gを水に溶かし，100mLとする(0.33mol/L)．

塩化鉄(Ⅲ)試液，希　塩化鉄(Ⅲ)試液2mLに水を加えて100mLとする．用時製する．

塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性　酢酸(100)60mLに硫酸5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加える．

塩化鉄(Ⅲ)・酢酸試液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物0.1gを薄めた酢酸(31)(3→100)に溶かし，100mLとする．

塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液，無水　塩化鉄(Ⅲ)六水和物1.7gをとり，直火で徐々に加熱し，融解，固化させる．冷後，クロロホルム100mLに溶かし，更にピリジン8mLを加え，ろ過する．

塩化鉄(Ⅲ)・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液　塩化鉄(Ⅲ)試液20mLにヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム0.1gを溶かす．用時製する．

塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物1gをメタノールに溶かし，100mLとする．

塩化鉄(Ⅲ)・ヨウ素試液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物5g及びヨウ素2gにアセトン50mL及びL－酒石酸溶液(1→5)50mLの混液を加えて溶かす．

塩化テトラ*n*－ブチルアンモニウム　テトラ－*n*－ブチルアンモニウム塩化物　を見よ．

塩化銅(Ⅱ)二水和物　$CuCl_2 \cdot 2H_2O$　[K 8145，特級]

塩化銅(Ⅱ)・アセトン試液　塩化銅(Ⅱ)二水和物0.3gをアセトンに溶かし，10mLとする．

塩化トリフェニルテトラゾリウム　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム　を見よ．

塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム　$C_{19}H_{15}ClN_4$　[K 8214，特級]

塩化トリフェニルテトラゾリウム試液　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液　を見よ．

塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム0.25gをエタノール(99.5)に溶かし，100mLとする．用時製する．

塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液，噴霧用　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウムのメタノール溶液(1→25)をA液とする．水酸化ナトリウムのメタノール溶液(1→125)をB液とする．使用直前にA液及びB液のそれぞれ等容量を混和して用いる．

塩化ナトリウム　NaCl　[K 8150，特級]

塩化ナトリウム(標準試薬)　NaCl　[K 8005，容量分析用標準物質]

塩化ナトリウム試液　塩化ナトリウム10gを水に溶かし，100mLとする．

塩化ナトリウム試液，0.1mol/L　塩化ナトリウム6gを水に溶

かし，1000mLとする．

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

塩化ナトリウム試液，1mol/L　塩化ナトリウム29.22gを水に溶かし，500mLとする．

塩化*p*－ニトロベンゼンジアゾニウム試液　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液　を見よ．

塩化*p*－ニトロベンゼンジアゾニウム試液，噴霧用　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　を見よ．

塩化白金酸　ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸六水和物　を見よ．

塩化白金酸試液　ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液　を見よ．

塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液　ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液　を見よ．

塩化パラジウム　塩化パラジウム(Ⅱ)　を見よ．

塩化パラジウム試液　塩化パラジウム(Ⅱ)試液　を見よ．

塩化パラジウム(Ⅱ)　$PdCl_2$　[K 8154，特級]

塩化パラジウム(Ⅱ)試液　塩化パラジウム(Ⅱ)0.2gに0.25mol/L硫酸試液500mLを加え，必要ならば加熱して溶かし，冷後，0.25mol/L硫酸試液を加えて1000mLとする．

塩化バリウム　塩化バリウム二水和物　を見よ．

塩化バリウム二水和物　$BaCl_2・2H_2O$　[K 8155，特級]

塩化バリウム試液　塩化バリウム二水和物12gを水に溶かし，100mLとする(0.5mol/L)．

塩化パルマチン　パルマチン塩化物　を見よ．

塩化ヒドロキシルアンモニウム　$NH_2OH・HCl$　[K 8201，特級]

塩化ヒドロキシルアンモニウム試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム20gを水に溶かし，65mLとする．この液を分液漏斗に入れ，チモールブルー試液2～3滴を加え，液が黄色を呈するまでアンモニア水(28)を加え，更に*N,N*－ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液(1→25)10mLを加えてよく振り混ぜ，5分間放置する．次にこの液をクロロホルム10～15mLで抽出し，抽出液5mLに硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→100)5滴を加えて振り混ぜるとき，液が黄色を呈しなくなるまで抽出を繰り返す．この水層にチモールブルー試液1～2滴を加え，液が赤色を呈するまで希塩酸を滴加し，更に水を加えて100mLとする．

塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH3.1　塩化ヒドロキシルアンモニウム6.9gを水80mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液を加えてpHを3.1に調整し，更に水を加えて100mLとする．

塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム34.8gを水に溶かして100mLとし，A液とする．酢酸ナトリウム三水和物10.3g及び水酸化ナトリウム86.5gをとり，水に溶かして1000mLとし，B液とする．A液1容，B液1容及びエタノール(95)4容を混和する．

塩化ヒドロキシルアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物のエタノール(95)溶液(1→200)100mLに塩酸を加えて酸性とし，塩化ヒドロキシルアンモニウム1gを加えて溶かす．

塩化ビニル　C_2H_3Cl　無色の気体である．

沸点〈*2.57*〉　－14℃

融点〈*2.60*〉　－160℃

塩化1,10－フェナントロリニウム一水和物　$C_{12}H_8N_2・HCl・H_2O$　[K 8202，特級]

塩化フェニルヒドラジニウム　$C_6H_5NHNH_2・HCl$　[K 8203，特級]

塩化フェニルヒドラジニウム試液　希エタノールから再結晶した塩化フェニルヒドラジニウム65mgをとり，別に水80mLに硫酸170mLを注意しながら加えた液100mLに溶かす．

塩化*n*－ブチル　1－クロロブタン　を見よ．

塩化ベルベリン　ベルベリン塩化物水和物　を見よ．

塩化ベルベリン，薄層クロマトグラフィー用　ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

塩化ベンザルコニウム　ベンザルコニウム塩化物　を見よ．

塩化ベンゼトニウム，定量用　ベンゼトニウム塩化物，定量用　を見よ．

塩化ベンゾイル　C_6H_5COCl　無色澄明の発煙性の液である．密度：約1.2g/mL．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行うとき，波数1775cm^{-1}，1596cm^{-1}，1450cm^{-1}，1307cm^{-1}，1206cm^{-1}，873cm^{-1}，776cm^{-1}及び671cm^{-1}付近に吸収を認める．

塩化マグネシウム　塩化マグネシウム六水和物　を見よ．

塩化マグネシウム六水和物　$MgCl_2・6H_2O$　[K 8159，特級]

塩化メチルロザニリン　クリスタルバイオレット　を見よ．

塩化メチルロザニリン試液　クリスタルバイオレット試液　を見よ．

塩化ランタン試液　酸化ランタン(Ⅲ)58.65gに塩酸100mLを加えて煮沸し，冷後，水を加えて1000mLとする．

塩化リゾチーム用基質試液　基質試液，リゾチーム塩酸塩用　を見よ．

塩化リチウム　LiCl　白色の結晶又は塊である．

確認試験　本品につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する赤色を呈する．

塩酸　HCl　[K 8180，特級]

塩酸，希　塩酸23.6mLに水を加えて100mLとする(10%)．

塩酸，精製　薄めた塩酸(1→2)1000mLに過マンガン酸カリウム0.3gを加えて蒸留し，初留液250mLを除き，次の留液500mLをとる．

塩酸試液，0.001mol/L　0.1mol/L塩酸試液10mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，0.01mol/L　0.1mol/L塩酸試液100mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，0.02mol/L　0.2mol/L塩酸試液100mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，0.05mol/L　0.5mol/L塩酸試液100mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，0.1mol/L　1mol/L塩酸試液100mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，0.2mol/L　塩酸18mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，0.5mol/L　塩酸45mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，1mol/L　塩酸90mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，2mol/L　塩酸180mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，3mol/L　塩酸270mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，5mol/L　塩酸450mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，6mol/L　塩酸540mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸試液，7.5mol/L　塩酸675mLに水を加えて1000mLとす

る．

塩酸試液，10mol/L　塩酸900mLに水を加えて1000mLとする．

塩酸・エタノール試液　塩酸23.6mLにエタノール(95)を加えて100mLとする．

塩酸・塩化カリウム緩衝液，pH2.0　0.2mol/L塩酸10.0mLに0.2mol/L塩化カリウム試液88.0mLを加え，更に0.2mol/L塩酸又は0.2mol/L塩化カリウム試液を加えてpHを2.0±0.1に調整した後，水を加えて200mLとする．

塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH3.5　酢酸アンモニウム25gを6mol/L塩酸試液45mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

塩酸・2－プロパノール試液　2－プロパノール100mLに塩酸0.33mLを加えて混和し，遮光して冷所で保存する．

塩酸・メタノール試液，0.01mol/L　0.5mol/L塩酸試液20mLにメタノールを加えて1000mLとする．

塩酸・メタノール試液，0.05mol/L　0.5mol/L塩酸試液100mLにメタノールを加えて1000mLとする．

塩酸アゼラスチン，定量用　アゼラスチン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸14－アニソイルアコニン，成分含量測定用　14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸アプリンジン，定量用　アプリンジン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸アミオダロン，定量用　アミオダロン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸4－アミノアンチピリン　4－アミノアンチピリン塩酸塩　を見よ．

塩酸4－アミノアンチピリン試液　4－アミノアンチピリン塩酸塩試液　を見よ．

塩酸4－アミノフェノール　4－アミノフェノール塩酸塩　を見よ．

塩酸*p*－アミノフェノール　4－アミノフェノール塩酸塩　を見よ．

塩酸アモスラロール，定量用　アモスラロール塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸L－アルギニン　L－アルギニン塩酸塩　を見よ．

塩酸イソクスプリン，定量用　イソクスプリン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸イソプロメタジン，薄層クロマトグラフィー用　イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

塩酸イミダプリル　イミダプリル塩酸塩　を見よ．

塩酸イミダプリル，定量用　イミダプリル塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸イミプラミン　イミプラミン塩酸塩　を見よ．

塩酸エチレフリン　エチレフリン塩酸塩　を見よ．

塩酸エチレフリン，定量用　エチレフリン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸6－エピドキシサイクリン　6－エピドキシサイクリン塩酸塩　を見よ．

塩酸エフェドリン　エフェドリン塩酸塩　を見よ．

塩酸エフェドリン，定量用　エフェドリン塩酸塩　を見よ．

塩酸エメチン，成分含量測定用　エメチン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸オキシコドン，定量用　オキシコドン塩酸塩水和物，定量用　を見よ．

塩酸クロルプロマジン，定量用　クロルプロマジン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸クロルヘキシジン　クロルヘキシジン塩酸塩　を見よ．

塩酸(2－クロロエチル)ジエチルアミン　2－クロロエチルジエチルアミン塩酸塩　を見よ．

塩酸2,4－ジアミノフェノール　2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩　を見よ．

塩酸2,4－ジアミノフェノール試液　2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩試液　を見よ．

塩酸ジエタノールアミン　2,2′－イミノジエタノール塩酸塩　を見よ．

L－塩酸システイン　L－システイン塩酸塩一水和物　を見よ．

塩酸ジフェニドール　ジフェニドール塩酸塩　を見よ．

塩酸1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン，薄層クロマトグラフィー用　1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

塩酸ジブカイン　ジブカイン塩酸塩　を見よ．

塩酸*N,N*－ジメチル－*p*－フェニレンジアミン　*N,N*－ジメチル－*p*－フェニレンジアンモニウム二塩酸塩　を見よ．

塩酸ジルチアゼム　ジルチアゼム塩酸塩　を見よ．

塩酸スレオプロカテロール　スレオプロカテロール塩酸塩　を見よ．

塩酸セチリジン，定量用　セチリジン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸セフカペンピボキシル　セフカペンピボキシル塩酸塩水和物　を見よ．

塩酸セミカルバジド　セミカルバジド塩酸塩　を見よ．

塩酸タムスロシン　タムスロシン塩酸塩　を見よ．

塩酸チアプリド，定量用　チアプリド塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸チアラミド，定量用　チアラミド塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸テトラサイクリン　テトラサイクリン塩酸塩　を見よ．

塩酸ドパミン，定量用　ドパミン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸トリメタジジン，定量用　トリメタジジン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ニカルジピン，定量用　ニカルジピン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸パパベリン　パパベリン塩酸塩　を見よ．

塩酸パパベリン，定量用　パパベリン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸パラアミノフェノール　4－アミノフェノール塩酸塩　を見よ．

L－塩酸ヒスチジン　L－ヒスチジン塩酸塩一水和物　を見よ．

塩酸ヒドララジン　ヒドララジン塩酸塩　を見よ．

塩酸ヒドララジン，定量用　ヒドララジン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ヒドロキシアンモニウム　塩化ヒドロキシルアンモニウム　を見よ．

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム試液　を見よ．

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液，pH3.1　塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH3.1　を見よ．

塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液　を見よ．

塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン　塩化ヒドロキシルアンモニウム　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム試液　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン試液，pH3.1　塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH3.1　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

塩酸ヒドロコタルニン，定量用　ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用　を見よ．

塩酸ピペリジン　ピペリジン塩酸塩　を見よ．

塩酸1－(4－ピリジル)ピリジニウムクロリド　1－(4－ピリジル)ピリジニウム塩化物塩酸塩　を見よ．

塩酸ピリドキシン　ピリドキシン塩酸塩　を見よ．

塩酸1,10－フェナントロリニウム一水和物　塩化1,10－フェナントロリニウム一水和物　を見よ．

塩酸*o*－フェナントロリン　塩化1,10－フェナントロリニウム一水和物　を見よ．

塩酸フェニルヒドラジニウム　塩化フェニルヒドラジニウム　を見よ．

塩酸フェニルヒドラジニウム試液　塩化フェニルヒドラジニウム試液　を見よ．

塩酸フェニルヒドラジン　塩化フェニルヒドラジニウム　を見よ．

塩酸フェニルヒドラジン試液　塩化フェニルヒドラジニウム試液　を見よ．

塩酸フェニルピペラジン　1－フェニルピペラジン一塩酸塩　を見よ．

塩酸フェネチルアミン　フェネチルアミン塩酸塩　を見よ．

塩酸プソイドエフェドリン　プソイドエフェドリン塩酸塩　を見よ．

塩酸ブホルミン，定量用　ブホルミン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸プロカイン　プロカイン塩酸塩　を見よ．

塩酸プロカイン，定量用　プロカイン塩酸塩　を見よ．

塩酸プロカインアミド　プロカインアミド塩酸塩　を見よ．

塩酸プロカインアミド，定量用　プロカインアミド塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸プロカテロール　プロカテロール塩酸塩水和物　を見よ．

塩酸プロパフェノン，定量用　プロパフェノン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸プロプラノロール，定量用　プロプラノロール塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ペチジン，定量用　ペチジン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ベニジピン　ベニジピン塩酸塩　を見よ．

塩酸ベニジピン，定量用　ベニジピン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ベラパミル，定量用　ベラパミル塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ベンゾイルヒパコニン，成分含量測定用　ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ベンゾイルメサコニン，成分含量測定用　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸ベンゾイルメサコニン，薄層クロマトグラフィー用　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

塩酸ミノサイクリン　ミノサイクリン塩酸塩　を見よ．

塩酸メタサイクリン　メタサイクリン塩酸塩　を見よ．

***dl*－塩酸メチルエフェドリン**　*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩　を見よ．

***dl*－塩酸メチルエフェドリン，定量用**　*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩　を見よ．

塩酸メトホルミン，定量用　メトホルミン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸メピバカイン，定量用　メピバカイン塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸メフロキン　メフロキン塩酸塩　を見よ．

塩酸モルヒネ　モルヒネ塩酸塩水和物　を見よ．

塩酸モルヒネ，定量用　モルヒネ塩酸塩水和物，定量用　を見よ．

塩酸ラベタロール　ラベタロール塩酸塩　を見よ．

塩酸ラベタロール，定量用　ラベタロール塩酸塩，定量用　を見よ．

塩酸L－リジン　L－リシン塩酸塩　を見よ．

塩酸リトドリン　リトドリン塩酸塩　を見よ．

塩酸ロキサチジンアセタート　ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩　を見よ．

塩素　Cl_2　窒息性のにおいがある黄緑色の気体で，空気より重く，水に溶ける．サラシ粉に塩酸を作用させて製する．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい．

塩素試液　塩素の飽和水溶液を用いる．遮光した共栓瓶に入れ，全満してなるべく冷所に保存する．

塩素酸カリウム　$KClO_3$　[K 8207，特級]

遠藤培地　普通カンテン培地1000mLを水溶中で加温して溶かし，pHを7.5～7.8に調整し，これにあらかじめ少量の水に溶かした乳糖一水和物10gを加え，よく混和した後，フクシン・エタノール試液1mLを加え，冷却して約50℃になったとき，新たに製した亜硫酸ナトリウム七水和物溶液(1→10)を液が淡赤色になるまで少量ずつ滴加する．この際の亜硫酸ナトリウム七水和物溶液(1→10)は約10～15mLを要する．この液を分注し，100℃で15分間，1日1回，3日間，間欠滅菌する．

遠藤平板培地　遠藤培地を加熱して溶解した後，約50℃に冷却し，その約20mLをペトリ皿にとり，水平にして固まらせる．次に皿のふたを少し開いてふらん器内に入れ，内部の水蒸気及び平板上の凝固水を揮散させる．

エンドトキシン試験用水　医薬品各条の「注射用水」若しくは「注射用水(容器入り)」又はその他の水で，エンドトキシン試験に用いるライセート試薬の検出限界以上の濃度のエンドトキシンを含まず，エンドトキシン試験を行うのに適したもの．

エンドトキシン試験用トリス緩衝液　トリス緩衝液，エンドトキシン試験用　を見よ．

エンフルラン　$C_3H_2ClF_5O$　[医薬品各条]

オウゴニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{12}O_5$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：204～208℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長207～211nm及び273～277nmに吸収の極大を示

す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液10μLにつき，「柴苓湯エキス」の確認試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

王水　塩酸3容量に硝酸1容量を加える．用時製する．

***p*－オキシ安息香酸**　パラオキシ安息香酸　を見よ．

***p*－オキシ安息香酸イソプロピル**　パラオキシ安息香酸イソプロピル　を見よ．

***p*－オキシ安息香酸ベンジル**　パラオキシ安息香酸ベンジルを見よ．

2－オキシ－1－(2′－オキシ－4′－スルホ－1′－ナフチルアゾ)－3－ナフトエ酸　2－ヒドロキシ－1－(2－ヒドロキシ－4－スルホ－1－ナフチルアゾ)－3－ナフトエ酸　を見よ．

8－オキシキノリン　8－キノリノール　を見よ．

オキシコドン塩酸塩水和物，定量用　$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$　[医薬品各条，「オキシコドン塩酸塩水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，オキシコドン塩酸塩($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl)99.0%以上を含むもの]

オキシトシン　$C_{43}H_{66}N_{12}O_{12}S_2$　[医薬品各条]

***n*－オクタデカン**　$C_{18}H_{38}$　常温では無色又は白色の固体である．

純度試験　溶状　本品のクロロホルム溶液(1→25)は澄明である．

オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用　前処理用に製造したもの．

1－オクタノール　$CH_3(CH_2)_6CH_2OH$　[K 8213，特級]

***n*－オクタン**　C_8H_{18}

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.700～0.705

純度試験　本品2μLにつき，「ヒプロメロース」の定量法の試験条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により*n*－オクタンの量を求めるとき，99.0%以上である．

オクタン，イソ　無色の液で，水にほとんど溶けない．クロロホルム又はジエチルエーテルと混和する．

純度試験　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長230nm，250nm及び280nmにおける吸光度は，それぞれ0.050，0.010及び0.005以下である．

1－オクタンスルホン酸ナトリウム　$CH_3(CH_2)_7SO_3Na$　白色の結晶又は粉末である．

強熱残分〈2.44〉　32.2～33.0%(1.0g).

オクチルアルコール　1－オクタノール　を見よ．

***n*－オクチルベンゼン**　$C_{14}H_{22}$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.854～0.863

蒸留試験〈2.57〉　263～265℃，95vol%以上．

オストール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{16}O_3$　白色の結晶性の粉末で，においはない．メタノール又は酢酸エチルに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：83～84℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かした液10μLにつき，「ジャショウシ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

オフロキサシン　$C_{18}H_{20}FN_3O_4$　[医薬品各条]

オフロキサシン脱メチル体　「(±)－9－フルオロ－2,3－ジヒドロ－3－メチル－7－オキソ－7*H*－10－(1－ピペラジニル)－ピリド[1,2,3－*de*][1,4]ベンゾキサジン－6－カルボン酸」$C_{17}H_{18}FN_3O_4$　白色～淡緑黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3050cm^{-1}，2840cm^{-1}，1619cm^{-1}，1581cm^{-1}，1466cm^{-1}，1267cm^{-1}，1090cm^{-1}，1051cm^{-1}及び816cm^{-1}付近に吸収を認める．

オリブ油　[医薬品各条]

オルシン　$C_7H_3O_2$　白色～淡赤褐色の結晶又は結晶性の粉末で，不快な甘味を有し，空気中で酸化されて赤くなる．水，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶ける．

融点〈2.60〉　107～111℃

オルシン・塩化第二鉄試液　オルシン・塩化鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

オルシン・塩化鉄(Ⅲ)試液　塩化鉄(Ⅲ)六水和物の塩酸溶液(1→1000)1mLにオルシン10mgを加えて溶かす．用時製する．

オルトキシレン　*o*－キシレン　を見よ．

オルトトルエンスルホンアミド　*o*－トルエンスルホンアミドを見よ．

オレイン酸　$C_{18}H_{34}O_2$　無色又は微黄色澄明の液体で，わずかに特異なにおいがある．エタノール(95)，ジエチルエーテルに混和し，水にほとんど溶けない．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：約0.9

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品40μLに三フッ化ホウ素のメタノール溶液(3→20)1mLを加えて混和し，水浴上で3分間加熱する．放冷後，石油エーテル10mL及び水10mLを加えて振とう後，静置し，石油エーテル層を分取し，試料溶液とする．この液0.2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりオレイン酸メチルの量を求める．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリアクリル酸メチルを149～177μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5～10%の割合で被覆させたものを充てんする．

カラム温度：220℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：オレイン酸メチルの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオレイン酸メチルの保持時間の約2倍の範囲

海砂　白，灰色，褐色又は黒色などの粒の混ざったものであり，粒の大きさは0.3～1.0mm程度である．

カイニン酸　カイニン酸水和物　を見よ．

カイニン酸，定量用　カイニン酸水和物　を見よ．

カイニン酸水和物　$C_{10}H_{15}NO_4$・H_2O　[医薬品各条]

カイニン酸水和物，定量用　カイニン酸水和物　を見よ．

過塩素酸　$HClO_4$　[K 8223，特級，密度約1.67g/mL，濃度70.0～72.0%]

過塩素酸・エタノール試液　過塩素酸25.5mLをエタノール(99.5)50mLに注意しながら加え，冷後，エタノール(99.5)を加えて100mLとする(3mol/L).

過塩素酸・無水エタノール試液　過塩素酸・エタノール試液　を見よ.

過塩素酸第二鉄　過塩素酸鉄(Ⅲ)六水和物　を見よ.

過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液　過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液　を見よ.

過塩素酸鉄(Ⅲ)六水和物　$Fe(ClO_4)_3 \cdot 6H_2O$　吸湿性のある薄紫色の結晶で，エタノール(99.5)溶液(1→125)は澄明な橙赤色を呈する.

過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液　過塩素酸鉄(Ⅲ)六水和物0.8gを過塩素酸・エタノール試液に溶かし，100mLとする.
貯法　気密容器に入れ，冷所に保存する.

過塩素酸ナトリウム　過塩素酸ナトリウム一水和物　を見よ.

過塩素酸ナトリウム一水和物　$NaClO_4 \cdot H_2O$　[K 8227，特級]

過塩素酸バリウム　$Ba(ClO_4)_2$　[K 9551，特級]

過塩素酸ヒドロキシルアミン　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩　を見よ.

過塩素酸ヒドロキシルアミン試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液　を見よ.

過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液　を見よ.

過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液　を見よ.

過塩素酸リチウム　$LiClO_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末である.
含量　98%以上.　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，水30mLに溶かし，カラム(カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)約25mLを内径約11mm，高さ30cmのクロマトグラフィー管に注入し，1mol/L塩酸試液200mLを加え1分間に3～4mLの流量で流出させた後，水を流し，流出液にメチルオレンジ試液を加えたときに色が黄みの赤になるまで繰り返し洗浄して調製したもの)に入れ，1分間に3～4mLの流量で流出する．次に水約30mLずつ1分間3～4mLの速度で5回洗う．洗液を流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液3滴)．同様な方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝10.64mg $LiClO_4$

過ギ酸　ギ酸9容量に過酸化水素(30)1容量を混和し，室温で2時間放置する.
貯法　冷所に保存する.

核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸　重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水　重水，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸　重水素化ギ酸，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム　重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド　重水素化ジメチルスルホキシド，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン　重水素化ピリジン，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール　重水素化メタノール，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化溶媒　重水素化溶媒，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシラン　テトラメチルシラン，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用トリフルオロ酢酸　トリフルオロ酢酸，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム　3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4　3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用　を見よ.

過酸化水素(30)　H_2O_2　[K 8230，過酸化水素，特級，濃度30.0～35.5%]

過酸化水素試液　過酸化水素(30)1容量に水9容量を加える．用時製する(3%).

過酸化水素試液，希　過酸化水素(30)1mLに水500mLを混和する．この液5mLに水を加えて100mLとする．用時製する.

過酸化水素・水酸化ナトリウム試液　水／過酸化水素(30)混液(9：1)にブロモフェノールブルー試液3滴を加え，液の色が紫青色を呈するまで0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加える．用時製する.

過酸化水素水，強　過酸化水素(30)　を見よ.

過酸化ナトリウム　Na_2O_2　[K 8231，特級]

過酸化ベンゾイル，25%含水　$(C_6H_5CO)_2O_2$　白色の湿った結晶又は粉末で，クロロホルム又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．本品を乾燥したものの融点〈*2.60*〉　103～106℃(分解).
乾燥減量〈*2.41*〉　30%以下(0.1g，減圧，シリカゲル，恒量).

ガスクロマトグラフィー用アセトアルデヒド　アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステル　アルキレングリコールフタル酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用エタノール　エタノール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステル　コハク酸ジエチレングリコールポリエステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピルフェニル－94%ジメチルシリコーンポリマー　6%シアノプロピルフェニル－94%ジメチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピル－6%フェニル－メチルシリコーンポリマー　6%シアノプロピル－6%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用7%シアノプロピル－7%フェニル－メチルシリコーンポリマー　7%シアノプロピル－7%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

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

ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル　ジエチレングリコールアジピン酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステル　ジエチレングリコールコハク酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサン　5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸　ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物(L)　石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物(L)，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用D－ソルビトール　D－ソルビトール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン　テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン　テトラヒドロフラン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール　ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸　パルミチン酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマー　25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用35%フェニル－メチルシリコーンポリマー　35%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用50%フェニル－メチルシリコーンポリマー　50%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用65%フェニル－メチルシリコーンポリマー　65%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用50%フェニル－50%メチルポリシロキサン　50%フェニル－50%メチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリアクリル酸メチル　ポリアクリル酸メチル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール　ポリアルキレングリコール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールモノエーテル　ポリアルキレングリコールモノエーテル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20M　ポリエチレングリコール20M，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール400　ポリエチレングリコール400，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール600　ポリエチレングリコール600，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500　ポリエチレングリコール1500，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール6000　ポリエチレングリコール6000，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物　ポリエチレングリコールエステル化物，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール15000－ジエポキシド　ポリエチレングリコール15000－ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

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

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

ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸　無水トリフルオロ酢酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマー　メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

カゼイン(乳製)　カゼイン，乳製　を見よ．

カゼイン，乳製　白色～淡黄色の粉末又は粒である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数1650cm^{-1}，1540cm^{-1}及び1250cm^{-1}付近に吸収を認める．

カゼイン製ペプトン　ペプトン，カゼイン製　を見よ．

活性アルミナ　吸着力の特に強い酸化アルミニウム．

活性炭　[医薬品各条，「薬用炭」]

活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液　リン脂質0.4mgに相当する量の活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬をとり，水1mLに溶かす．

活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬　ウサギ脳から抽出，精製したリン脂質(0.4mg/mL)を*N*－2－ヒドロキシエチルピペラジン－*N*′－2－エタンスルホン酸溶液(61→5000)1mLに懸濁し，シリカゲル4.3mg及びデキストランを添加後，凍結乾燥したもので，ヒト正常血漿を用いたときの活性部分トロンボプラスチン時間は25～45秒である．

カテコール　$C_6H_4(OH)_2$　白色の結晶である．

融点〈2.60〉　104～107℃

貯法　遮光した気密容器．

果糖　$C_6H_{12}O_6$　[医薬品各条]

カドミウム・ニンヒドリン試液　酢酸カドミウム二水和物50mgに水5mL及び酢酸(100)1mLを加えて溶かし，更に2－ブタノンを加えて50mLとする．この液にニンヒドリン0.1gを加えて溶かす．用時製する．

カドミウム地金　Cd　[H 2113，1種]

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

カナマイシン硫酸塩　$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$・xH_2SO_4　[医薬品各条]

カフェイン　カフェイン水和物　を見よ．

カフェイン，無水　$C_8H_{10}N_4O_2$　[医薬品各条，「無水カフェイン」]

カフェイン水和物　$C_8H_{10}N_4O_2$・H_2O　[医薬品各条]

カプサイシン，成分含量測定用　(*E*)－カプサイシン，定量用　を見よ．

カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

(*E*)－カプサイシン，成分含量測定用　(*E*)－カプサイシン，定量用　を見よ．

(*E*)－カプサイシン，定量用　$C_{18}H_{27}NO_3$　(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(281nm)：97～105(10mg，メタノール，200mL)．ただし，デシケーター(減圧，酸化リン(V)，40℃)で5時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカプサイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のカプサイシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「トウガラシ」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカプサイシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「トウガラシ」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たカプサイシンのピーク面積が，標準溶液のカプサイシンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{27}NO_3$　白色の結晶で強い刺激臭がある．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　65～70℃

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

カプリル酸　$CH_3(CH_2)_6COOH$　無色澄明の油状液体で，わずかに不快なにおいがある．エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

屈折率〈*2.45*〉　n^{20}_{D}：1.426～1.430

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{4}：0.908～0.912

蒸留試験〈*2.57*〉　238～242℃，95vol%以上．

***n*－カプリル酸エチル**　$C_{10}H_{20}O_2$　無色～ほとんど無色澄明の液体である．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.864～0.871

純度試験　類縁物質　本品0.10gを，ジクロロメタン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)5μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の*n*－カプリル酸エチル以外のピークの合計面積は標準溶液(1)の*n*－カプリル酸エチルのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ハッカ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)5μLから得た*n*－カプリル酸エチルのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)5μLから得た*n*－カプリル酸エチルのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から*n*－カプリル酸エチルの保持時間の約3倍の範囲

過マンガン酸カリウム　$KMnO_4$　[K 8247，特級]

過マンガン酸カリウム試液　過マンガン酸カリウム3.3gを水に溶かし，1000mLとする(0.02mol/L)．

過マンガン酸カリウム試液，酸性　過マンガン酸カリウム試液100mLに硫酸0.3mLを加える．

過ヨウ素酸カリウム　KIO_4　[K 8249，過よう素酸カリウム，特級]

過ヨウ素酸カリウム試液　過ヨウ素酸カリウム2.8gに水200mLを加え，これに硫酸20mLを振り混ぜながら滴加して溶かし，冷後，水を加えて1000mLとする．

過ヨウ素酸ナトリウム　$NaIO_4$　[K 8256，過よう素酸ナトリウム，特級]

過ヨウ素酸ナトリウム試液　過ヨウ素酸ナトリウム60.0gを0.05mol/L硫酸試液120mL及び水に溶かし，1000mLとする．遮光して保存する．

D－ガラクトサミン塩酸塩　$C_6H_{13}NO_5$・HCl　白色の粉末である．融点：約180℃(分解)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋90～＋97°(1g，水，100mL，100mm)．

ガラクトース　D－ガラクトース　を見よ．

D－ガラクトース　$C_6H_{12}O_6$　白色の結晶，粒又は粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉

の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3390cm^{-1}，3210cm^{-1}，3140cm^{-1}，1151cm^{-1}，1068cm^{-1}，956cm^{-1}，836cm^{-1}，765cm^{-1}及び660cm^{-1}付近に吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋79～＋82°(デシケーター(シリカゲル)で18時間乾燥後，2.5g，薄めたアンモニア水(28)(1→300)，25mL，100mm)．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液(1)　基質試液(1)，カリジノゲナーゼ測定用　を見よ．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液(2)　基質試液(2)，カリジノゲナーゼ測定用　を見よ．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液(3)　基質試液(3)，カリジノゲナーゼ測定用　を見よ．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液(4)　基質試液(4)，カリジノゲナーゼ測定用　を見よ．

過硫酸アンモニウム　ペルオキソ二硫酸アンモニウム　を見よ．

過硫酸カリウム　ペルオキソ二硫酸カリウム　を見よ．

カルバゾクロム　$C_{10}H_{12}N_4O_3$　黄赤色～赤色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約222℃(分解)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，酢酸(100)20mLを加え，加温して溶かした後，無水酢酸80mLを加え，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝23.62mg $C_{10}H_{12}N_4O_3$

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム，成分含量測定用　カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物　を見よ．

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物　$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S\cdot 3H_2O$　[医薬品各条，「カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物」ただし，換算した脱水物に対し，カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$)99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

水分〈2.48〉　14.0～15.0%

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

融点〈2.60〉　243～245℃

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

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

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

カルバミン酸エチル　$H_2NCOOC_2H_5$　白色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉　48～50℃

純度試験　溶状　本品5gを水20mLに溶かすとき，液は澄明である．

カルバミン酸クロルフェネシン，定量用　クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用　を見よ．

カルベジロール，定量用　$C_{24}H_{26}N_2O_4$　[医薬品各条，「カルベジロール」]

還元鉄　Fe　鉄粉　を見よ．

緩衝液，セルモロイキン用　pH6.8の0.5mol/Lトリス緩衝液12.5mL，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→10)10mL，グリセリン10mL及び水17.5mLを加えて振り混ぜた後，ブロモフェノールブルー5mgを加えて溶かす．

貯法　遮光して，冷所に保存する．

緩衝液用1mol/Lクエン酸試液　クエン酸試液，1mol/L，緩衝液用　を見よ．

緩衝液用0.2mol/Lフタル酸水素カリウム試液　フタル酸水素カリウム試液，0.2mol/L，緩衝液用　を見よ．

緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液　0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液，緩衝液用　を見よ．

緩衝液用1mol/Lリン酸一水素カリウム試液　リン酸水素二カリウム試液，1mol/L，緩衝液用　を見よ．

緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液　リン酸水素二カリウム試液，1mol/L，緩衝液用　を見よ．

緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液　リン酸二水素カリウム試液，0.2mol/L，緩衝液用　を見よ．

25%含水過酸化ベンゾイル　過酸化ベンゾイル，25%含水　を見よ．

4%含水中性アルミナ　中性アルミナ，4%含水　を見よ．

乾燥炭酸ナトリウム　Na_2CO_3　[医薬品各条]

乾燥用塩化カルシウム　塩化カルシウム，乾燥用　を見よ．

乾燥用合成ゼオライト　合成ゼオライト，乾燥用　を見よ．

カンデサルタンシレキセチル，定量用　$C_{33}H_{34}N_6O_6$　[医薬品各条，「カンデサルタンシレキセチル」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)99.5%以上を含み，「カンデサルタンシレキセチル」の純度試験(2)を行うとき，試料溶液のカンデサルタンシレキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1／2より大きくないもの]

カンテン　[K 8263，寒天，特級，又は医薬品各条，「カンテン」又は「カンテン末」ただし，それぞれ乾燥減量は15%以下のもの]

カンテン斜面培地　試験管に普通カンテン培地約10mLずつを分注し，高圧蒸気滅菌を行った後，培地が固まらないうちに試験管を斜めに静置して固まらせる．凝固水のなくなったものは，再び加温溶解して製する．

カンテン培地，普通　普通カンテン培地　を見よ．

含糖ペプシン　[医薬品各条]

***d*－カンファスルホン酸**　$C_{10}H_{16}O_4S$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．水に極めて溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすい．

純度試験　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，105℃，5時間)．

含量　換算した乾燥物に対し，99.0%以上．　**定量法**　本品約4gを精密に量り，水50mLを加えて溶かし，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝232.3mg $C_{10}H_{16}O_4S$

カンフル　$C_{10}H_{16}O$　[医薬品各条，「*d*－カンフル」又は「*dl*－カンフル」]

希エタノール　エタノール，希　を見よ．

希塩化第二鉄試液　塩化鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

希塩化鉄(Ⅲ)試液　塩化鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

希塩酸　塩酸，希　を見よ．

希過酸化水素試液　過酸化水素試液，希　を見よ．

希ギムザ試液　プラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉　を見よ．

希五酸化バナジウム試液　酸化バナジウム(V)試液，希　を見よ．

希酢酸　酢酸，希　を見よ．

ギ酸　HCOOH　[K 8264，ぎ酸，特級，密度1.21g/mL以上]

ギ酸アンモニウム　$HCOONH_4$　無色の結晶で，水に極めて溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　116～119℃

ギ酸アンモニウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0　ギ酸アンモニウム3.15gを水750mLに溶かし，ギ酸を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

希酸化バナジウム(V)試液　酸化バナジウム(V)試液，希　を見よ．

キサンテン　$C_{13}H_{10}O$　白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈*2.60*〉　98～102℃

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.15g).

キサンテン－9－カルボン酸　$C_{14}H_{10}O_3$　プロパンテリン臭化物0.25gに水5mL及び水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かす．この液を沸騰するまで加熱し，更に2分間加熱を続ける．60℃に冷却した後，希硫酸5mLを加え，冷後，沈殿をろ取し，水でよく洗う．残留物を希エタノールから再結晶した後，デシケーター(減圧，シリカゲル)で3時間乾燥する．

融点〈*2.60*〉　217～222℃

キサントヒドロール　$C_{13}H_{10}O_2$　白色～微黄色の粉末で，エタノール(95)，酢酸(100)，クロロホルム又はジエチルエーテルに溶け，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　121～124℃

強熱残分〈*2.44*〉　2.0%以下(0.5g).

キサントン　$C_{13}H_8O_2$　淡黄色の粉末で，クロロホルムに溶けやすく，熱湯又はジエチルエーテルに溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　174～176℃

純度試験　類縁物質　本品50mgをとり，クロロホルムに溶かし，正確に10mLとした液5μLにつき，「プロパンテリン臭化物」の純度試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.7の主スポット以外のスポットを認めない．

ギ酸*n*－ブチル　$HCOO(CH_2)_3CH_3$　無色の澄明な液で，特異なにおいがある．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.884～0.904

希次酢酸鉛試液　次酢酸鉛試液，希　を見よ．

希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液，噴霧用　L－酒石酸10gを水50mLに溶かす．これに次硝酸ビスマス試液5mLを加える．

基質緩衝液，セルモロイキン用　クエン酸三カリウム一水和物32.4gを水に溶かして1000mLとし，緩衝液用1mol/Lクエン酸試液を加えてpH5.5に調整する．この液100mLに*o*－フェニレンジアミン0.44gを加えて溶かした後，過酸化水素(30)60μLを加える．用時製する．

基質試液，塩化リゾチーム用　基質試液，リゾチーム塩酸塩用を見よ．

基質試液，リゾチーム塩酸塩用　*Micrococcus luteus*の乾燥菌体適量にpH6.2のリン酸塩緩衝液を加えて穏やかに振り混ぜ，混濁した後，波長640nmの吸光度が約0.65になるように，更に乾燥菌体又はpH6.2のリン酸塩緩衝液を加える．用時製する．

基質試液(1)，カリジノゲナーゼ測定用　H－D－バリル－L－ロイシル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド二塩酸塩の適量をとり，pH8.0の0.1mol/Lトリス緩衝液に溶かし，その5mL中にH－D－バリル－L－ロイシル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド二塩酸塩1mgを含む溶液を調製する．

基質試液(2)，カリジノゲナーゼ測定用　*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル塩酸塩17.7mgをpH8.0の0.1mol/Lトリス緩衝液に溶かし，全量を100 mLとする．

基質試液(3)，カリジノゲナーゼ測定用　ハンマーステン法により精製した乳製カゼイン0.6gを0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液80mLに懸濁し，65℃で20分間加温して溶かす．冷後，1mol/L塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整し，水を加えて正確に100mLとする．用時調製する．

基質試液(4)，カリジノゲナーゼ測定用　H－D－バリル－L－ロイシル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド二塩酸塩25mgを水28.8mLに溶かす．

希2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液，希　を見よ．

希*p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

希4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

希硝酸　硝酸，希　を見よ．

キシリトール　$C_5H_{12}O_5$　[医薬品各条]

キシレノールオレンジ　$C_{31}H_{30}N_2Na_2O_{13}S$　[K 9563，特級]

キシレノールオレンジ試液　キシレノールオレンジ0.1gを水に溶かし，100mLとする．

キシレン　$C_6H_4(CH_3)_2$　[K 8271，1級]

***o*－キシレン**　$C_6H_4(CH_3)_2$　無色澄明の液体である．

屈折率〈*2.45*〉　n^{20}_{D}：1.501～1.506

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{4}：0.875～0.885

蒸留試験〈*2.57*〉　143～146℃，95vol%以上．

キシレンシアノールFF　$C_{25}H_{27}N_2NaO_6S_2$　[K 8272，特級]

キシロース　D－キシロース　を見よ．

D－キシロース　$C_5H_{10}O_5$　[食品添加物公定書，D－キシロース]

希水酸化カリウム・エタノール試液　水酸化カリウム・エタノール試液，希　を見よ．

希水酸化ナトリウム試液　水酸化ナトリウム試液，希　を見よ．

希チモールブルー試液　チモールブルー試液，希　を見よ．

***n*－吉草酸**　$CH_3(CH_2)_3COOH$　無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがある．エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和し，水にやや溶けやすい．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.936～0.942

蒸留試験〈2.57〉　186～188℃，98vol%以上.

希鉄・フェノール試液　鉄・フェノール試液，希　を見よ.

キナプリル塩酸塩，定量用　$C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl　[医薬品各条，「キナプリル塩酸塩」ただし，「キナプリル塩酸塩」の純度試験(2)を行うとき，試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約0.5及び約2.0のピーク面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のキナプリル及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のキナプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の2倍より大きくないもの]

キニジン硫酸塩水和物　$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2$・H_2SO_4・$2H_2O$　[医薬品各条]

キニーネ硫酸塩水和物　$(C_{20}H_{21}N_2O_2)_2$・H_2SO_4・$2H_2O$　[医薬品各条]

キニノーゲン　ウシ血漿より精製したキニノーゲン．ただし，本品の適量をとり，pH8.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その10mL中にキニノーゲン1mgを含む溶液を調製して試料溶液とし，以下の試験を行うとき，適合する．

(ⅰ)　調製直後の試料溶液0.5mLにトリクロロ酢酸溶液(1→5)0.1mLを加えて振り混ぜ，遠心分離する．上澄液0.5mLにpH8.0のゼラチン・トリス緩衝液0.5mLを加えて振り混ぜた後，0.1mLを量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液1.9mLを加える．この液0.1mLを用いて，「カリジノゲナーゼ」の純度試験(2)を準用し，キニン量を測定するとき，キニンは検出されない．

(ⅱ)　試験溶液0.5mLを30±0.5℃で20分間加温し，(ⅰ)と同様に操作するとき，キニンは検出されない．

(ⅲ)　試料溶液0.5mLを用いて，「カリジノゲナーゼ」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，ブラジキニンの分解を認めない．

(ⅳ)　試料溶液0.5mLに，あらかじめ30±0.5℃で5分間加温した500μgの結晶トリプシンを含むpH8.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液0.5mLを加え，30±0.5℃で5分間加温し，トリクロロ酢酸溶液(1→5)0.2mLを加えて振り混ぜる．3分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離する．上澄液0.5mLにpH8.0のゼラチン・トリス緩衝液0.5mLを加えて振り混ぜた後，0.1mLを量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液0.9mLを加える．この液0.1mLにトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液を加えて20mLとし，(ⅰ)と同様に操作して，1ウェル当たりのキニン量B_Kを測定する．次の式から本品1mgのキニン遊離能を求めるとき，キニン遊離能はブラジキニンとして10μg/mg以上である．

本品1mgのキニン遊離能(μgブラジキニン等量/mg)
　$= B_K \times 0.0096$

キニノーゲン試液　キニノーゲン適量をとり，pH8.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にブラジキニン1μg以上のキニン遊離能を持つ溶液を調製する．

8－キノリノール　C_9H_7NO　[K 8775，特級]

キノリン　C_9H_7N　[K 8279，特級]

キノリン試液　キノリン50mLを，あらかじめ加温した薄めた塩酸(1→6)360mLに加えて混和し，冷後，必要ならばろ過する．

希フェノールレッド試液　フェノールレッド試液，希　を見よ.

希フォリン試液　フォリン試液，希　を見よ.

希ブロモフェノールブルー試液　ブロモフェノールブルー試液，希　を見よ.

希ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，希　を見よ.

希ホルムアルデヒド試液　プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉　を見よ.

ギムザ試液　アズールⅡ－エオシンY3g及びアズールⅡ0.8gをグリセリン250gに加え，60℃に加温して溶かし，冷後，メタノール250gを加え，よく混和して製する．24時間放置した後，ろ過する．密栓して保存する．

　アズールⅡ－エオシンYはエオシンYとアズールⅡを結合させたもの．

　アズールⅡはメチレンブルーを酸化して製したメチレンアズール(アズールⅠ)とメチレンブルーの等量混合物である．

希メチルレッド試液　メチルレッド試液，希　を見よ.

吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド　ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用　を見よ.

吸収スペクトル用ヘキサン　ヘキサン，吸収スペクトル用　を見よ.

吸収スペクトル用*n*－ヘキサン　ヘキサン，吸収スペクトル用　を見よ.

強アンモニア水　アンモニア水(28)　を見よ.

強塩基性イオン交換樹脂　イオン交換基が強塩基性で，粒子径が100 μm程度のもの.

強過酸化水素水　過酸化水素(30)　を見よ.

強酢酸第二銅試液　酢酸銅(Ⅱ)試液，強　を見よ.

強酢酸銅(Ⅱ)試液　酢酸銅(Ⅱ)試液，強　を見よ.

強酸性イオン交換樹脂　イオン交換基が強酸性で，粒子径が100μm程度のもの.

希ヨウ素試液　ヨウ素試液，希　を見よ.

希硫酸　硫酸，希　を見よ.

希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ.

希硫酸第二鉄アンモニウム試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ.

[6]－ギンゲロール，成分含量測定用　[6]－ギンゲロール，定量用　を見よ.

[6]－ギンゲロール，定量用　[6]－ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E_{1cm}^{1\%}$(281nm)：101～112　(7mg，エタノール(99.5)，200mL).

純度試験　類縁物質　本品5mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の[6]－ギンゲロール以外のピークの合計面積は，標準溶液の[6]－ギンゲロールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「半夏厚朴湯エキス」の定量法(3)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：[6]－ギンゲロールの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性については「半夏厚朴湯エキス」の定量法(3)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得られた[6]－ギンゲロールのピーク面積が，標準溶液10μLから得た[6]－ギンゲロールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

[6]－ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{26}O_4$　黄白色～黄色の液体又は固体である．メタノール，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品のエタノール(99.5)溶液(7→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長279～283nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール2mLを正確に加えて溶かした液10μLにつき，「ショウキョウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

ギンセノシドRc　$C_{53}H_{90}O_{22}$・xH_2O　白色の結晶性の粉末で，においはない．

純度試験　本品1mgを薄めたメタノール(3→5)に溶かし，10mLとし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「ニンジン」の定量法(2)の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉によりギンセノシドRcが溶出し終わるまで試験を行う．試料溶液のギンセノシドRc以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の1／10より大きくない．

ギンセノシドRe　$C_{48}H_{82}O_{18}$・xH_2O　白色の結晶性の粉末で，においはない．

純度試験　本品1.0mgを薄めたメタノール(3→5)に溶かし，10mLとし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「ニンジン」の定量法(1)の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉によりギンセノシドReが溶出し終わるまで試験を行う．試料溶液のギンセノシドRe以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の1／10より大きくない．

ギンセノシドRg1，薄層クロマトグラフィー用　$C_{42}H_{72}O_{14}$　白色の結晶性の粉末で，味はわずかに苦い．メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　194～196.5℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かした液20μLにつき，「ニンジン」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

金属ナトリウム　ナトリウム　を見よ．

キンヒドロン　$C_6H_4(OH)_2$・$C_6H_4O_2$　緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　169～172℃

グアイフェネシン　$C_{10}H_{14}O_4$　[医薬品各条]

グアニン　$C_5H_5N_5O$　白色～微黄白色の粉末である．

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

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5g，105℃，4時間)．

グアヤコール　$CH_3OC_6H_4OH$　無色～黄色澄明の液又は無色の結晶で，特異な芳香がある．水にやや溶けにくく，エタノール(95)，クロロホルム又はジエチルエーテルに混和する．

融点：約28℃

純度試験　本品0.5μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりグアヤコールの量を求めるとき，99.0%以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：グアヤコールの保持時間が4～6分になるように調整する．

検出感度：本品0.5μLから得たグアヤコールのピーク高さがフルスケールの約90%になるように調整する．

面積測定範囲：グアヤコールの保持時間の約3倍の範囲

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

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

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

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

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

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

注入口温度：200℃

検出器温度：250℃

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：グアヤコールの保持時間が約8分になるように調整する．

スプリット比：1：50

システム適合性

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

システムの性能：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，グアヤコールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ200000段以上，1.5以下である．

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

グアヤコールスルホン酸カリウム　$C_7H_7KO_5S$　[医薬品各条]

クエン酸　クエン酸一水和物　を見よ．

クエン酸一水和物　$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$　[K 8283，くえん酸一水和物，特級，又は医薬品各条，「クエン酸水和物」]

クエン酸試液，0.01mol/L　クエン酸一水和物2.1gを水に溶かし，1000mLとする．

クエン酸試液，1mol/L，緩衝液用　クエン酸一水和物210.14gを水に溶かし，1000mLとする．

クエン酸・酢酸試液　クエン酸一水和物1gに無水酢酸90mL及び酢酸(100)10mLを加え，振り混ぜて溶かす．

クエン酸・無水酢酸試液　クエン酸一水和物1gに無水酢酸50mLを加え，加熱して溶かす．用時製する．

クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液　クエン酸一水和物2.1g，リン酸水素二カリウム13.4g及びリン酸二水素カリウム3.1gを水／アセトニトリル混液(3：1)1000mLに溶かす．

クエン酸アンモニウム　クエン酸水素二アンモニウム　を見よ．

クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)　[食品添加物公定書，クエン酸鉄アンモニウム]

クエン酸三カリウム一水和物　$C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末．水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，非水滴定用酢酸50mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.44mg $C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$

クエン酸三ナトリウム二水和物　クエン酸ナトリウム水和物　を見よ．

クエン酸三ナトリウム試液，0.1mol/L　クエン酸三ナトリウム二水和物29.4gを水に溶かし，1000mLとする．

クエン酸水素二アンモニウム　$C_6H_{14}N_2O_7$　[K 8284，くえん酸水素二アンモニウム，特級]

クエン酸第二鉄アンモニウム　クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)　を見よ．

クエン酸ナトリウム　クエン酸ナトリウム水和物　を見よ．

クエン酸ナトリウム水和物　$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$　[K 8288，くえん酸三ナトリウム二水和物，特級，又は医薬品各条，「クエン酸ナトリウム水和物」]

クエン酸モサプリド，定量用　モサプリドクエン酸塩水和物，定量用　を見よ．

クペロン　$C_6H_9N_3O_2$　[K 8289，特級]

クペロン試液　クペロン6gを水に溶かし，100mLとする．用時製する．

クーマシー染色試液　クーマシーブリリアントブルーR－250 125mgを水／メタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)100mLに溶かし，ろ過する．

クーマシーブリリアントブルーG－250　$C_{47}H_{48}N_3NaO_7S_2$　濃紫色の粉末である．本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)は，波長608 nmに吸収の極大を示す．

クーマシーブリリアントブルーR－250　$C_{45}H_{44}N_3NaO_7S_2$　濃青紫色の粉末でにおいはない．

含量　50%以上．

グリココール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　$C_{26}H_{42}NNaO_6 \cdot xH_2O$　白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末である．水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．融点：約260℃(分解)．

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

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

純度試験　類縁物質　本品5mgをメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつにつき，「ユウタン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.2の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

グリコール酸　$C_2H_4O_3$　純度　98.0%以上

グリシン　H_2NCH_2COOH　[K 8291，特級]

グリース・ロメン亜硝酸試薬　1－ナフチルアミン1g，スルファニル酸10g及びL－酒石酸89gを乳鉢でよくすりつぶして製する．

貯法　遮光した気密容器．

グリース・ロメン硝酸試薬　1－ナフチルアミン1g，スルファニル酸10g及び亜鉛粉末1.5gを乳鉢でよくすりつぶして製する．

貯法　遮光した気密容器．

クリスタルバイオレット　$C_{25}H_{30}ClN_3 \cdot 9H_2O$　[K 8294，特級]

クリスタルバイオレット試液　クリスタルバイオレット0.1gを酢酸(100)10mLに溶かす．

グリセリン　$C_3H_8O_3$　[K 8295，特級，又は医薬品各条，「濃グリセリン」]

85%グリセリン　$C_3H_8O_3$　[医薬品各条，「グリセリン」]

グリセリン塩基性試液　グリセリン200gに水を加え，235gとする．この液に水酸化ナトリウム試液142.5mL及び水47.5mLを加える．

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{42}H_{62}O_{16} \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，特異な甘味がある．熱湯又

はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：213～218℃(分解).

純度試験　類縁物質　本品10mgを希エタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「カンゾウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

クルクミン　$C_{21}H_{20}O_6$　帯赤黄色の結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉　180～183℃

貯法　遮光した気密容器.

クルクミン，成分含量測定用　クルクミン，定量用　を見よ.

クルクミン，定量用　$C_{21}H_{20}O_6$　黄色～だいだい色の結晶性の粉末である．メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

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

融点〈2.60〉　180～184℃

純度試験　類縁物質

（1）　本品4mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値約0.5の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（2）　本品1.0mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクルクミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のクルクミンのピーク面積より大きくない.

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ウコン」の定量法の試験条件を準用する.

検出器：可視吸光光度計(測定波長：422nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクルクミンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の定量法のシステム適合性を準用する.

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

クルクミン試液　クルクミン0.125gを酢酸(100)に溶かし，100mLとする．用時製する.

D－グルコサミン塩酸塩　$C_6H_{13}NO_5$・HCl　白色の結晶又は結晶性の粉末である.

含量　98%以上.　**定量法**　本品約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，薄めた硝酸(1→3)5mLを加え，0.1moL/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).

0.1moL/L硝酸銀1mL＝21.56mg $C_6H_{13}NO_5$・HCl

4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}O_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にやや溶けにくい.

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

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

グルコースオキシダーゼ　*Aspergillus niger*から得たもので，白色の粉末である．水に溶けやすい．本品1mgは約200単位を含む．ただし，本品の1単位はグルコースを基質にして，pH7.0，25℃において1分間に1μmolの*d*－グルコノ－δ－ラクトンを生成する酵素量とする.

グルコース検出用試液　グルコースオキシダーゼ1600単位，4－アミノアンチピリン16mg，ペルオキシダーゼ145単位及びパラオキシ安息香酸0.27gをpH7.0のトリス緩衝液に溶かし，200mLとする.

グルコース検出用試液，ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用　グルコースオキシダーゼ500単位以上，ペルオキシダーゼ50単位以上，4－アミノアンチピリン10mg及びフェノール0.1gをpH7.2リン酸塩緩衝液に溶かし，100mLとする.

グルコン酸カルシウム，薄層クロマトグラフィー用　グルコン酸カルシウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ.

グルコン酸カルシウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　[医薬品各条，「グルコン酸カルシウム水和物」ただし，「グルコン酸カルシウム水和物」の確認試験(1)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めないもの]

グルタチオン　$C_{10}H_{17}N_3O_6S$　[医薬品各条]

L－グルタミン　$H_2NCO(CH_2)_2CH(NH_2)COOH$　[K 9103，L(＋)－グルタミン，特級]

グルタミン試液　プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉を見よ.

L－グルタミン酸　$HOOC(CH_2)_2CH(NH_2)COOH$　[K 9047，特級]

7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－4－メチルクマリン　$C_{23}H_{30}N_6O_7$　白色の粉末で，酢酸(100)に溶けやすく，ジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(325nm)：310～350　[2mg，薄めた酢酸(100)(1→500)，200mL].

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－50～－60°　[0.1g，薄めた酢酸(100)(1→2)，10mL，100mm].

純度試験　類縁物質　本品5mgを酢酸(100)0.5mLに溶かし，

試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(15：12：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．冷後，薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽中に入れ，30分間放置するとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－4－メチルクマリン試液　7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－4－メチルクマリン5mgを酢酸(100)0.5～1mLに溶かし，凍結乾燥する．これをジメチルスルホキシド1mLに溶かし，A液とする．2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール30.0g及び塩化ナトリウム14.6gを水400mLに溶かし，希塩酸を加えてpH8.5に調整し，水を加えて500mLとし，B液とする．A液1mL及びB液500mLを用時混和する．

クレゾール　$CH_3C_6H_4(OH)$　[医薬品各条]

***m*－クレゾール**　$CH_3C_6H_4(OH)$　[K 8305，特級]

***p*－クレゾール**　C_7H_8O　[K 8306，特級]

クレゾールレッド　$C_{21}H_{18}O_5S$　[K 8308，特級]

クレゾールレッド試液　クレゾールレッド0.1gをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

クロキサゾラム　$C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$　[医薬品各条]

クロトリマゾール　$C_{22}H_{17}ClN_2$　[医薬品各条]

クロフィブラート　$C_{12}H_{15}ClO_3$　[医薬品各条]

γ－グロブリン　ヒト血清よりCohnの第Ⅱ，Ⅲ分画として得られた血漿たん白質で，白色の結晶性の粉末であり，γ－グロブリンは総たん白質の98%以上である．

クロム酸・硫酸試液　硫酸に酸化クロム(Ⅵ)を飽和する．

クロム酸カリウム　K_2CrO_4　[K 8312，特級]

クロム酸カリウム試液　クロム酸カリウム10gを水に溶かし，100mLとする．

クロム酸銀飽和クロム酸カリウム試液　クロム酸カリウム5gを水50mLに溶かし，微赤色の沈殿を生じるまで硝酸銀試液を加えた後，ろ過する．ろ液に水を加えて100mLとする．

クロモトロプ酸　クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物　を見よ．

クロモトロプ酸試液　クロモトロープ酸試液　を見よ．

クロモトロプ酸試液，濃　クロモトロープ酸試液，濃　を見よ．

クロモトロープ酸試液　水30mLに硫酸68mLを注意して加え，冷後，水を加えて100mLとした液にクロモトロープ酸二ナトリウム二水和物50mgを溶かす．遮光して保存する．

クロモトロープ酸試液，濃　クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物0.5gを硫酸50mLに懸濁し，遠心分離した上澄液を用いる．用時製する．

クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物　$C_{10}H_6Na_2O_8S_2 \cdot 2H_2O$　[K 8316，特級]遮光して保存する．

クロラゼプ酸二カリウム，定量用　$C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$　[医薬品各条，「クロラゼプ酸二カリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$)99.0%以上を含むもの]

クロラミン　トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物　を見よ．

クロラミン試液　トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液　を見よ．

クロラムフェニコール　$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$　[医薬品各条]

***p*－クロルアニリン**　4－クロロアニリン　を見よ．

***p*－クロル安息香酸**　4－クロロ安息香酸　を見よ．

クロルジアゼポキシド　$C_{16}H_{14}ClN_3O$　[医薬品各条]

クロルジアゼポキシド，定量用　$C_{16}H_{14}ClN_3O$　[医薬品各条，「クロルジアゼポキシド」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)99.0%以上を含むもの]

クロルフェニラミンマレイン酸塩　$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$　[医薬品各条]

クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用　$C_{10}H_{12}ClNO_4$　[医薬品各条，「クロルフェネシンカルバミン酸エステル」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)99.0%以上を含むもの]

***p*－クロルフェノール**　4－クロロフェノール　を見よ．

クロルプロパミド，定量用　$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$　[医薬品各条，「クロルプロパミド」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)99.0%以上を含むもの]

クロルプロマジン塩酸塩，定量用　$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$　[医薬品各条，「クロルプロマジン塩酸塩」]

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

***p*－クロルベンゼンスルホンアミド**　4－クロロベンゼンスルホンアミド　を見よ．

4－クロロアニリン　$H_2NC_6H_4Cl$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすい．

融点〈2.60〉　70～72℃

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

4－クロロ安息香酸　ClC_6H_4COOH　白色の結晶又は粉末である．エタノール(95)にやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　238～242℃

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，中和エタノール30mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝15.66mg $C_7H_5ClO_2$

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

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

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

クロロギ酸9－フルオレニルメチル　$C_{15}H_{11}ClO_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　60～63℃

クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{18}O_9 \cdot xH_2O$　白色の粉末で，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．融点：約205℃(分解).

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(6：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない.

クロロ酢酸　$C_2H_3ClO_2$　[K 8899，特級]

1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン　$C_6H_3(NO_2)_2Cl$　淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉　50～54℃

貯法　遮光した気密容器.

3′－クロロ－3′－デオキシチミジン，液体クロマトグラフィー用　$C_{10}H_{13}N_2O_4Cl$　白色の粉末である.

純度試験　本品10mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液10μLにつき，「ジドブジン」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき，ジドブジンの保持時間にピークを認めない.

(2－クロロフェニル)－ジフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{19}H_{15}ClO$　クロトリマゾール5gに0.2mol/L塩酸試液300mLを加え，30分間煮沸する．冷後，ジエチルエーテル100mLで抽出する．ジエチルエーテル抽出液を0.2mol/L塩酸試液10mLずつで2回，次いで水10mLずつで2回洗う．ジエチルエーテル抽出液に無水硫酸ナトリウム5gを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液のジエチルエーテルを留去し，残留物にメタノール200mLを加え，加温して溶かし，ろ過する．ろ液を加温し，かき混ぜながら水100mLを徐々に加える．氷冷後，析出した結晶をろ取し，デシケーター(酸化リン(V))で24時間乾燥する．白色の結晶性の粉末である.

ジクロロメタンに極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

融点〈2.60〉　92～95℃

純度試験　類縁物質　本品10mgをとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に20mLとした液10μLにつき，「クロトリマゾール」の純度試験(7)を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない.

4－クロロフェノール　ClC_6H_4OH　無色～わずかに赤色の結晶又は結晶の塊で，特異なにおいがある．エタノール(95)，クロロホルム，ジエチルエーテル又はグリセリンに極めて溶けやすく，水にやや溶けにくい．融点：約43℃

含量　99.0%以上.　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，0.05mol/L臭素液20mLを正確に加え，更に塩酸5mLを加え，直ちに密栓して30分間しばしば振り混ぜた後，15分間放置する．次にヨウ化カリウム溶液(1→5)5mLを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/L臭素液1mL＝3.214mg C_6H_5ClO

貯法　遮光した気密容器.

クロロブタノール　$C_4H_7Cl_3O$　[医薬品各条]

1－クロロブタン　$CH_3(CH_2)_3Cl$　無色澄明の液で，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和し，水にほとんど溶けない.

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.401～1.405

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.884～0.890

沸点〈2.57〉　約78℃

4－クロロベンゼンジアゾニウム塩試液　4－クロロアニリン0.5gを塩酸1.5mL及び水に溶かして100mLとする．この液10mLに亜硝酸ナトリウム試液10mL及びアセトン5mLを加えて混和する．用時製する.

4－クロロベンゼンスルホンアミド　$ClC_6H_4SO_2NH_2$　白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，アセトンに溶ける.

純度試験　類縁物質　本品0.60gをとり，アセトンに溶かし，正確に300mLとした液5μLにつき，「クロルプロパミド」の純度試験(5)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない.

クロロホルム　$CHCl_3$　[K 8322，特級]

クロロホルム，エタノール不含　クロロホルム20mLを水20mLと3分間穏やかによく振り混ぜた後，クロロホルム層を分取する．これを水20mLずつで2回洗い，乾燥ろ紙でろ過する．ろ液に無水硫酸ナトリウム5gを加えて5分間よく振り混ぜ，2時間放置した後，乾燥ろ紙でろ過する．用時製する.

クロロホルム，水分測定用　水分測定法〈2.48〉　を見よ.

ケイソウ土　[K 8330，けい藻土，1級]

ケイタングステン酸二十六水和物　$SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$　白色又はわずかに黄色を帯びた結晶であり，潮解性がある．水又はエタノール(95)に極めて溶けやすい.

純度試験　溶状　本品の水溶液(1→20)は無色澄明である.

強熱減量〈2.43〉　14～15%(2g，110℃で2時間乾燥後，700～750℃，恒量).

ケイ皮酸　$C_9H_8O_2$　白色の結晶性の粉末で，特有のにおいがある.

融点〈2.60〉　132～135℃

(*E*)－ケイ皮酸，成分含量測定用　(*E*)－ケイ皮酸，定量用を見よ.

(*E*)－ケイ皮酸，定量用　$C_9H_8O_2$　(*E*)－ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの.

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品10mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液の(*E*)－ケイ皮酸以外のピークの合計面積は，標準溶液の(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「苓桂

朮甘湯エキス」の定量法(1)試験条件を準用する．

面積測定範囲：(*E*)－ケイ皮酸の保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「苓桂朮甘湯エキス」の定量法(1)システム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得た(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積が標準溶液10μLから得た(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

(*E*)－ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_9H_8O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異な芳香がある．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(273nm)：1307～1547(5mg，メタノール，1000mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

融点〈*2.60*〉　132～136℃

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品10mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつにつき，「苓桂朮甘湯エキス」の確認試験(1)を準用し試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.5の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

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

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

結晶トリプシン　ウシ膵臓製トリプシンに適量のトリクロロ酢酸を加えて沈殿させ，エタノール(95)を用いて再結晶する．白色～黄白色の結晶又は粉末で，においはない．水又はpH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液に溶けやすい．

含量　1mgはトリプシン45FIP単位以上を含む．

定量法

(ⅰ)　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，0.001mol/L塩酸試液に溶かし，その1mL中に50FIP単位を含むように薄め，試料溶液とする．用時調製し，氷冷保存する．

(ⅱ)　装置　反応容器は内径20mm，高さ50mmのガラス製瓶で，pH測定用のガラス／銀－塩化銀電極，窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする．反応容器を恒温槽に固定する．恒温槽は精密な温度調節器を用い，浴温を25±0.1℃に保つ．

(ⅲ)　操作法　*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル試液1.0mLを正確に量り，反応容器に入れ，次にpH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液9.0mLを加えて，内容液が試験温度になるまで10分間恒温槽に放置した後，窒素を通じてかき混ぜながら，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加して液のpHを8.00に調整し，あらかじめ試験温度に保った試料溶液0.05mLを加え，直ちにかき混ぜながら反応液のpHを8.00に保つように50μLのマイクロピペット(最小目盛1μL)を用い，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し，pHが8.00に達したときの0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める．この操作は8分間継続して行う．別にpH8.0の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液10mLをとり，反応容器に入れ，以下同様の操作で空試験を行う．

(ⅳ)　計算法　0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(μL)を反応時間(分)に対しプロットし，直線となる反応時間t_1及びt_2を選び，これに対応する0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量をv_1及びv_2とし，それぞれの1分間に消費される水酸化ナトリウムのμmol数をD(FIP単位)とする．

$$D\,(\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times f \times \frac{1}{10}$$

f: 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

$$\text{本品1mL中のFIP単位数} = \frac{(D_1 - D_0) \times T}{L \times M}$$

D_1：試料溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

D_0：空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

M: 本品の秤取量(mg)

L: 反応容器に加えた試料溶液の量(mL)

T: 本品の秤取量に 0.001mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，試料溶液を調製したときの全容量(mL)

ただし，1FIP単位とは本定量法に従って操作するとき，1分間に1 μmolの*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチルの分解を触媒する酵素量とする．

貯法　冷所保存．

結晶トリプシン，ウリナスタチン定量用　ウシ膵臓より製した，たん白質分解酵素である．白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはない．水にやや溶けにくい．0.001mol/L塩酸試液に溶ける．

含量　本品1mgは3200トリプシン単位以上を含む．

定量法

(ⅰ)　試料溶液　本品約20mgを精密に量り，0.001mol/L塩酸試液に溶かし，1mL中に約3000トリプシン単位を含む液を製する．この液の適量をとり，0.001mol/L塩酸試液を加え，1mL中約40トリプシン単位を含む液を製し，試料溶液とする．

(ⅱ)　希釈液　リン酸二水素カリウム4.54gを水に溶かし，正確に500mLとする(Ⅰ液)．無水リン酸水素二ナトリウム4.73gを水に溶かし，正確に500mLとする(Ⅱ液)．Ⅱ液80mLにⅠ液の適量を加えてpH7.6に調整する．

(ⅲ)　基質液　*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル塩酸塩85.7mgを水に溶かし，正確に100mLとし，基質原液とする．基質原液10mLを正確に量り，希釈液を加えて正確に100mLとし，基質液とする．ただし，基質液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により水を対照として波長253nmにおける吸光度を測定するとき，吸光度は0.575～

0.585である．もし，吸光度がこの範囲にない場合は，基質液に希釈液又は基質原液を加えて，この範囲になるように調整する．

(iv)　操作法　あらかじめ25±0.1℃に保温した基質液3mLを正確に量り，層長1cmの石英セルに入れ，これに試料溶液0.2mLを正確に加えると同時に秒時計を始動させ，25±0.1℃で紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，5分間，波長253nmにおける吸光度の変化を測定する．ただし，基質液3mLを正確に量り，これに0.001mol/L塩酸試液0.2mLを正確に加えた液を対照とする．その吸光度の変化率が少なくとも3分間一定である時間範囲の吸光度変化から，1分間当たりの吸光度の変化量Aを求める．

(v)　計算法　次式により，本品の1mg当たりのトリプシン単位を求める．ただし，1トリプシン単位とは1分間当たり0.003の吸光度変化を生じる酵素量である．

$$本品1mg中のトリプシン単位=\frac{A}{0.003\times M}$$

M: 試料溶液 0.2mL 中の本品の mg 数

貯法　冷所に保存する．

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

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

ゲニポシド，成分含量測定用　ゲニポシド，定量用　を見よ．

ゲニポシド，定量用　$C_{17}H_{24}O_{10}$　ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(240nm)：249～269(10mg，薄めたメタノール(1→2)，500mL)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V))で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品5mgを薄めたメタノール(1→2)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゲニポシド以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のゲニポシドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出の確認及び面積測定範囲以外の試験条件は「サンシシ」の定量法の試験条件を準用する．

検出の確認：標準溶液(1)1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)10μLから得たゲニポシドのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)10μLから得たゲニポシドのピーク高さがフルスケールの約20%となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゲニポシドの保持時間の約3倍の範囲

ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{24}O_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：159～163℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液20μLにつき，「サンシシ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

ケノデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{40}O_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，酢酸エチルにやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約119℃(酢酸エチル再結晶)．

純度試験　類縁物質　本品25mgをとり，クロロホルム／エタノール(95)混液(9：1)に溶かし，正確に250mLとした液10μLにつき，「ウルソデオキシコール酸」の純度試験(7)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品を80℃で4時間減圧乾燥(酸化リン(V))し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLを加えて溶かす．次にフェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝39.26mg $C_{24}H_{40}O_4$

ケロシン　主としてメタン系炭化水素の混合物で，無色澄明の液である．不快でない特異なにおいがある．

比重〈*2.56*〉　約0.80

蒸留範囲〈*2.57*〉　180～300℃

ゲンタマイシンB　$C_{19}H_{38}N_4O_{10}$　白色～微黄白色の粉末である．水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

含量　80.0%以上．　**定量法**　本品適量をとり，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，1mL中にゲンタマイシンB0.1mgを含む液を調製し，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりゲンタマイシンBの量を求める．

試験条件

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

面積測定範囲：ゲンタマイシンBの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

「イセパマイシン硫酸塩」の定量法のシステム適合性を準用する．

ゲンチオピクロシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{20}O_9$　白色の粉末で，水又はメタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約110℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「ゲンチアナ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポ

ット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

抗ウサギ抗体結合ウェル　ヤギ由来抗ウサギIgG抗体をポリスチレン製マイクロプレートのウェルに結合させたもの．

抗ウリナスタチンウサギ血清　たん白質1mg当たり3000単位以上の比活性を示すウリナスタチン液の適量に生理食塩液を加え，その1mL中に約1mgのたん白質を含むように調製する．この液1mLをとり，フロイント完全アジュバント1mLを加えて十分に乳化する．これを1回の投与量とし，体重約2kgのウサギの皮内に1週間の間隔で4回投与し，抗体価が16倍以上に達したとき，頸動脈より全採血を行う．これを凝固させ，血清を分離して抗ウリナスタチンウサギ血清として，－20℃以下に保存する．

抗ウロキナーゼ血清　たん白質1mg当たり140000単位以上を含む「ウロキナーゼ」を用い，生理食塩液を加えて1mL中にたん白質1mgを含むように調製した後，等容量のフロイント完全アジュバンドを加えて乳化する．この液2mLを体重2.5～3.0kgの健康なウサギの皮内に1週間間隔で3回注射する．最終の注射後7～10日目にウサギから採血し，抗血清を得る．

性能試験　カンテン1.0gをpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液100mLに加温して溶かし，シャーレに液の深さが約2mmになるように入れる．冷後，直径2.5mmの2個の穴をそれぞれ6mmの間隔で3組作る．各組の一方の穴に本品10μLを入れ，他方の穴に，「ウロキナーゼ」に生理食塩液を加えて1mL中に30000単位を含むように調製した液10μL，ヒト血清10μL及びヒト尿10μLを別々に入れ，一夜静置するとき，本品とウロキナーゼの間に明瞭な沈降線を生じ，本品とヒト血清との間及び本品とヒト尿との間に沈降線を生じない．

抗A血液型判定用抗体　血液型判定用抗体の基準に適合するもの．

合成ゼオライト，乾燥用　$6(Na_2O)\cdot 6(Al_2O_3)\cdot 12(SiO_2)$と$6(K_2O)\cdot 6(Al_2O_3)\cdot 12(SiO_2)$の混合物で乾燥用として製造したもの．通例，結合剤を加えて直径約2mmの球状に成形したものを用いる．白色～灰白色であるが，水分の吸着によって変色する変色料を加えたものもある．平均細孔径は約0.3nm，表面積は1gにつき500～700m^2である．

強熱減量〈2.43〉　2.0%以下　[2g，550～600℃，4時間，放冷はデシケーター(酸化リン(V))]．

抗生物質用リン酸塩緩衝液，pH6.5　リン酸塩緩衝液，pH6.5，抗生物質用　を見よ．

抗生物質用リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0　リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0，抗生物質用　を見よ．

酵素試液　*Aspergillus oryzae*から得たデンプン糖化力及びリン酸エステルを加水分解する力の強い酵素製品0.3gに水10mL及び0.1mol/L塩酸0.5mLを加え，数分間強く振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．用時製する．

抗大腸菌由来たん白質抗体原液　大腸菌由来たん白質原液を免疫原とし，フロイント完全アジュバントを混合し，ウサギに3週間の間隔で皮内注射して免疫し，抗血清を得る．この抗血清から硫酸アンモニウム沈殿法により得たもの．

たん白質濃度　本品をpH7.5の0.05mol/Lトリス・塩酸塩緩衝液で希釈し，pH7.5の0.05mol/Lトリス・塩酸塩緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度を測定し，たん白質濃度を求める(吸光度1.0＝0.676mg/mL)．

抗体フラグメント(Fab′)　抗大腸菌由来たん白質抗体原液を，*Staphylococcus aureus*のプロテインAをリガンドとするアフィニティー・クロマトグラフィーにより精製し，IgGを分取する．この分画をペプシンを用いて消化し，ゲルろ過クロマトグラフィーにより，Fcフラグメント及びペプシンを除いた後，プロテインAをリガンドとするアフィニティー・クロマトグラフィーにより，未消化のIgGを除き，$F(ab')_2$フラグメントとする．これを，2－メルカプトエチルアミンで還元したもの．

抗B血液型判定用抗体　血液型判定用抗体の基準に適合するもの．

抗ブラジキニン抗体　本品はブラジキニンでウサギを免疫して得た抗血清より調製した抗体を1mg/mLウシ血清アルブミンを含むpH7.0の0.04mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かした無色～淡褐色澄明の液である．

性能試験　本品の適量をとり，1mg/mLウシ血清アルブミンを含むpH7.0の0.04mol/Lリン酸塩緩衝液に加えて1vol%溶液を調製する．この液0.1mLにつき，「カリジノゲナーゼ」の純度試験(2)を準用し，標準溶液(1)及び標準溶液(7)の波長490～492nmにおける吸光度A_1及びA_2を測定するとき，A_2-A_1は1以上である．

抗ブラジキニン抗体試液　抗ブラジキニン抗体0.15mL，ウシ血清アルブミン15mg．リン酸二水素ナトリウム二水和物2.97mg，リン酸水素二ナトリウム十二水和物13.5mg及び塩化ナトリウム13.5mgに水を加えて15mLとした溶液の凍結乾燥品を，水15mLに溶かす．用時製する．

酵母エキス　適当な条件下で酵母(*Saccharomyces*)の産出物のペプトンようの総水溶性物質を澄明液とし，蒸発乾燥し，粉末としたもので，本品1gは原料酵母7.5g以上から得たものである．帯赤黄色～褐色の粉末で腐敗臭のない特異なにおいがある．水に溶けて黄色～褐色の弱酸性の液となる．本品には特別に炭水化物を加えない．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　5%以下(NaClとして)．

（2）　凝固性たん白質　本品の水溶液(1→20)を沸騰するまで加熱するとき，沈殿を生じない．

乾燥減量〈2.41〉　5%以下(105℃，恒量)．

強熱残分〈2.44〉　15%以下(0.5g)．

窒素含量〈1.08〉　7.2～9.5%(乾燥後)．

五酸化バナジウム　酸化バナジウム(V)　を見よ．

五酸化バナジウム試液　酸化バナジウム(V)試液　を見よ．

五酸化バナジウム試液，希　酸化バナジウム(V)試液，希　を見よ．

五酸化リン　酸化リン(V)　を見よ．

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

確認試験

（1）　本品の細末2gをとり，水10mLを加えて10分間振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心

分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(5：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，標準溶液ではこい紫みの赤のスポットをR_f値0.35付近に認め，試料溶液では以下と同等のスポットを認める．

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

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

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

固相化プレート　抗大腸菌由来たん白質抗体原液にpH7.4の0.2mol/Lトリス・塩酸塩緩衝液を加えて薄め，約0.02mg/mLの濃度とする．この溶液0.1mLずつを正確に量り，マイクロプレートの各ウェルに加え，プレートシールで覆い，穏やかにかき混ぜる．もし，マイクロプレートの上部等に溶液が付着している場合は2分間遠心分離する．ウシ血清アルブミン0.5gをpH7.4の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液100mLに溶かし，洗浄溶液とする．先のマイクロプレートを25℃付近の一定温度で16～24時間静置した後，各ウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液0.25mLを加え，穏やかにかき混ぜた後，この液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液0.25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．各ウェルにブロック緩衝液0.25mLを加え，穏やかにかき混ぜた後，25℃付近の一定温度で16～24時間静置し，固相化プレートとする．使用時，各ウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液0.25mLを加え，穏やかにかき混ぜた後，この液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液0.25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．

コデインリン酸塩水和物，定量用　$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 1/2H_2O$　[医薬品各条，「コデインリン酸塩水和物」ただし，換算した脱水物に対し，コデインリン酸塩($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$)99.0%以上を含むもの]

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

コハク酸シベンゾリン，定量用　シベンゾリンコハク酸塩，定量用　を見よ．

コハク酸トコフェロール　トコフェロールコハク酸エステルを見よ．

コハク酸トコフェロールカルシウム　トコフェロールコハク酸エステルカルシウム　を見よ．

コバルチ亜硝酸ナトリウム　ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム　を見よ．

コバルチ亜硝酸ナトリウム試液　ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム試液　を見よ．

コプチシン塩化物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{19}H_{14}NO_4Cl$　橙赤色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．融点：260℃(分解)．

確認試験　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長237～241nm，264～268nm，354～358nm及び452～462nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／酢酸(100)混液(20：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

ゴマ油　[医薬品各条]

コリン塩化物　$[(CH_3)_3NCH_2CH_2OH]Cl$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　303～305℃(分解)．

水分〈2.48〉　本品1g中，水分1mg以下とする．

コール酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{40}O_5$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．酢酸(100)にやや溶けやすく，アセトン又はエタノール(95)にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．融点：約198℃

純度試験　類縁物質　本品25mgをとり，アセトンに溶かし，正確に250mLとした液10μLにつき，「ウルソデオキシコール酸」の純度試験(7)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.1の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品を80℃で4時間減圧乾燥(酸化リン(V))し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLに溶かす．フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.86mg $C_{24}H_{40}O_5$

コルチゾン酢酸エステル　$C_{23}H_{30}O_6$　[医薬品各条]

コレステロール　$C_{27}H_{46}O$　[医薬品各条]

コロジオン　本品は，無色澄明の粘性のある液で，ジエチルエーテル様のにおいがある．

ｐＨ〈*2.54*〉　5.0～8.0

本品5gを加温しながらかき混ぜ，これに水10mLを徐々に加える．蒸発乾固した後，110℃で乾燥するとき，その残分は0.250～0.275gである．

コンゴーレッド　$C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$　[K 8352，特級]

コンゴーレッド試液　コンゴーレッド0.5gを水／エタノール(95)混液(9：1)100mLに溶かす．

サイコサポニンa，成分含量測定用　サイコサポニンa，定量用　を見よ．

サイコサポニンa，定量用　サイコサポニンa，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品　2.0mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつにつき，「サイコ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

（2）　本品10mgをメタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサイコサポニンa以外のピークの合計面積は，標準溶液のサイコサポニンaのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器及びカラムは「サイコ」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル(13：7)混液

流量：サイコサポニンaの保持時間が約16分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサイコサポニンaの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たサイコサポニンaのピーク面積が，標準溶液のサイコサポニンaのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：本品及び定量用サイコサポニンb_2 6mgずつをメタノールに溶かして100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンa，サイコサポニンb_2の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンaのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

サイコサポニンa，薄層クロマトグラフィー用　白色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：225～232℃(分解)．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(206nm)：60～68(15mg，メタノール，200mL)．ただし，デシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液10μLにつき，「サイコ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

サイコサポニンb_2，成分含量測定用　サイコサポニンb_2，定量用　を見よ．

サイコサポニンb_2，定量用　$C_{42}H_{68}O_{13}$　サイコサポニンb_2，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験　類縁物質　本品5mgを移動相5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のサイコサポニンb_2以外のピークの合計面積は，標準溶液のサイコサポニンb_2のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「柴苓湯エキス」の定量法(1)サイコサポニンb_2の試験条件を準用する．

面積測定範囲：サイコサポニンb_2の保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「柴苓湯エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たサイコサポニンb_2のピーク面積が，標準溶液のサイコサポニンb_2のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

サイコサポニンb_2，薄層クロマトグラフィー用　$C_{42}H_{68}O_{13}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール(99.5)に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：240℃

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(252nm)：352～424(5mg，メタノール，250mL)．ただし，デシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品2mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「柴苓湯エキス」の確認試験(1)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

サイコサポニンd，成分含量測定用　サイコサポニンd，定量用　を見よ．

サイコサポニンd，定量用　$C_{42}H_{68}O_{13}$　白色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約240℃

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(206nm)：63～71(15mg，メタノール，200mL)．ただし，デシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品2.0mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつにつき，「サイコ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

（2）　本品10mgをメタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサイコサポニンd以外のピークの合計面積は，標準溶液のサイコサポニンdのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器及びカラムは「サイコ」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(11：9)

流量：サイコサポニンdの保持時間が約13分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサイコサポニンdの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たサイコサポニンdのピーク面積が，標準溶液のサイコサポニンdのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：本品及び定量用サイコサポニンa 6mgずつをメタノールに溶かして100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンa，サイコサポニンdの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンdのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，サイコ定量用　を見よ．

サイコ定量用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，サイコ定量用　を見よ．

細胞懸濁液，テセロイキン用　2～4日間静置培養したNK－7細胞の培養液を，1000rpmで5分間遠心分離する．上澄液を吸引除去した後，テセロイキン用力価測定用培地を加えて2～4×10^5cells/mLに細胞濃度を調整する．

酢酸　酢酸(31)　を見よ．

酢酸(31)　酢酸(100)31.0gに水を加えて100mLとする(5mol/L)．

酢酸(100)　CH_3COOH　[K 8355，酢酸，特級]

酢酸，希　酢酸(100)6gに水を加えて100mLとする(1mol/L)．

酢酸，非水滴定用　CH_3COOH　[K 8355，特級，ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験　無水酢酸　アニリン1.0gに本品を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液25mLを正確に量り，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉し，その消費量をA(mL)とする．ただし，Aは26mL以上である．次に，試料溶液25mLを正確に量り，本品75mLを加えた後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉し，その消費量をB(mL)とする(電位差滴定法)．$A-B$は0.1(mL)以下である(0.001g/dL以下)．

酢酸，氷　酢酸(100)　を見よ．

酢酸試液，0.25mol/L　酢酸(100)3gに水を加えて200mLとする．

酢酸試液，6mol/L　酢酸(100)36gに水を加えて100mLとする．

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH3.0　酢酸アンモニウム試液に酢酸(31)を加えてpH3.0に調整する．

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH4.5　酢酸アンモニウム77gを水200mLに溶かし，これに酢酸(100)を加えてpH4.5に調整し，水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH4.8　酢酸アンモニウム77gを水約200mLに溶かし，酢酸(100)57mLを加え，水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸カリウム緩衝液，pH4.3　酢酸カリウム14gに酢酸(100)20.5mL及び水を加えて溶かし，1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0　酢酸(100)3.0gに水を加えて，1000mLとした液に，酢酸ナトリウム三水和物3.4gを水に溶かして500mLとした液を加え，pH4.0に調整する．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.6　酢酸ナトリウム三水和物6.6gを水900mLに溶かし，酢酸3mLを加えた後，水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.1mol/L，pH4.0　酢酸ナトリウム三水和物13.61gを水750mLに溶かし，酢酸(100)を用いてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，1mol/L，pH5.0　酢酸ナトリウム試液に希酢酸を加えてpH5.0に調整する．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.0　酢酸ナトリウム三水和物5.44gを水900mLに溶かし，酢酸(100)を滴加し，pH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5　酢酸ナトリウム試液80mLに希酢酸120mL及び水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5，鉄試験用　酢酸(100)75.4mL及び酢酸ナトリウム三水和物111gを水に溶かし，1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.7　酢酸ナトリウム三水和物27.2gを水900mLに溶かし，酢酸(100)を滴加し，pH4.7に調整した後，水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH5.0　酢酸ナトリウム試液140mLに希酢酸60mL及び水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH5.5　酢酸ナトリウム三水和物20gを水80mLに溶かし，酢酸(100)を滴加し，pH5.5に調整した後，水を加えて100mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH5.6　酢酸ナトリウム三水和物12gに酢酸(100)0.66mL及び水を加えて溶かし，100mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム試液　1mol/L水酸化ナトリウム液17mLに希酢酸40mL及び水を加えて100mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム試液，0.02mol/L　酢酸ナトリウム三水和物2.74gを水に溶かし，酢酸(100)2mL及び水を加えて1000mLとする．

酢酸・酢酸ナトリウム試液，pH7.0　酢酸ナトリウム三水和物4.53gを水に溶かし100mLとし，薄めた酢酸(100)(1→50)を加えてpH7.0に調整する．

酢酸・硫酸試液　酢酸(100)5mLに硫酸5mLを氷冷しながら注意して加え，混和する．

酢酸亜鉛　酢酸亜鉛二水和物　を見よ．

酢酸亜鉛二水和物　$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$　[K 8356，特級]

酢酸亜鉛緩衝液，0.25mol/L，pH6.4　酢酸亜鉛二水和物54.9gを酢酸(100)150mL及び水600mLに溶かし，アンモニア水(28)150mLを加え，緩やかにかき混ぜた後，室温まで冷やす．アンモニア水(28)を加えてpH6.4に調整した後，水を加えて1000mLとする．

酢酸アンモニウム　CH_3COONH_4　[K 8359，特級]

酢酸アンモニウム試液　酢酸アンモニウム10gを水に溶かし，100mLとする．

酢酸アンモニウム試液，0.5mol/L　酢酸アンモニウム38.5gを水に溶かし，1000mLとする．

酢酸イソアミル　酢酸3－メチルブチル　を見よ．

酢酸エチル　$CH_3COOC_2H_5$　[K 8361，特級]

酢酸塩緩衝液，0.01mol/L，pH5.0　酢酸アンモニウム385mgを水900mLに溶かし，酢酸(31)を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

酢酸塩緩衝液，pH3.5　酢酸アンモニウム50gを6mol/L塩酸試液100mLに溶かし，必要ならば，アンモニア試液又は6mol/L塩酸試液を用いてpH3.5に調整し，水を加えて200mLとする．

酢酸塩緩衝液，pH4.5　酢酸(100)90mL及び無水酢酸ナトリウム63gを水に溶かし，1000mLとする．

酢酸塩緩衝液，pH5.4　酢酸(100)5.78mLに水を加えて1000mLとした液176mLに，無水酢酸ナトリウム8.2gに水を加えて1000mLとした液824mLを加える．必要ならば，更にいずれかの液を加え，pH5.4に調整する．

酢酸塩緩衝液，pH5.5　酢酸ナトリウム三水和物2.72gを水に溶かして1000mLとし，薄めた酢酸(100)(3→2500)を加えてpH5.5に調整する．

酢酸カドミウム　酢酸カドミウム二水和物　を見よ．

酢酸カドミウム二水和物　$Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品0.2gを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　(1)の試料溶液10mLに硫化ナトリウム試液1mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

酢酸カリウム　CH_3COOK　[K 8363，特級]

酢酸カリウム試液　酢酸カリウム10gを水に溶かし，100mLとする(1mol/L)．

酢酸カルシウム一水和物　$(CH_3COO)_2Ca \cdot H_2O$　[K 8364，特級]

酢酸コルチゾン　コルチゾン酢酸エステル　を見よ．

酢酸水銀(Ⅱ)　$Hg(CH_3COO)_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品1gを薄めた硝酸(1→7)1mLに溶かし，水20mLを加えて，試料溶液とする．この液10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液0.8mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　(1)の試料溶液10mLにヨウ化カリウム試液2mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

貯法　遮光した気密容器．

酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用　酢酸水銀(Ⅱ)5gを非水滴定用酢酸に溶かし，100mLとする．

酢酸セミカルバジド試液　セミカルバジド塩酸塩2.5g，無水酢酸ナトリウム2.5g及びメタノール30mLをフラスコに入れ，水浴上で2時間加熱した後，20℃に冷却し，ろ過する．ろ液にメタノールを加えて100mLとする．この液は冷所に保存する．液が黄色を呈したときは用いない．

酢酸第二水銀　酢酸水銀(Ⅱ)　を見よ．

酢酸第二水銀試液，非水滴定用　酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用　を見よ．

酢酸第二銅　酢酸銅(Ⅱ)一水和物　を見よ．

酢酸第二銅試液，強　酢酸銅(Ⅱ)試液，強　を見よ．

酢酸銅(Ⅱ)一水和物　$Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$　青緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品1gを薄めた硫酸(1→2)10mLに溶かした液を加熱するとき，酢酸のにおいを発する．

（2）　本品0.1gを水20mLに溶かし，アンモニア水(28)3mLを加えるとき，液は濃青色を呈する．

酢酸銅(Ⅱ)試液，強　酢酸銅(Ⅱ)一水和物13.3gを水195mL及び酢酸(31)5mLの混液に溶かす．

酢酸トコフェロール　トコフェロール酢酸エステル　を見よ．

酢酸ナトリウム　酢酸ナトリウム三水和物　を見よ．

酢酸ナトリウム，無水　CH_3COONa　[K 8372，酢酸ナトリウム，特級]

酢酸ナトリウム三水和物　$CH_3COONa \cdot 3H_2O$　[K 8371，特級]

酢酸ナトリウム試液　酢酸ナトリウム三水和物13.6gを水に溶かし，100mLとする(1mol/L)．

酢酸ナトリウム・アセトン試液　酢酸ナトリウム三水和物8.15g及び塩化ナトリウム42gを水100mLに溶かし，0.1mol/L塩酸68mL，アセトン150mL及び水を加えて500mLとする．

酢酸鉛　酢酸鉛(Ⅱ)三水和物　を見よ．

酢酸鉛試液　酢酸鉛(Ⅱ)試液　を見よ．

酢酸鉛(Ⅱ)三水和物　$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$　[K 8374，特級]

酢酸鉛(Ⅱ)試液　酢酸鉛(Ⅱ)三水和物9.5gに新たに煮沸して冷却した水に溶かし，100mLとする(0.25mol/L)．

貯法　密栓して保存する．

酢酸ヒドロキソコバラミン　ヒドロキソコバラミン酢酸塩　を見よ．

酢酸ヒドロコルチゾン　ヒドロコルチゾン酢酸エステル　を見よ．

酢酸ビニル　$C_4H_6O_2$　無色澄明の液体である．

比重〈*2.56*〉　0.932～0.936

水分〈*2.48*〉　0.2%以下．

酢酸ブチル　$CH_3COOCH_2CH_2CH_2CH_3$　[K 8377，特級]

酢酸*n*－ブチル　酢酸ブチル　を見よ．

酢酸プレドニゾロン　プレドニゾロン酢酸エステル　を見よ．

酢酸メチル　CH_3COOCH_3　[K 8382，特級]

酢酸3－メチルブチル　$CH_3COOCH_2CH_2CH(CH_3)_2$　無色澄明の液である．沸点：約140℃

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.868～0.879

貯法　遮光した気密容器．

酢酸リチウム二水和物　$CH_3COOLi・2H_2O$　無色の結晶である．

希酢酸不溶物　0.0025%以下．本品40.0gに水45mLを加え，水浴中で加熱溶解し，冷後，希酢酸に溶かし，吸引ろ過する．ろ過器を水で洗浄後，105±2℃で1時間乾燥し，冷後，残分の質量を量る．

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLと無水酢酸5mLを正確に加え水浴中で加熱溶解し，冷後0.1mol/L過塩素酸で，滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.20mg $CH_3COOLi・2H_2O$

サラシ粉　[医薬品各条]

サラシ粉試液　サラシ粉1gに水9mLを加えてすり混ぜた後，ろ過する．用時製する．

サリチルアミド　$C_7H_7NO_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，プロピレングリコールにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はクロロホルムに溶けにくい．水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点〈*2.60*〉　139～143℃

純度試験　アンモニウム〈*1.02*〉　本品1.0gに水40mLを加えて振り混ぜた後，あらかじめ水でよく洗ったろ紙を用いてろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液20mLをネスラー管にとり，水を加えて30mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液2.5mLをネスラー管にとり，水を加えて30mLとする．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

含量　98.5%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド70mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド70mLに水15mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL＝13.71mg $C_7H_7NO_2$

サリチルアルダジン　$C_{14}H_{12}N_2O_2$　硫酸ヒドラジニウム0.30gを水5mLに溶かす．この液に酢酸(100)1mL及び新たに製したサリチルアルデヒドの2－プロパノール溶液(1→5)2mLを加え，よく振り混ぜて黄色の沈殿を生じるまで放置する．これをジクロロメタン15mLずつで2回抽出し，全ジクロロメタン抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム5gを加えて振り混ぜた後，傾斜又はろ過し，上澄液又はろ液のジクロロメタンを留去する．残留物を加温したトルエン／メタノール混液(3：2)に溶かして，冷却する．析出した結晶をろ取した後，デシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥する．本品は黄色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　213～219℃

純度試験　類縁物質　本品90mgをとり，トルエンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，トルエンを加えて正確に100mLとした液につき「ポビドン」の純度試験(6)を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

サリチルアルデヒド　HOC_6H_4CHO　[K 8390，特級]

サリチル酸　HOC_6H_4COOH　[K 8392，特級]

サリチル酸，定量用　HOC_6H_4COOH　[K 8392，サリチル酸，特級]

サリチル酸試液　サリチル酸0.1gを硫酸10mLに溶かす．用時製する．

サリチル酸イソブチル　$C_{11}H_{14}O_3$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.506～1.511

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：1.068～1.073

沸点〈*2.57*〉　260～262℃

純度試験　本品1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりサリチル酸イソブチルの量を求めるとき，97.0%以上である．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mの管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：220℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約20mL

検出感度：本品1μLから得たサリチル酸イソブチルのピーク高さがフルスケールの60～80%になるように調整する．

面積測定範囲：サリチル酸イソブチルの保持時間の約3倍の範囲

サリチル酸鉄試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物　0.1gを薄めた硫酸(1→250)50mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液20mLを量り，サリチル酸ナトリウム溶液(23→2000)10mL，希酢酸4mL，酢酸ナトリウム試液16mL及び水を加えて100mLとする．用時製する．

サリチル酸ナトリウム HOC_6H_4COONa [K 8397，特級]

サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 サリチル酸ナトリウム1gを0.01mol/L水酸化ナトリウム液に溶かし，100mLとする．

サリチル酸メチル $C_8H_8O_3$ [医薬品各条]

ザルトプロフェン $C_{17}H_{14}O_3S$ [医薬品各条]

ザルトプロフェン，定量用 $C_{17}H_{14}O_3S$ [医薬品各条，「ザルトプロフェン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)99.5%以上を含むもの]

サルポグレラート塩酸塩 $C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$ [医薬品各条]

三塩化アンチモン 塩化アンチモン(Ⅲ) を見よ．

三塩化アンチモン試液 塩化アンチモン(Ⅲ)試液 を見よ．

三塩化チタン 塩化チタン(Ⅲ)(20) を見よ．

三塩化チタン試液 塩化チタン(Ⅲ)試液 を見よ．

三塩化チタン・硫酸試液 塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液 を見よ．

三塩化ヨウ素 ICl_3 [K 8403，三塩化よう素，特級]

酸化アルミニウム Al_2O_3 白色の結晶，結晶性の粉末又は粉末である．沸点：約3000℃ 融点：約2000℃

酸化カルシウム CaO [K 8410，特級]

酸化クロム(Ⅵ) CrO_3 暗い赤紫色の細い針状・りょう柱状の結晶又は軽質の塊である．

確認試験 本品の水溶液(1→50)5mLに，酢酸鉛(Ⅱ)試液0.2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じ，この一部に酢酸を追加しても沈殿は溶けない．

酸化クロム(Ⅵ)試液 酸化クロム(Ⅵ)3gを水に溶かし，100mLとする．

酸化チタン(Ⅳ) TiO_2 [K 8703，特級]

酸化チタン(Ⅳ)試液 酸化チタン(Ⅳ)0.1gに硫酸100mLを加え，時々緩く振り混ぜながら直火で徐々に加熱して溶かす．

酸化鉛(Ⅱ) PbO [K 8090，特級]

酸化鉛(Ⅳ) PbO_2 暗褐色～黒褐色の粉末又は粒である．

確認試験 本品の希酢酸溶液(1→100)の上澄液は，鉛塩の定性反応(3)〈*1.09*〉を呈する．

酸化バナジウム(Ⅴ) V_2O_5 帯だいだい黄色～黄褐色の粉末である．

確認試験 本品0.3gをアンモニア試液10mL及び水15mLに溶かす．この液2mLに水20mLを加えて混和した後，静かに硫酸銅(Ⅱ)試液1mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

酸化バナジウム(Ⅴ)試液 リン酸に酸化バナジウム(Ⅴ)を加え，2時間激しく振り混ぜて酸化バナジウム(Ⅴ)を飽和させた後，ガラスろ過器を用いてろ過する．

酸化バナジウム(Ⅴ)試液，希 酸化バナジウム(Ⅴ)試液10mLに水を加えて100mLとする．用時製する．

酸化バリウム BaO 白色～黄白色若しくは灰白色の粉末である．

確認試験

（1） 本品0.5gに水15mL及び塩酸5mLを加えて溶かし，希硫酸10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

酸化マグネシウム MgO [K 8432，特級]

酸化メシチル $CH_3COCH{=}C(CH_3)_2$

性状 本品は無色～微黄色澄明の液体で，特異なにおいがある．

比重〈*2.56*〉 d_{20}^{20}：0.850 ～ 0.860

酸化モリブデン(Ⅲ) MoO_3 白色～帯黄緑色の粉末である．

確認試験 本品0.5gをアンモニア水(28)5mLに溶かす．この液1mLをとり，硝酸を適量加えて酸性とした後，リン酸ナトリウム試液5mLを加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．

酸化モリブデン(Ⅲ)・クエン酸試液 酸化モリブデン(Ⅲ)54g及び水酸化ナリトウム11gに水200mLを加え，かき混ぜながら加熱して溶かす．別にクエン酸一水和物60gを水250mLに溶かし，塩酸140mLを加える．両液を混和し，必要ならばろ過し，水を加えて1000mLとし，黄緑色を呈するまで臭素酸カリウム溶液(1→100)を加える．

貯法 密栓し，遮光して保存する．

酸化ランタン(Ⅲ) La_2O_3 白色の結晶である．

強熱減量〈*2.43*〉 0.5%以下(1g，1000℃，1時間)．

酸化リン(Ⅴ) P_2O_5 [K 8342，酸化りん(Ⅴ)，特級]

三酸化クロム 酸化クロム(Ⅵ) を見よ．

三酸化クロム試液 酸化クロム(Ⅵ)試液 を見よ．

三酸化ナトリウムビスマス $NaBiO_3$ 黄褐色の粉末である．

確認試験

（1） 本品10mgをとり，硝酸マンガン(Ⅱ)六水和物溶液(4→125)5mL及び薄めた硝酸(1→3)1mLを加えて10秒間激しく振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品10mgをとり，薄めた塩酸(1→2)2mLに溶かした液は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

三酸化二ヒ素 As_2O_3 [K 8044，三酸化二ひ素，特級]

三酸化二ヒ素試液 三酸化二ヒ素1gに水酸化ナトリウム溶液(1→40)30mLを加え，加熱して溶かし，冷後，酢酸(100)を徐々に加えて100mLとする．

三酸化ヒ素 三酸化二ヒ素 を見よ．

三酸化ヒ素試液 三酸化二ヒ素試液 を見よ．

三酸化モリブデン 酸化モリブデン(Ⅲ) を見よ．

三酸化モリブデン・クエン酸試液 酸化モリブデン(Ⅲ)・クエン酸試液 を見よ．

サンショウ [医薬品各条]

参照抗インターロイキン－2抗血清試液 1mL中に約800単位を含むようにセルモロイキン用培養液で調製したセルモロイキン(遺伝子組換え)溶液を，等容量で中和するようにセルモロイキン用培養液で調製したインターロイキン－2抗血清試液．

参照抗インターロイキン－2抗体，テセロイキン用 テセロイキンで感作したマウス脾細胞と，マウス・ミエローマ細胞との融合細胞株により得られたモノクローナル抗体，又はヒト・インターロイキン－2に対するウサギ抗血清を，アフィニティー・クロマトグラフィーにより精製したもの．テセロイキンの活性1単位を中和する力価を1中和単位として中和活性を求めるとき，1mL中2000中和単位以上を含むもの．

酸処理ゼラチン ゼラチン，酸処理 を見よ．

酸性塩化カリウム試液 塩化カリウム試液，酸性 を見よ．

酸性塩化スズ(Ⅱ)試液 塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性 を見よ．

酸性塩化第一スズ試液 塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性 を見よ．

酸性塩化第二鉄試液 塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性 を見よ．

酸性塩化鉄(Ⅲ)試液 塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性 を見よ．

酸性過マンガン酸カリウム試液 過マンガン酸カリウム試液，

酸性　を見よ．

酸性白土　天然の含水ケイ酸アルミニウムで，灰白色の粒度約75μmの粉末である．

乾燥減量〈2.41〉　10%以下(1g，105℃，4時間)．

水分吸着能　2.5%以上．本品約10gをはかり瓶に精密に量り，ふたを除いて比重1.19の硫酸で湿度を80%とした容器内に24時間入れた後，質量を量り，試料に対する増量を求める．

酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，酸性　を見よ．

酸素　O_2　[K 1101]

サントニン　$C_{15}H_{18}O_3$　[医薬品各条]

サントニン，定量用　$C_{15}H_{18}O_3$　[医薬品各条，「サントニン」ただし，定量するとき，サントニン($C_{15}H_{18}O_3$)99.0%以上を含むもの]

三ナトリウム五シアノアミン第一鉄試液　三ナトリウム五シアノアミン鉄(Ⅱ)試液　を見よ．

三ナトリウム五シアノアミン鉄(Ⅱ)試液　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物1.0gにアンモニア試液3.2mLを加えて振り混ぜた後，密栓し，一夜冷蔵庫に保存する．この溶液をエタノール(99.5)10mL中に加え，生じた黄色の沈殿を吸引ろ過して集め，無水ジエチルエーテルで洗い，乾燥した後，デシケーター中に保存する．用時水に溶かし，1.0mg/mLの溶液とし，冷蔵庫に保存する．調製後7日以内に用いる．

3倍濃厚乳糖ブイヨン　乳糖ブイヨン，3倍濃厚　を見よ．

三フッ化ホウ素　BF_3　無色の気体で，刺激臭がある．

融点〈2.60〉　−127.1℃

沸点〈2.57〉　−100.3℃

三フッ化ホウ素・メタノール試液　三フッ化ホウ素(BF_3：67.81)を14g/dL含むメタノール溶液である．

酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液　メチルレッド試液，酸又はアルカリ試験用　を見よ．

次亜塩素酸ナトリウム試液　次亜塩素酸ナトリウム(NaClO：74.44)が5%含量となるように，水酸化ナトリウムの水溶液に氷冷しながら塩素を通じて製する．用時製する．

次亜塩素酸ナトリウム試液，アンモニウム試験用　水酸化ナトリウム又は炭酸ナトリウム十水和物の水溶液に塩素を吸収させた無色〜淡緑黄色澄明の液で，塩素のにおいがある．

含量　次亜塩素酸ナトリウム(NaClO：74.44)として4.2g/dL以上．　**定量法**　本品10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に共栓フラスコにとり，水90mLを加えた後，ヨウ化カリウム2g及び薄めた酢酸(31)(1→2)6mLを加え，密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置する．遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ流酸ナトリウム液1mL＝3.722mg NaClO

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液　次亜塩素酸ナトリウム(NaClO：74.44)1.05gに対応する容量のアンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液に水酸化ナトリウム15g及び水を加えて溶かし，1000mLとする．用時製する．

次亜臭素酸ナトリウム試液　臭素試液8mLに水25mL及び炭酸ナトリウム試液25mLを加える．用時製する．

ジアセチル　$CH_3COCOCH_3$　黄色〜黄緑色の澄明な液で，強い刺激性のにおいがある．エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和し，水に溶けやすい．

凝固点〈2.42〉　−2.0〜−5.5℃

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.390〜1.398

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.98〜1.00

沸点〈2.57〉　85〜91℃

純度試験　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．

含量　95.0%以上．　**定量法**　本品約0.4gを精密に量り，ヒドロキシルアミン試液75mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で1時間加熱する．冷後，過量のヒドロキシルアミンを0.5mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモフェノールブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5mol/L塩酸1mL＝21.52mg $C_4H_6O_2$

ジアセチル試液　ジアセチル1mLを水に溶かし，100mLとする．この液5mLに水を加えて100mLとする．用時製する．

ジアゼパム，定量用　$C_{16}H_{13}ClN_2O$　[医薬品各条，「ジアゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品50mgを水10mL及びメタノールに溶かし100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジアゼパム以外のピークの面積は，標準溶液のジアゼパムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ジアゼパム錠」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジアゼパムの保持時間の約4.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジアゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジアゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

ジアゾ試液　スルファニル酸0.9gを正確に量り，塩酸0.9mL及び水20mLを加え，加熱して溶かす．冷後，ろ過し，ろ液に水を加えて正確に100mLとする．この液1.5mLを正確にとり，氷冷した後，亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)1mLを正確にとり，振り混ぜながら徐々に滴加する．10分間氷冷した後，更に冷水を加えて正確に50mLとする．冷所に保存し，調製後8時間以内に使用する．

ジアゾ化滴定用スルファニルアミド　スルファニルアミド，ジ

アゾ化滴定用　を見よ．

ジアゾベンゼンスルホン酸試液　105℃で3時間乾燥したスルファニル酸0.9gに希塩酸10mLを加え，加熱して溶かし，水を加えて100mLとする．この液3.0mLに亜硝酸ナトリウム試液2.5mLを加え，氷冷しながら5分間放置後，亜硝酸ナトリウム試液5mL及び水を加えて100mLとし，氷水中で15分間放置する．用時製する．

ジアゾベンゼンスルホン酸試液，濃　105℃で3時間乾燥したスルファニル酸0.2gに1mol/L塩酸試液20mLを加え，加温して溶かす．この液を氷冷し，絶えずかき混ぜながら亜硝酸ナトリウム溶液(1→25)2.2mLを滴加する．氷水中で10分間放置した後，スルファミン酸溶液(1→20)1mLを加える．用時製する．

1－シアノグアニジン　$NH_2C(NH)NHCN$　白色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

融点〈2.60〉　209～212℃

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，105℃，3時間)．

窒素含量〈1.08〉　66.0～67.3%(乾燥後)．

シアノコバラミン　$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$　[医薬品各条]

6%シアノプロピルフェニル－94%ジメチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

6%シアノプロピル－6%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

7%シアノプロピル－7%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

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

2,3－ジアミノナフタリン　$C_{10}H_{10}N_2$　淡黄褐色の結晶又は粉末で，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　193～198℃

感度　セレン標準液及び薄めた硝酸(1→60)40mLずつを正確に量り，それぞれにアンモニア水(28)を加えてpHを1.8～2.2とする．これらの液に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.2gを加え，静かに振り混ぜて溶かし，次に2,3－ジアミノナフタリン試液5mLを加え，振り混ぜた後，100分間放置する．それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水10mLで洗い，洗液は分液漏斗中に合わせ，シクロヘキサン5.0mLを加えて2分間よく振り混ぜて抽出する．シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く．セレン標準液から得た液につき，薄めた硝酸から得たシクロヘキサン液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長378nmにおける吸光度は，0.08以上である．

セレン標準液　セレン40mgを正確に量り，薄めた硝酸(1→2)100mLを加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→60)を加えて正確に50mLとする．用時製する．この液1mLはセレン(Se)0.04μgを含む．

2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩　$C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$　微黄褐色～灰黄緑色の結晶性の粉末で，水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにはほとんど溶けない．

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は澄明又はわずかに混濁する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝9.853mg $C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$

2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩試液　2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩1g及び亜硫酸水素ナトリウム20gを水100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

次亜リン酸　ホスフィン酸　を見よ．

シアン化カリウム　KCN　[K 8443，特級]

シアン化カリウム試液　シアン化カリウム1gを水に溶かし，10mLとする．用時製する．

シアン酢酸　$C_3H_3NO_2$　白色～淡黄色の結晶である．水に極めて溶けやすい．

含量　99%以上．　**定量法**　本品約300mgを精密に量り，水25mL及びエタノール(95)25mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝85.06mg $C_3H_3NO_2$

シアン酢酸エチル　$NCCH_2COOC_2H_5$　無色～淡黄色の澄明な液で，芳香がある．比重　d^{20}_{20}：約1.08

確認試験　本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)0.5mLに，キンヒドロンの薄めたエタノール(99.5)(1→2)溶液(1→20000)1mLにアンモニア水(28)1滴を滴加した液を加えるとき，液は明るい青色を呈する．

ジイソプロピルアミン　$[(CH_3)_2CH]_2NH$　無色澄明の液で，アミン様の特異なにおいがある．水又はエタノール(95)と混和する．水溶液はアルカリ性である．

屈折率〈2.45〉　n^{20}_{D}：1.391～1.394

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：0.715～0.722

ジェサコニチン，純度試験用　$C_{35}H_{49}NO_{12}$　白色の粉末である．アセトニトリル，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3500cm^{-1}，1715cm^{-1}，1607cm^{-1}，1281cm^{-1}，1259cm^{-1}，1099cm^{-1}及び772cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(258nm)：270～291　(5mg，エタノール(99.5)，200mL)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品5.0mgをアセトニトリル2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブ

シ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品5.0mgをアセトニトリル5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のジェサコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジェサコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(9：1)

流量：ジェサコニチンの保持時間が約36分になるように調整する．

面積測定範囲：ジェサコニチンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジェサコニチンのピーク面積が標準溶液10μLから得たジェサコニチンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ5mg並びに純度試験用ジェサコニチン1mgをアセトニトリル200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジェサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(5mg，電量滴定法)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

ジエタノールアミン　$C_4H_{11}NO_2$　無色の粘性のある液体である．

融点〈*2.60*〉　27～30℃

水分〈*2.48*〉　本品1g中，水分は1mg以下とする．

ジエチルアミン　$(C_2H_5)_2NH$　無色澄明の液で，アミン様の特異なにおいがある．水又はエタノール(95)と混和する．水溶液はアルカリ性で，空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．

比重〈*2.56*〉　d_4^{10}：0.702～0.708

蒸留試験〈*2.57*〉　54～58℃，96vol%以上．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約1.5gを，0.5mol/L硫酸30mLを正確に入れたフラスコに精密に量り，過量の硫酸を1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L硫酸1mL＝73.14mg $(C_2H_5)_2NH$

ジエチルエーテル　$C_2H_5OC_2H_5$　[K 8103，特級]

ジエチルエーテル，生薬純度試験用　$C_2H_5OC_2H_5$　[K 8103，ジエチルエーテル，特級]　ただし，ジエチルエーテル300.0mLを量り，減圧，40℃以下で濃縮し，ジエチルエーテルを加えて正確に1mLとし，試料溶液とする．別にγ－BHC2.0mgを生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)1μLずつを正確にとり，次の操作条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のγ－BHCのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈*5.01*〉の純度試験(2)の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)1μLから得たγ－BHCのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)1μLから得たγ－BHCのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からγ－BHCの保持時間の約3倍の範囲

ジエチルエーテル，無水　$C_2H_5OC_2H_5$　[K 8103，ジエチルエーテル，特級，ただし，水分0.01%以下のもの]

***N,N*－ジエチルジチオカルバミド酸銀**　$C_5H_{10}AgNS_2$　[K 9512，特級]

***N,N*－ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物**　$(C_2H_5)_2NCS_2Na・3H_2O$　[K 8454，特級]

ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛　プラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉　を見よ．

ジエチルジチオカルバミン酸銀　*N,N*－ジエチルジチオカルバミド酸銀　を見よ．

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム　*N,N*－ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物　を見よ．

***N,N*－ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物**　*N,N*－ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物　を見よ．

***N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩**　$C_{18}H_{24}N_2O_4$　白色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3340cm^{-1}，2940cm^{-1}，1581cm^{-1}，1536cm^{-1}，1412cm^{-1}，789cm^{-1}，774cm^{-1}及び721cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　溶状　本品0.1gに水20mLを加え，加温して溶かすとき，液は澄明である．

***N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液**　*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩1gを水に溶かし，1000mLとする．

N,N－ジエチル－N′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液　N,N－ジエチル－N′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩1gをアセトン／水混液(1：1)100mLに溶かす．用時製する．

ジエチレングリコール　$HO(CH_2CH_2O)_2H$　無色，無臭の液で，水，エタノール(95)と混和する．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.118～1.120

ジエチレングリコールアジピン酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ジエチレングリコールコハク酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ジエチレングリコールジメチルエーテル　$(CH_3OCH_2CH_2)_2O$　無色澄明の液で，水と混和する．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.940～0.950

蒸留試験〈2.57〉　158～160℃，95vol%以上．

ジエチレングリコールモノエチルエーテル　[2－(2－エトキシエトキシ)エタノール]　$C_2H_5(OCH_2CH_2)_2OH$　沸点が約203℃の無色澄明の液体である．水と混和する．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.425～1.429

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.990～0.995

酸(CH_3COOHとして)：0.01%以下．

ジエチレングリコールモノエチルエーテル，水分測定用　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

四塩化炭素　CCl_4　[K 8459，特級]

ジオキサン　1,4－ジオキサン　を見よ．

1,4－ジオキサン　$C_4H_8O_2$　[K 8461，特級]

ジギトニン　$C_{56}H_{92}O_{29}$　白色～類白色の結晶又は結晶性の粉末である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－47～－50°　[105℃で2時間乾燥したもの2g，薄めた酢酸(100)(3→4)，50mL，100mm]．

鋭敏度　本品0.5gをとり，エタノール(95)20mLに加温して溶かし，更にエタノール(95)を加えて50mLとする．この液0.5mLにコレステロールのエタノール(95)溶液(1→5000)10mLを加え，10℃に冷却し，時々激しく振り混ぜながら30分間放置するとき，沈殿を生じる．

シクロスポリンU　$C_{81}H_{109}N_{11}O_{12}$　白色の粉末である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：約－190°(0.1g，メタノール，20mL，100mm)

シクロヘキサン　C_6H_{12}　[K 8464，特級]

シクロヘキシルアミン　$C_6H_{11}NH_2$　無色澄明の液体でアミン様の特異なにおいがある．水，N,N－ジメチルホルムアミド又はアセトンと混和する．

純度試験　類縁物質　本品を試料溶液とする．別に本品1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)／シクロヘキサン混液(6：2：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

シクロヘキシルメタノール　$C_7H_{14}O$　わずかに樟脳の匂いがある液で，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：約1.464

沸点〈2.57〉　約185℃

1,2－ジクロルエタン　1,2－ジクロロエタン　を見よ．

2,6－ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム　2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物　を見よ．

2,6－ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液　2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液　を見よ．

2,6－ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液，滴定用　2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用　を見よ．

ジクロルフルオレセイン　ジクロロフルオレセイン　を見よ．

ジクロルフルオレセイン試液　ジクロロフルオレセイン試液　を見よ．

ジクロルメタン　ジクロロメタン　を見よ．

2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物　$C_{12}H_6Cl_2NNaO_2 \cdot 2H_2O$　[K 8469，特級]

2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液　2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物0.1gに水100mLを加え，加温した後，ろ過する．3日以内に使用する．

2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用　医薬品各条　「アスコルビン酸散」　を見よ．

2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液　2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物溶液(1→20)とpH7.0の酢酸・酢酸ナトリウム試液を用時，等容量混和する．

1,2－ジクロロエタン　$ClCH_2CH_2Cl$　[K 8465，特級]

2,6－ジクロロフェノール　$C_6H_4Cl_2O$　白色～帯紫白色の結晶である．

融点〈2.60〉　65～67℃

ジクロロフルオレセイン　$C_{20}H_{10}Cl_2O_5$　だいだい色～赤褐色の粉末である．

確認試験

（1）　本品0.1gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液はだいだい赤色となり，これに希塩酸10mLを加えて酸性にするとき，赤だいだい色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.1gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水40mLを加えるとき，液は緑黄色の蛍光を発する．

ジクロロフルオレセイン試液　ジクロロフルオレセイン0.1gをエタノール(95)60mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液2.5mLを加え，次に水を加えて100mLとする．

1,2－ジクロロベンゼン　$C_6H_4Cl_2$　無色の液体である．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：1.306

沸点〈2.57〉　180～181℃

ジクロロメタン　CH_2Cl_2　[K 8161，特級]

試験菌移植培地，テセロイキン用　ペプトン6.0g，酵母エキス3.0g，肉エキス1.5g，ブドウ糖1.0g，カンテン13.0～20.0gを水に溶かし1000mLとし，滅菌する．pHは6.5～6.6とする．

試験菌移植培地斜面，テセロイキン用　内径16mmの試験管に，テセロイキン用試験菌移植培地約9mLを分注した後，滅菌し，斜面としたもの．

ジゴキシン　$C_{41}H_{64}O_{14}$　[医薬品各条]

次酢酸鉛試液　酢酸鉛(Ⅱ)三水和物3g及び酸化鉛(Ⅱ)1gに水0.5mLを加え，すり混ぜて得た類黄色の混和物をビーカーに入れ，時計皿で覆い水浴上で加熱し均等の白色又は帯赤白色

になったとき，更に熱湯9.5mLを少量ずつ加え，再び時計皿で覆い放置した後，上澄液を傾斜してとり，水を加えてその比重を1.23～1.24(15℃)に調整する．

貯法　密栓して保存する．

次酢酸鉛試液，希　次酢酸鉛試液2mLに新たに煮沸して冷却した水を加えて100mLとする．用時製する．

シザンドリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{32}O_7$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　130～135℃

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

ジシクロヘキシル　$C_{12}H_{22}$

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：約0.864

沸点〈*2.57*〉　約227℃

融点〈*2.60*〉　約4℃

ジシクロヘキシルウレア　$C_6H_{11}NHCONHC_6H_{11}$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

純度試験　類縁物質　本品50mgをメタノールに溶かし，100mLとする．この液10mLを量り，メタノールを加えて100mLとする．この液20mLを量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸(1→10)5mLを加えて振り混ぜ，試料溶液とする．この液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジシクロヘキシルウレア以外のピークの合計量は3.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「アセトヘキサミド」の純度試験(4)(ⅱ)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジシクロヘキシルウレアの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「アセトヘキサミド」の純度試験(4)(ⅱ)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとした液50μLから得たジシクロヘキシルウレアのピーク面積が，標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積の1.8～3.3%であることを確認する．

***N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド**　$C_{13}H_{22}N_2$　無色若しくは白色の結晶又は結晶性の塊．エタノール(95)に溶けるが水で分解し，白色沈殿を生じる．

融点〈*2.60*〉　35～36℃

***N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液**　*N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド6gをエタノール(99.5)に溶かし，100mLとする．

貯法　気密容器に入れ，冷所に保存する．

***N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液**　*N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液　を見よ．

次硝酸ビスマス　[医薬品各条]

次硝酸ビスマス試液　L－酒石酸10gを水40mLに溶かす．これに次硝酸ビスマス0.85gを加え，1時間振り混ぜる．次にヨウ化カリウム溶液(2→5)20mLを加え，よく振り混ぜる．24時間放置した後，ろ過する．この液は遮光して保存する．

ジスチグミン臭化物，定量用　$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$　[医薬品各条，「ジスチグミン臭化物」ただし，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)99.0%以上を含むもの]

L－システイン　$HOOCCH(NH_2)CH_2SSCH_2CH(NH_2)COOH$　[K 9048，L(－)－システイン，特級]

L－システイン塩酸塩一水和物　$HSCH_2CH(NH_2)COOH \cdot HCl \cdot H_2O$　[K 8470，特級]

L－システイン酸　$C_3H_7NO_5S$　白色の粉末．

融点〈*2.60*〉　約260℃

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋7.5～＋9.0°(1.5g，水，20mL，100mm)．

シスプラチン　$Cl_2H_6N_2Pt$　[医薬品各条]

2,6－ジ－第三ブチル－*p*－クレゾール　2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール　を見よ．

2,6－ジ－第三ブチル－*p*－クレゾール試液　2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール試液　を見よ．

ジチオジグリコール酸　$C_4H_6O_4S_2$　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

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

ジチオスレイトール　$C_4H_{10}O_2S_2$　結晶である．

融点〈*2.60*〉　約42℃

1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリン　$C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2960cm^{-1}，1750cm^{-1}，1720cm^{-1}，1600cm^{-1}，1480cm^{-1}，1450cm^{-1}及び1185cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに正確に溶かした液につき，「カプトプリル」の純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.2の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，メタノール20mLに溶かし，水50mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝21.63mg $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$

ジチゾン　$C_6H_5NHNHCSN : NC_6H_5$　[K 8490，特級]

ジチゾン試液　ジチゾン25mgをエタノール(95)100mLに溶かす．用時製する．

ジチゾン液，抽出用　ジチゾン30mgをクロロホルム1000mLに溶かし，エタノール(95)5mLを加え，保存する．用時，この液の必要量をとり，その1／2容量の薄めた硝酸(1→100)

を加えて振り混ぜた後，水層を除いて用いる．

シトシン　$C_4H_5N_3O$　白色の結晶性の粉末又は粉末である．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(276nm)：800以上(乾燥後，40mg，0.1mol/L塩酸試液，10000mL).

ジドロゲステロン，定量用　$C_{21}H_{28}O_2$　[医薬品各条，「ジドロゲステロン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)99.0%以上を含むもの]

2,4－ジニトロクロルベンゼン　1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン　を見よ．

2,4－ジニトロフェニルヒドラジン　$(NO_2)_2C_6H_3NHNH_2$　[K 8480，特級]

2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液　2,4－ジニトロフェニルヒドラジン1.5gを硫酸10mL及び水10mLの冷混液に溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．

2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液　2,4－ジニトロフェニルヒドラジン1.5gを硫酸10mL及び水10mLの冷混液に溶かし，無アルデヒドエタノール1容量及び水3容量の混液を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．

2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液　2,4－ジニトロフェニルヒドラジン3gにジエチレングリコールジメチルエーテル100mLを加え，加温して溶かす．冷後，必要ならばろ過する．

2,4－ジニトロフェノール　$C_6H_3OH(NO_2)_2$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　110～114℃

2,4－ジニトロフェノール試液　2,4－ジニトロフェノール0.5gをエタノール(95)100mLに溶かす．

2,4－ジニトロフルオルベンゼン　1－フルオロ－2,4－ジニトロベンゼン　を見よ．

1,2－ジニトロベンゼン　$C_6H_4(NO_2)_2$　帯黄白色～帯褐黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により測定するとき，波数3100cm^{-1}，1585cm^{-1}，1526cm^{-1}，1352cm^{-1}及び793cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉　116～119℃

1,3－ジニトロベンゼン　$C_6H_4(NO_2)_2$　淡黄色～帯赤黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　88～92℃

貯法　遮光した気密容器．

***m*－ジニトロベンゼン**　1,3－ジニトロベンゼン　を見よ．

1,3－ジニトロベンゼン試液　1,3－ジニトロベンゼン1gをエタノール(95)100mLに溶かす．用時製する．

***m*－ジニトロベンゼン試液**　1,3－ジニトロベンゼン試液　を見よ．

1,3－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド1mLにエタノール(99.5)140mLを混和し，一部をとり0.01mol/L塩酸で滴定(指示薬：メチルレッド試液)した後，残部をエタノール(99.5)で薄めて0.008mol/L液とする．用時，この液40mLに1,3－ジニトロベンゼンのベンゼン溶液(1→20)60mLを混和する．

***m*－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性**　1,3－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性　を見よ．

シネオール，定量用　$C_{10}H_{18}O$　無色澄明の液で特異な芳香がある．

屈折率〈2.45〉　n^{20}_{D}：1.457～1.459

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：0.920～0.930

純度試験

（1）　類縁物質　（i）　本品0.20gをヘキサン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

（2）　類縁物質　（ii）　本品0.10gをヘキサン25mLに溶かし，試料溶液とする．この液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりシネオールの量を求めるとき，99.0%以上である．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ユーカリ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：試料溶液1mLを量り，ヘキサンを加えて100mLとする．この液2μLから得たシネオールのピーク高さがフルスケールの40～60%となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシネオールの保持時間の約3倍の範囲

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

シノブファギン，成分含量測定用　シノブファギン，定量用　を見よ．

シノブファギン，定量用　$C_{26}H_{34}O_6 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(295nm)：125～137(10mg，メタノール，250mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品40mgを量り，以下定量用ブファリンの純度試験を準用する．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりシノブファギンの量を求める．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：295nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：シノブファギンの保持時間が約7分になるように調整する．

カラムの選定：本品，定量用ブファリン及び定量用レジブフォゲニン10mgずつをメタノールに溶かして

200mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．この溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)20μLから得たシノブファギンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)20μLから得たシノブファギンのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシノブファギンの保持時間の約2倍の範囲

ジピコリン酸　$C_7H_5NO_4$　白色の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2630cm^{-1}，1701cm^{-1}，1576cm^{-1}，1416cm^{-1}，1300cm^{-1}及び1267cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　溶状　本品0.5gをエタノール(99.5)20mLに加温して溶かした液は，冷却するとき無色澄明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.1gを精密に量り，エタノール(99.5)25mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝8.356mg $C_7H_5NO_4$

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$　本品は微帯黄白色の粉末で，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けにくい．融点：約190℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品6mgをとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)100mLを正確に加えて溶かした液5μLにつき，「ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩」の純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

2,4－ジヒドロキシ安息香酸　$C_7H_6O_4$　白色～微褐色の粉末である．

純度試験　溶状　本品1.0gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は澄明である．

含量　95%以上．　**定量法**　本品約1gを精密に量り，エタノール(95)及び水50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝15.41mg $C_7H_6O_4$

1,3－ジヒドロキシナフタレン　$C_{10}H_6(OH)_2$　結晶，紫褐色の粉末で水又はエタノール(95)に溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　約125℃

2,7－ジヒドロキシナフタレン　$C_{10}H_6(OH)_2$　純度97%以上．

2,7－ジヒドロキシナフタレン試液　2,7－ジヒドロキシナフタレン0.10gを硫酸1000mLに溶かし，初めに呈する黄色が消えるまで静置してから使用する．溶液が著しく黒ずんでいるときは新たに調製する．

ジヒドロコデインリン酸塩，定量用　$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$　[医薬品各条，「ジヒドロコデインリン酸塩」ただし，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)99.0%以上を含むもの]

3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン　$C_9H_9NO_2$　本品は白色～淡褐色の粉末又は粒である．融点：約240℃(分解)．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数3210cm^{-1}，1649cm^{-1}，1502cm^{-1}，1252cm^{-1}及び816cm^{-1}付近に吸収を認める．

1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{10}H_{12}N_2O_4$　白色の粉末である．

純度試験　本品0.1gをメタノール100mLに溶かした液につき，「ジドブジン」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.23の主スポット以外のスポットを認めない．

α，α′－ジピリジル　2,2′－ビピリジル　を見よ．

1,3－ジ－(4－ピリジル)プロパン　$C_{13}H_{14}N_2$　淡黄色の粉末である．

融点〈*2.60*〉　61～62℃

水分〈*2.48*〉　本品1g中，水分は1mg以下とする．

ジフェニドール塩酸塩　$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$　[医薬品各条]

ジフェニル　$C_{12}H_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　68～72℃

純度試験　本品0.10gをアセトン5mLに溶かし，試料溶液とする．この液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりジフェニルの量を求めるとき，98.0%以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：180℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ジフェニルの保持時間が約8分になるように調整する．

検出感度：試料溶液1.0mLにアセトンを加えて100mLとした液2μLから得たジフェニルのピーク高さがフルスケールの5～15%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジフェニルの保持時間の約3倍の範囲

5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ジフェニルアミン　$(C_6H_5)_2NH$　[K 8487，特級]

ジフェニルアミン試液　ジフェニルアミン1gを硫酸100mLに溶かす．無色の液を用いる．

ジフェニルアミン・酢酸試液　ジフェニルアミン1.5gに硫酸1.5mL及び酢酸(100)を加えて溶かし，100mLとする．

ジフェニルアミン・氷酢酸試液　ジフェニルアミン・酢酸試液を見よ．

9,10－ジフェニルアントラセン　$C_{26}H_{18}$　黄色の結晶性の粉末で，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　約248℃

ジフェニルイミダゾール　$C_{15}H_{12}N_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくい．

融点〈2.60〉　234～236℃

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間)．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝22.03mg $C_{15}H_{12}N_2$

ジフェニルエーテル　$C_{12}H_{10}O$　ゼラニウムようの香気を有する無色の結晶で，エタノール(95)，ジエチルエーテルに溶け，水にほとんど溶けない．

比重〈2.56〉　d_{25}^{25}：1.072～1.075

沸点〈2.57〉　254～259℃

融点〈2.60〉　28℃

ジフェニルカルバジド　1,5－ジフェニルカルボノヒドラジドを見よ．

ジフェニルカルバジド試液　1,5－ジフェニルカルボノヒドラジド試液　を見よ．

ジフェニルカルバゾン　$C_6H_5N_2CON_2H_2C_6H_5$　帯黄赤色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数1708cm^{-1}，1602cm^{-1}，1497cm^{-1}，1124cm^{-1}，986cm^{-1}，748cm^{-1}及び692cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法　遮光した気密容器．

ジフェニルカルバゾン試液　ジフェニルカルバゾン1gをエタノール(95)に溶かし，1000mLとする．

1,5－ジフェニルカルボノヒドラジド　$C_{13}H_{14}N_4O$　[K 8488，特級]

1,5－ジフェニルカルボノヒドラジド試液　1,5－ジフェニルカルボノヒドラジド0.2gをエタノール(95)／酢酸(100)混液(9：1)100mLに溶かす．

1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{25}N\cdot HCl$　ジフェニドール塩酸塩1gに1mol/L塩酸試液30mLを加え，還流冷却器を付け，1時間加熱する．冷後，クロロホルム30mLずつで2回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水10mLずつで2回洗った後，クロロホルムを減圧で留去する．残留物をジエチルエーテル／エタノール(95)混液(3：1)から再結晶し，得られた結晶をデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥する．白色の結晶又は結晶性の粉末である．

吸光度〈2.24〉　$E_{1cm}^{1\%}$(250nm)：386～446(10mg，水，1000mL)．

融点〈2.60〉　176～180℃

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸20mLを加え，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝16.39mg $C_{21}H_{25}N\cdot HCl$

1,4－ジフェニルベンゼン　$C_{18}H_{14}$　本品は白色のりん片状の結晶で，わずかに芳香がある．本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3050cm^{-1}，3020cm^{-1}，1585cm^{-1}，1565cm^{-1}，1476cm^{-1}，1450cm^{-1}，995cm^{-1}，834cm^{-1}，740cm^{-1}及び680cm^{-1}付近に吸収を認める．

ジフェンヒドラミン　$C_{17}H_{21}NO$　[医薬品各条]

ジブカイン塩酸塩　$C_{20}H_{29}N_3O_2\cdot HCl$　[医薬品各条]

ジブチルアミン　$C_8H_{19}N$　無色澄明な液である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.415～1.419

密度〈2.56〉　(20℃)0.756 ～ 0.761g/mL

ジ－*n*－ブチルエーテル　$(C_4H_9)_2O$　無色澄明の液体で水と混和しない．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.768～0.771

2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール　$[(CH_3)_3C]_2C_6H_2(CH_3)OH$　白色の結晶性の粉末で，エタノール(95)に溶けやすい．

融点〈2.60〉　69～71℃

強熱残分〈2.44〉　0.05%以下．

2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール試液　2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール0.1gをエタノール(95)に溶かし，10mLとする．

ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛　プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉　を見よ．

ジプロフィリン　$C_{10}H_{14}N_4O_4$　白色の粉末又は粒で，水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験　本品を105℃で4時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3460cm^{-1}，3330cm^{-1}，1651cm^{-1}，1242cm^{-1}，1059cm^{-1}及び1035cm^{-1}付近に吸収を認める．

2,6－ジブロムキノンクロルイミド　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン　を見よ．

2,6－ジブロムキノンクロルイミド試液　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液　を見よ．

2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン　$C_6H_2Br_2ClNO$　[K 8491，2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノンモノイミン，特級]

2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノンモノイミン　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミンを見よ．

2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン0.5gをメタノールに溶かし，100mLとする．

2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノンモノイミン試液　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液　を見よ．

2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液，希　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン0.2gをメタノールに溶かし，100mLとする．

2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノンモノイミン試液，希　2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液，希　を見よ．

ジベカシン硫酸塩　$C_{18}H_{37}N_5O_8 \cdot xH_2SO_4$　[医薬品各条]

ジベンジル　$C_{14}H_{14}$　白色の結晶で，ジエチルエーテルに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　50～54℃

純度試験　類縁物質　本品32mgをとり，メタノールに溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．この液20μLにつき，「注射用ビンブラスチン硫酸塩」の定量法の条件を準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，ジベンジル以外のピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液10mLにメタノールを加えて20mLとした液20μLから得たジベンジルのピーク高さが3～5cmになるように調整し，面積測定範囲は主ピークの保持時間の約1.2倍の範囲とする．

***N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン二酢酸塩**　$C_{16}H_{20}N_2 \cdot 2C_2H_4O_2$　白色～わずかに微黄色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数1530cm^{-1}，1490cm^{-1}，1460cm^{-1}，1400cm^{-1}及び1290cm^{-1}付近に吸収を認める．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約25mgを精密に量り，メタノール25mLに溶かし，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液50mLにメタノール50mLを加えた液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に酢酸(100)約8mgを精密に量り，メタノール25mLを加え，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液50mLにメタノール50mLを加えた液を加えて正確に20mLとし，比較液とする．試料溶液及び比較液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれのピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液のクロマトグラムについて，酢酸及びベースラインの変動に起因するピーク面積を補正し，面積百分率法により*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンの量を求める．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／pH3.5の0.25mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(11：7：2)

流量：*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ベンジルペニシリンベンザチン約85000単位に対応する量を量り，メタノール25mLを加えて溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液50mLにメタノール50mLを加えた液を加えて正確に20mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は20以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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

確認試験　本品につき，純度試験を準用して試験を行うとき，主ピークのマススペクトルに，分子イオンピーク(*m*／*z* 278)及びフラグメントイオンピーク(*m*／*z* 139)を認める．

純度試験　類縁物質　本品3.0mgをメタノールに溶かし，100mLとし，試料溶液とする．この液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジベンズ[*a,h*]アントラセン以外のピークの合計量は7.0%以下である．

試験条件

検出器：質量分析計(EI)

走査質量範囲：15.00～300.00

測定時間：12～30分

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

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

注入口温度：250℃付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

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

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

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

シベンゾリンコハク酸塩，定量用　$C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$　[医薬品各条，「シベンゾリンコハク酸塩」ただし，乾燥したもの

を定量するとき，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品0.10gをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．更に，この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，80℃で30分間乾燥する．冷後，これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気で飽和した密閉容器中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

脂肪油　医薬品各条中の脂肪油．

***N,N*－ジメチルアセトアミド**　$CH_3CON(CH_3)_2$　本品は無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉　0.938～0.945(第3法).

沸点〈2.57〉　163～165℃

水分〈2.48〉　0.2%以下(0.1g，電量滴定法).

純度試験　本品3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により，*N,N*－ジメチルアセトアミドの量を求めるとき，98.0%以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.25mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを厚さ0.5μmで被覆する．

カラム温度：70℃付近の一定温度で注入し，1分間保った後，200℃になるまで毎分10℃の割合で昇温し，200℃付近の一定温度で3分間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量(線速度)：約30cm/秒

面積測定範囲：*N,N*－ジメチルアセトアミドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品1.0gを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液3μLから得た*N,N*－ジメチルアセトアミドのピーク面積がフルスケールの40～60%になることを確認する．

システムの再現性：本品3μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N,N*－ジメチルアセトアミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

ジメチルアニリン　*N,N*－ジメチルアニリン　を見よ．

***N,N*－ジメチルアニリン**　$C_6H_5N(CH_3)_2$　無色～淡黄色の液体で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.955～0.960

蒸留試験〈2.57〉　192～195℃，95vol%以上．

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

4－ジメチルアミノアンチピリン　$C_{13}H_{17}N_3O$　無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品の水溶液(1→2000)5μLにつき，「セフピラミドナトリウム」の定量法を準用し，試験を行う．溶媒のピークの後から4－ジメチルアミノアンチピリンの保持時間の約2倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により4－ジメチルアミノアンチピリン以外のピークの合計量を求めるとき，1.0%以下である．

4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド　$C_{11}H_{13}NO$　だいだい色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．希塩酸に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　140～142℃

純度試験　溶状　本品0.20gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

窒素含量〈1.08〉　7.8～8.1%(乾燥後).

***p*－ジメチルアミノシンナムアルデヒド**　4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド　を見よ．

4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液　4－ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→2000)10mLに，用時，酢酸(100)1mLを加える．

***p*－ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液**　4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液　を見よ．

ジメチルアミノフェノール　$(CH_3)_2NC_6H_4OH$　暗紫色の結晶又は結晶性の塊．

融点〈2.60〉　85℃

4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン　$C_{12}H_{12}N_2OS_2$　[K 8495，*p*－ジメチルアミノベンジリデンロダニン，特級]

***p*－ジメチルアミノベンジリデンロダニン**　4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン　を見よ．

4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液　4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン20mgをアセトンに溶かし，100mLとする．

***p*－ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液**　4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液　を見よ．

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド　$(CH_3)_2NC_6H_4CHO$　[K 8496，*p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド，特級]

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド**　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド　を見よ．

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド10gを硫酸90mL及び水10mLの冷混液に溶かす．用時製する．

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド1.0gを希硫酸20mLに溶かす．用時製する．

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液**　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液　を見よ．

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用**　4－ジメ

チルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用　を見よ．

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液**　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液，希**　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド0.125gを硫酸65mL及び水35mLの冷混液に溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液0.05mLを加える．調製後7日以内に用いる．

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液，希　水80mLに氷冷しながら4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液100mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.15mLを注意して加える．

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液**　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド1.0gを冷却しながら塩酸50mLに溶かし，エタノール(95)50mLを加える．

***p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液**　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液　を見よ．

ジメチルアミン　$(CH_3)_2NH$　無色澄明の液で，アミン様の特異なにおいがある．水又はエタノール(99.5)と混和する．アルカリ性である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.85～0.93

含量　38.0～45.0%．　**定量法**　本品約1gを，0.5mol/L硫酸20mLを正確に入れたフラスコに精密に量り，過量の硫酸を1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L硫酸1mL＝45.08mg C_2H_7N

***N,N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン**　$C_{10}H_{23}N$　本品は，無色の液である．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.424

ジメチルグリオキシム　$C_4H_8N_2O_2$　[K 8498，特級]

ジメチルグリオキシム試液　ジメチルグリオキシム1gをエタノール(95)に溶かし，100mLとする．

ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液　A液：ジメチルグリオキシム0.5gを塩酸に溶かし，100mLとする．用時製する．B液：チオセミカルバジド0.1gに水50mLを加え，必要ならば加温して溶かし，薄めた塩酸(1→2)を加えて100mLとする．用時製する．A液及びB液のそれぞれ10mLずつを合わせ，薄めた塩酸(1→2)を加えて100mLとし，1時間放置後，24時間以内に使用する．

ジメチルスルホキシド　$(CH_3)_2SO$　[K 9702，特級]

ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用　$(CH_3)_2SO$　無色の結晶又は無色澄明の液で，特異なにおいがある．吸湿性が強い．

凝固点〈*2.42*〉　18.3℃以上．

純度試験　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，窒素を飽和した後，直ちに吸光度を測定するとき，波長270nmで0.20以下，275nmで0.09以下，280nmで0.06以下，300nmで0.015以下である．また，波長260～350nmにおいて特異な吸収を認めない．

水分〈*2.48*〉　0.1%以下．

3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物　$C_{18}H_{16}BrN_5S$　黄色の結晶．融点：約195℃(分解)．

3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液　3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物5gをリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし，1000mLとする．

2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{16}N_2O_5$　ニフェジピンのメタノール溶液(1→100)にキセノン光を50000lxの照度で8時間照射した後，水浴上でメタノールを留去する．残留物を1－プロパノールで4回再結晶し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で乾燥する．ごくうすい青色の結晶で，クロロホルムに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　93～95℃

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.4gを精密に量り，酢酸(100)70mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.83mg $C_{17}H_{16}N_2O_5$

***N,N*－ジメチル－*p*－フェニレンジアンモニウム二塩酸塩**　$H_2NC_6H_4N(CH_3)_2 \cdot 2HCl$　[K 8193，二塩化*N,N*－ジメチル－*p*－フェニレンジアンモニウム，特級]

ジメチルホルムアミド　*N,N*－ジメチルホルムアミド　を見よ．

***N,N*－ジメチルホルムアミド**　$HCON(CH_3)_2$　[K 8500，特級]

***N,N*－ジメチルホルムアミド，液体クロマトグラフィー用**　$HCON(CH_3)_2$　[K 8500，*N,N*－ジメチルホルムアミド，特級]　ただし，本品につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉(層長1cm，対照：水)により吸光度を測定するとき，波長270nm，280nm及び300nmにおけるそれぞれの吸光度は0.60以下，0.15以下及び0.05以下である．

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

ジメドン　$C_8H_{12}O_2$　白色～微黄色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　145～149℃

ジメンヒドリナート，定量用　$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$　[医薬品各条，「ジメンヒドリナート」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$)53.8～54.9%及び8－クロロテオフィリン($C_7H_7ClN_4O_2$)45.2～46.1%を含むもの]

ジモルホラミン，定量用　$C_{20}H_{38}N_4O_4$　[医薬品各条，「ジモルホラミン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)99.0%以上を含むもの]

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

確認試験

(1)　本品の細末1gをとり，メタノール3mLを加え，水浴上で3分間加温する．冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉に

より試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(10：10：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，以下と同等のスポットを認める．

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

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

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

重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用　DCl　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

臭化カリウム　KBr　[K 8506，特級]

臭化カリウム，赤外吸収スペクトル用　臭化カリウム単結晶又は臭化カリウムを砕き，200号(75μm)ふるいを通過したものを集め，120℃で10時間又は500℃で5時間乾燥する．これを用いて錠剤を作り，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉により測定するとき，異常な吸収を認めない．

臭化シアン試液　氷冷した水100mLに臭素1mLを加え，激しく振り混ぜた後，氷冷したシアン化カリウム試液を臭素の色がまさに脱色するまで滴加する．この試液はドラフト中で用時製する．この試液の蒸気は極めて有毒であるから取扱いに際し，吸入しないように注意する．

臭化ジスチグミン，定量用　ジスチグミン臭化物，定量用　を見よ．

臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム　3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物を見よ．

臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液　3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液　を見よ．

臭化水素酸　HBr　[K 8509，特級]

臭化水素酸アレコリン，薄層クロマトグラフィー用　アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

臭化水素酸スコポラミン　スコポラミン臭化水素酸塩水和物を見よ．

臭化水素酸スコポラミン，薄層クロマトグラフィー用　スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

臭化水素酸セファエリン　セファエリン臭化水素酸塩　を見よ．

臭化水素酸ホマトロピン　ホマトロピン臭化水素酸塩　を見よ．

臭化ダクロニウム，薄層クロマトグラフィー用　ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム　*n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物　を見よ．

臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム試液，0.005mol/L　*n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物試液，0.005mol/L　を見よ．

臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム　テトラ－*n*－ブチルアンモニウム臭化物　を見よ．

臭化テトラ*n*－プロピルアンモニウム　テトラ－*n*－プロピルアンモニウム臭化物　を見よ．

臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム　テトラ－*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物　を見よ．

臭化テトラ*n*－ペンチルアンモニウム　テトラ－*n*－ペンチルアンモニウム臭化物　を見よ．

臭化ナトリウム　NaBr　[K 8514，特級]

臭化プロパンテリン　プロパンテリン臭化物　を見よ．

臭化ヨウ素(Ⅱ)　IBr　黒褐色の結晶又は塊で，水，エタノール(95)，酢酸(100)，ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶ける．

融点〈2.60〉　40℃

貯法　遮光したガラス容器に入れ，冷所に保存する．

臭化リチウム　LiBr　白色の結晶又は結晶性の粉末で，吸湿性である．

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　0.1%以下．

（２）　硫酸塩〈1.14〉　0.01%以下．

重クロム酸カリウム　二クロム酸カリウム　を見よ．

重クロム酸カリウム(標準試薬)　二クロム酸カリウム(標準試薬)　を見よ．

重クロム酸カリウム試液　二クロム酸カリウム試液　を見よ．

重クロム酸カリウム・硫酸試液　二クロム酸カリウム・硫酸試液　を見よ．

シュウ酸　シュウ酸二水和物　を見よ．

シュウ酸二水和物　$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$　[K 8519，しゅう酸二水和物，特級]

シュウ酸試液　シュウ酸二水和物6.3gを水に溶かし，100mLとする(0.5mol/L)．

シュウ酸アンモニウム　シュウ酸アンモニウム一水和物　を見よ．

シュウ酸アンモニウム一水和物　$(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$　[K 8521，しゅう酸アンモニウム一水和物，特級]

シュウ酸アンモニウム試液　シュウ酸アンモニウム一水和物3.5gを水に溶かし，100mLとする(0.25mol/L).

シュウ酸塩pH標準液　pH測定法〈*2.54*〉のシュウ酸塩pH標準液　を見よ.

シュウ酸ナトリウム(標準試薬)　$C_2O_4Na_2$　[K 8005，しゅう酸ナトリウム，容量分析用標準物質]

シュウ酸*N*－(1－ナフチル)－*N′*－ジエチルエチレンジアミン　*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩　を見よ.

シュウ酸*N*－(1－ナフチル)－*N′*－ジエチルエチレンジアミン試液　*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液　を見よ.

シュウ酸*N*－(1－ナフチル)－*N′*－ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液　*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液　を見よ.

重水，核磁気共鳴スペクトル測定用　D_2O　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化ギ酸，核磁気共鳴スペクトル測定用　DCOOD　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用　$CDCl_3$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化ジメチルスルホキシド，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CD_3)_2SO$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化ピリジン，核磁気共鳴スペクトル測定用　C_5D_5N　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化メタノール，核磁気共鳴スペクトル測定用　CD_3OD　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの.

重水素化溶媒，核磁気共鳴スペクトル測定用　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．重水素化クロロホルム($CDCl_3$)，重水素化ジメチルスルホキシド[$(CD_3)_2SO$]，重水(D_2O)，重水素化ピリジン(C_5D_5N)などがある.

臭素　Br　[K 8529，特級]

臭素試液　臭素を水に飽和して製する．栓にワセリンを塗った共栓瓶に臭素2～3mLをとり，冷水100mLを加えて密栓して振り混ぜる.

貯法　遮光してなるべく冷所に保存する.

臭素・酢酸試液　酢酸ナトリウム三水和物10gを酢酸(100)に溶かして100mLとし，臭素5mLを加えて振り混ぜる.

貯法　遮光してなるべく冷所に保存する.

臭素・四塩化炭素試液　臭素0.1gを四塩化炭素に溶かし，100mLとする．この液2mLに四塩化炭素を加えて10mLとする．用時製する.

臭素・シクロヘキサン試液　臭素0.1gをシクロヘキサンに溶かし，100mLとする．この液2mLにシクロヘキサンを加えて10mLとする．用時製する.

臭素・水酸化ナトリウム試液　水酸化ナトリウム溶液(3→100)100mLに臭素0.2mLを加える．用時製する.

臭素酸カリウム　$KBrO_3$　[K 8530，特級]

酒石酸　L－酒石酸　を見よ.

L－酒石酸　$C_4H_6O_6$　[K 8532，L(+)－酒石酸，特級]

酒石酸緩衝液，pH3.0　L－酒石酸1.5g及び酒石酸ナトリウム二水和物2.3gを水に溶かし，1000mLとする.

酒石酸アンモニウム　L－酒石酸アンモニウム　を見よ.

L－酒石酸アンモニウム　$C_4H_{12}N_2O_6$　[K 8534，(+)－酒石酸アンモニウム，特級]

酒石酸カリウム　$2C_4H_4K_2O_6 \cdot H_2O$　[K 8535，(+)－酒石酸カリウム－水(2／1)，特級]

酒石酸カリウムナトリウム　酒石酸ナトリウムカリウム四水和物　を見よ.

酒石酸水素ナトリウム　酒石酸水素ナトリウム一水和物　を見よ.

酒石酸水素ナトリウム一水和物　$NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O$　[K 8538，(+)－酒石酸水素ナトリウム一水和物，特級]

酒石酸水素ナトリウム試液　酒石酸水素ナトリウム一水和物1gを水に溶かし，10mLとする(0.5mol/L)．用時製する.

酒石酸第一鉄試液　酒石酸鉄(Ⅱ)試液　を見よ.

酒石酸鉄(Ⅱ)試液　硫酸鉄(Ⅱ)七水和物1g，酒石酸ナトリウムカリウム四水和物2g及び亜硫酸水素ナトリウム0.1gを水に溶かし，100mLとする.

酒石酸ナトリウム　酒石酸ナトリウム二水和物　を見よ.

酒石酸ナトリウム二水和物　$C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$　[K 8540，(+)－酒石酸ナトリウム二水和物，特級]

酒石酸ナトリウムカリウム四水和物　$KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$　[K 8536，(+)－酒石酸ナトリウムカリウム四水和物，特級]

酒石酸メトプロロール，定量用　メトプロロール酒石酸塩，定量用　を見よ.

酒石酸レバロルファン，定量用　レバロルファン酒石酸塩，定量用　を見よ.

純度試験用アコニチン　アコニチン，純度試験用　を見よ.

純度試験用ジェサコニチン　ジェサコニチン，純度試験用　を見よ.

純度試験用ヒパコニチン　ヒパコニチン，純度試験用　を見よ.

純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液　ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液，純度試験用　を見よ.

純度試験用メサコニチン　メサコニチン，純度試験用　を見よ.

硝酸　HNO_3　[K 8541，特級，濃度　69～70%，密度約1.42g/mL]

硝酸，希　硝酸10.5mLに水を加えて100mLとする.

硝酸，発煙　[K 8739，発煙硝酸，特級，濃度　97.0%以上，密度約1.52g/mL]

硝酸試液，2mol/L　硝酸12.9mLに水を加えて100mLとする.

硝酸アンモニウム　NH_4NO_3　[K 8545，特級]

硝酸イソソルビド，定量用　$C_6H_8N_2O_8$　[医薬品各条，「硝酸イソソルビド」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)99.0%以上を含む．また，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品50mgを水／メタノール混液(1：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の硝酸イソソルビド以外のピークの合計面積は，標準溶液の硝酸イソソルビドのピーク面積より大きくない.

試験条件

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

面積測定範囲：溶媒のピークの後から硝酸イソソルビドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

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

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

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

硝酸カリウム　KNO_3　[K 8548，特級]

硝酸カルシウム　硝酸カルシウム四水和物　を見よ．

硝酸カルシウム四水和物　$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$　[K 8549，特級]

硝酸銀　$AgNO_3$　[K 8550，特級]

硝酸銀試液　硝酸銀17.5gを水に溶かし，1000mLとする(0.1mol/L).

貯法　遮光して保存する．

硝酸銀・アンモニア試液　硝酸銀1gを水20mLに溶かし，かき混ぜながらアンモニア試液を沈殿がほとんど溶けるまで滴加する．

貯法　遮光した容器に密栓して保存する．

硝酸コバルト　硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物　を見よ．

硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物　$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$　[K 8552，特級]

硝酸ジルコニル　硝酸ジルコニル二水和物　を見よ．

硝酸ジルコニル二水和物　$ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$　白色の結晶性の粉末である．本品は，水に溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→20)5mLに水酸化ナトリウム5mLを加えるとき，白色乳状の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→20)10mLに硫酸10mLを加え，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液2mLを積層させるとき，境界面に褐色の輪帯が現れる．

硝酸ストリキニーネ，定量用　ストリキニーネ硝酸塩，定量用　を見よ．

硝酸セリウム(Ⅲ)六水和物　$Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$　無色～淡黄色の結晶性の粉末で，水に溶ける．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　0.036%以下．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　0.120%以下．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約1.5gを精密に量り，硫酸5mLを加え，白煙が激しく発生するまで加熱する．冷後，水200mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液0.5mL及びペルオキソ二硫酸アンモニウム5gを加えて溶かし，15分間煮沸する．冷後，1,10－フェナントロリン試液2滴を加え，0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液で，液の淡青色が赤色に変わるまで滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液1mL
＝43.42mg $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$

硝酸セリウム(Ⅲ)試液　硝酸セリウム(Ⅲ)六水和物0.44gを水に溶かし，1000mLとする．

硝酸第一セリウム　硝酸セリウム(Ⅲ)六水和物　を見よ．

硝酸第一セリウム試液　硝酸セリウム(Ⅲ)試液　を見よ．

硝酸第二鉄　硝酸鉄(Ⅲ)九水和物　を見よ．

硝酸第二鉄試液　硝酸鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

硝酸チアミン　チアミン硝化物　を見よ．

硝酸鉄(Ⅲ)九水和物　$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$　[K 8559，特級]

硝酸鉄(Ⅲ)試液　硝酸鉄(Ⅲ)九水和物1gをpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液に溶かし，300mLとする．

硝酸デヒドロコリダリン，成分含量測定用　デヒドロコリダリン硝化物，定量用　を見よ．

硝酸ナトリウム　$NaNO_3$　[K 8562，特級]

硝酸ナファゾリン　ナファゾリン硝酸塩　を見よ．

硝酸ナファゾリン，定量用　ナファゾリン硝酸塩，定量用　を見よ．

硝酸鉛　硝酸鉛(Ⅱ)　を見よ．

硝酸鉛(Ⅱ)　$Pb(NO_3)_2$　[K 8563，特級]

硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ)　$Ce(NH_4)_2(NO_3)_6$　[K 8556，特級]

硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液　硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ)6.25gを薄めた希硝酸(9→50)160mLに溶かす．調製後3日以内に使用する．

硝酸バリウム　$Ba(NO_3)_2$　[K 8565，特級]

硝酸バリウム試液　硝酸バリウム6.5gを水に溶かし，100mLとする(0.25mol/L).

硝酸ビスマス　硝酸ビスマス五水和物　を見よ．

硝酸ビスマス五水和物　$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$　[K 8566，特級]

硝酸ビスマス試液　硝酸ビスマス五水和物5.0gを酢酸(100)に溶かし，100mLとする．

硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液　硝酸ビスマス五水和物0.35gを酢酸(100)4mL及び水16mLに溶かし，A液とする．ヨウ化カリウム8gを水20mLに溶かし，B液とする．A液及びB液の等容量混液20mLに希硫酸80mL及び過酸化水素(30)0.2mLを加える．用時製する．

硝酸マグネシウム　硝酸マグネシウム六水和物　を見よ．

硝酸マグネシウム六水和物　$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$　[K 8567，特級]

硝酸マンガン(Ⅱ)六水和物　$Mn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$　[K 8568，特級]

硝酸ミコナゾール　ミコナゾール硝酸塩　を見よ．

焦性ブドウ酸ナトリウム　微生物試験用に製造したもの．

消毒用エタノール　エタノール，消毒用　を見よ．

生薬純度試験用アセトン　アセトン，生薬純度試験用　を見よ．

生薬純度試験用アリストロキア酸Ⅰ　アリストロキア酸Ⅰ，生薬純度試験用　を見よ．

生薬純度試験用エーテル　ジエチルエーテル，生薬純度試験用　を見よ．

生薬純度試験用ジエチルエーテル　ジエチルエーテル，生薬純度試験用　を見よ．

生薬純度試験用ヘキサン　ヘキサン，生薬純度試験用　を見よ．

蒸留水，注射用　[医薬品各条，「注射用水」又は「注射用水(容器入り)」ただし，蒸留して製したもの．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目のすべてに適合していることを確認する必要はない．]

[6]－ショーガオール，定量用　$C_{17}H_{24}O_3$　[6]－ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(225nm)：727～781(5mg，エタノール(99.5)，500mL)．

純度試験　類縁物質　本品5mgをアセトニトリル／水混液(2：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(2：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の[6]－ショーガオール以外のピークの合計面積は，標準溶液の[6]－ショーガオールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「無コウイ大建中湯エキス」の定量法(2)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から[6]－ショーガオールの保持時間の3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(2：1)を加えて正確に20mLとする．この液10 μLから得た[6]－ショーガオールのピーク面積が，標準溶液の[6]－ショーガオールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，[6]－ショーガオールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，[6]－ショーガオールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

[6]－ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{24}O_3$　微黄色の油である．メタノール，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和し，水にほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

触媒用ラニーニッケル　ラニーニッケル，触媒用　を見よ．

植物油　医薬品各条の植物性脂肪油．

ジョサマイシン　$C_{42}H_{69}NO_{15}$　[医薬品各条]

ジョサマイシンプロピオン酸エステル　$C_{45}H_{73}NO_{16}$　[医薬品各条]

シラザプリル　シラザプリル水和物　を見よ．

シラザプリル，定量用　シラザプリル水和物，定量用　を見よ．

シラザプリル水和物　$C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$　[医薬品各条]

シラザプリル水和物，定量用　$C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$　[医薬品各条，「シラザプリル水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)99.0%以上を含むもの]

シラスタチンアンモニウム，定量用　$C_{16}H_{29}N_3O_5S$：375.48　白色の結晶性の粉末．

純度試験　類縁物質　本品40mgを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．別に水20μLにつき，同様に操作する．試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液のクロマトグラムについて，水及びベースラインの変動によるピーク面積を補正するとき，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の1／6以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(7：3)

移動相B：薄めたリン酸(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	15 → 100	85 → 0
30 ～ 40	100	0

流量：毎分2.0mL

面積測定範囲：40分

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に30mLとする．この液20μLから得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の2.3～4.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約20分であり，またシラスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

残留溶媒　本品約1gを精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)約0.10gを精密に量り，水を加えて正確に100mlとし，標準溶

液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のエタノールのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式によりエタノール(C_2H_5OH)の量を求めるとき，0.5%以下である．

エタノール(C_2H_5OH)の量(%)＝M_S／M_T×A_T／A_S×100

M_S：エタノール(99.5)の秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径0.5mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサンを厚さ5μmで被覆する．
カラム温度：50℃付近の一定温度で注入し，150秒間保った後，70℃になるまで毎分8℃の割合で昇温し，70℃付近の一定温度に30秒間保つ．
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：エタノールの保持時間が約1分になるように調整する．
スプリット比：5：1
システム適合性
検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1μLから得たエタノールのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のエタノールのピーク面積の7～13%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，3.0以下である．
システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エタノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　0.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).
強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g).
含量　換算した脱水及び脱エタノール物に対し，シラスタチンアンモニウム($C_{16}H_{29}N_3O_5S$)99.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，メタノール30mLに溶かし，水5mLを加える．この液に0.1mol/L塩酸を加え，pH3.0に調整し，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第2変曲点とし，第1変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝37.55mg $C_{16}H_{29}N_3O_5S$

シリカゲル　無定形の一部水加性のケイ酸で，不定形ガラス状顆粒である．乾燥剤用として水分吸着によって変色する変色料を含ませたものもある．110℃で乾燥して元の色に戻す．
強熱減量〈2.43〉　6%以下(2g，950±50℃).
水分吸着能　31%以上．本品約10gを精密に量り，比重1.19の硫酸で湿度を80%とした容器内に24時間放置した後，質量を量り，試料に対する増量を求める．

シリコーン樹脂　淡灰色半澄明の粘性の液又はペースト状の物質で，においはほとんどない．
屈折率及び粘度　本品15gをソックスレー抽出器に入れ，四塩化炭素150mLで3時間抽出し，抽出液を水浴上で蒸発して得た液体の動粘度は100～1100mm^2/s(25℃)，屈折率は1.400～1.410(25℃)である．
比重〈2.56〉　0.98～1.02
乾燥減量〈2.41〉　屈折率及び粘度の項の抽出残留物につき0.45～2.25g(100℃，1時間).

シリコン樹脂　シリコーン樹脂　を見よ．
シリコーン油　無色澄明の液で，においはない．
粘度〈2.53〉　50～100mm^2/s
シリコン油　シリコーン油　を見よ．
ジルコニル・アリザリンS試液　ジルコニル・アリザリンレッドS試液　を見よ．
ジルコニル・アリザリンレッドS試液　硝酸ジルコニル二水和物0.2gを希塩酸5mLに溶かし，アリザリンレッドS試液10mLを加え，更に水を加えて30mLとする．
ジルチアゼム塩酸塩　$C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl　[医薬品各条]
シンコニジン　$C_{19}H_{22}N_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．本品のエタノール(95)溶液(1→100)は左旋性である．
融点：約207℃
含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.72mg $C_{19}H_{22}N_2O$

シンコニン　$C_{19}H_{22}N_2O$　白色の結晶又は粉末である．
確認試験　本品1gを塩酸溶液(1→4)20mLに溶かし，ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じ，加熱すると溶け，放冷すると，結晶を析出する．
純度試験　シンコニジン及びキニーネ　本品1gに水30mLを加えた後，塩酸溶液(2→3)を溶けるまで滴加した後，アンモニア試液で中和する．この液に酒石酸ナトリウム二水和物溶液(1→2)10mLを加え，煮沸した後，1時間放置するとき，沈殿を認めない．
含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.72mg $C_{19}H_{22}N_2O$

ジンコン　$C_{20}H_{16}N_4O_6S$　暗赤色～紫色の粉末である．
確認試験　本品を105℃で4時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数1604cm^{-1}，1494cm^{-1}，1294cm^{-1}，1194cm^{-1}，1110cm^{-1}，1046cm^{-1}及び764cm^{-1}付近に吸収を認める．
貯法　遮光した気密容器．
ジンコン試液　ジンコン0.1gを1mol/L水酸化ナトリウム液2mLに溶かし，水を加えて100mLとする．
シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　(*E*)－シン

ナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　C_9H_8O　無色～淡黄色の液体で，特異な芳香がある．メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(285nm)：1679～1943(5mg，メタノール，2000mL)．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール2mLに溶かした液1μLにつき，「葛根湯エキス」の確認試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

水銀　Hg　[K 8572，特級]

水酸化カリウム　KOH　[K 8574，特級]

水酸化カリウム試液　水酸化カリウム6.5gを水に溶かし，100mLとする(1mol/L)．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化カリウム試液，0.02mol/L　水酸化カリウム試液2mLに水を加えて100mLとする．用時製する．

水酸化カリウム試液，0.05mol/L　水酸化カリウム試液5mLに水を加えて100mLとする．用時製する．

水酸化カリウム試液，8mol/L　水酸化カリウム52gを水に溶かし，100mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化カリウム・エタノール試液　水酸化カリウム10gをエタノール(95)に溶かし，100mLとする．用時製する．

水酸化カリウム・エタノール試液，0.1mol/L　希水酸化カリウム・エタノール試液1mLにエタノール(95)を加えて5mLとする．用時製する．

水酸化カリウム・エタノール試液，希　水酸化カリウム35gを水20mLに溶かし，エタノール(95)を加えて1000mLとする(0.5mol/L)．密栓して保存する．

水酸化カルシウム　$Ca(OH)_2$　[K 8575，特級]

水酸化カルシウム，pH測定用　水酸化カルシウムをpH測定用に調製したもの．

水酸化カルシウム試液　水酸化カルシウム3gに冷蒸留水1000mLを加え，1時間時々強く振り混ぜた後に静置し，用時，上澄液を用いる(0.04mol/L)．

水酸化カルシウムpH標準液　pH測定法〈*2.54*〉　を見よ．

水酸化第二銅　水酸化銅(Ⅱ)　を見よ．

水酸化銅(Ⅱ)　$Cu(OH)_2$　淡青色の粉末で水にほとんど溶けない．

含量　$Cu(OH)_2$として95.0%以上．　**定量法**　本品約0.6gを精密に量り，塩酸3mL及び水を加えて溶かし，正確に500mLとする．この液25mLを正確に量り，水75mL，塩化アンモニウム溶液(3→50)10mL，薄めたアンモニア水(28)(1→10)3mL及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬0.05gを加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は，液の色が黄緑色から赤紫色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝0.9756mg $Cu(OH)_2$

水酸化ナトリウム　NaOH　[K 8576，特級]

水酸化ナトリウム試液　水酸化ナトリウム4.3gを水に溶かし，100mLとする(1mol/L)．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，0.01mol/L　水酸化ナトリウム試液10mLに水を加えて1000mLとする．用時製する．

水酸化ナトリウム試液，0.05mol/L　0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに水を加え，100mLとする．

水酸化ナトリウム試液，0.2mol/L　水酸化ナトリウム8.0gに新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，1000mLとする．用時製する．

水酸化ナトリウム試液，0.5mol/L　水酸化ナトリウム22gを水に溶かし，1000mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，2mol/L　水酸化ナトリウム86gを水に溶かし，1000mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，4mol/L　水酸化ナトリウム168gを水に溶かし，1000mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，6mol/L　水酸化ナトリウム252gを水に溶かし，1000mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，8mol/L　水酸化ナトリウム336gを水に溶かし，1000mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，希　水酸化ナトリウム4.3gを新たに煮沸して冷却した水に溶かし，1000mLとする．用時製する(0.1mol/L)．

水酸化ナトリウム・ジオキサン試液　水酸化ナトリウム0.80gを1,4－ジオキサン・水混液(3：1)に溶かし，100mLとする．

水酸化ナトリウム・メタノール試液　水酸化ナトリウム4gにメタノールを加えてよく振り混ぜて100mLとする．これを遠心分離して得た上澄液50mLをとり，メタノールを加えて500mLとする．用時製する．

水酸化バリウム　水酸化バリウム八水和物　を見よ．

水酸化バリウム八水和物　$Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$　[K 8577，特級]　密栓して保存する．

水酸化バリウム試液　水酸化バリウム八水和物を新たに煮沸して冷却した水に飽和する．用時製する(0.25mol/L)．

水素　H_2　[K 0512，標準物質，3級]99.99%以上．

水素化ホウ素ナトリウム　$NaBH_4$　白色～灰白色の結晶，粉末又は塊である．本品は水に溶けやすい．

含量　95%以上．　**定量法**　本品0.25gを精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液(3→10)20mLに溶かし，水を加えて正確に500mLにする．その20mLを正確に量り，共通すり合わせヨウ素フラスコに入れ，氷冷する．ヨウ素試液40mLを正確に加え，10分間暗所に放置後，薄めた硫酸(1→6)10mLを正確に加えて，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で逆滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝0.4729mg $NaBH_4$

水分測定用試液　水分測定法〈*2.48*〉　を見よ．

水分測定用イミダゾール　水分測定法〈*2.48*〉　を見よ．

水分測定用エチレングリコール　エチレングリコール，水分測定用　を見よ．

水分測定用塩化カルシウム　塩化カルシウム，水分測定用　を見よ．

水分測定用クロロホルム　水分測定法〈*2.48*〉　を見よ．

水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル　水分測定法〈*2.48*〉　を見よ．

水分測定用炭酸プロピレン　水分測定法〈*2.48*〉　を見よ．

水分測定用ピリジン　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用ホルムアミド　ホルムアミド，水分測定用　を見よ．

水分測定用メタノール　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用2－メチルアミノピリジン　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用陽極液A　陽極液A，水分測定用　を見よ．

スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{22}O_{10}$　白色の粉末で，ほとんど味はない．

融点〈2.60〉　113～114℃

純度試験　類縁物質　本品2.0mgをエタノール(95)に溶かし，正確に1mLとした液20μLにつき，「センブリ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$　[医薬品各条，「スキサメトニウム塩化物水和物」]

スコポラミン臭化水素酸塩水和物　$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$　[医薬品各条]

スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$　[医薬品各条，「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」ただし，「アヘンアルカロイド・アトロピン注射液」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.7の主スポット以外のスポットを認めないもの]

スズ　Sn　[K 8580，すず，特級]

ズダンⅢ　$C_{22}H_{16}N_4O$　赤褐色の粉末で，酢酸(100)又はクロロホルムに溶け，水，エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けない．

融点〈2.60〉　170～190℃

ズダンⅢ試液　ズダンⅢ 10mgをエタノール(95)5mLに溶かし，ろ過し，ろ液にグリセリン5mLを加える．用時製する．

スチレン　C_8H_8　無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉　0.902～0.910

純度試験　本品1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりスチレンの量を求めるとき，99%以上である．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100℃付近の一定温度

試料気化室温度：150℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：スチレンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：スチレンの保持時間の約2倍の範囲

***p*－スチレンスルホン酸ナトリウム**　$C_8H_7NaO_3S$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は薄めたエタノール(1→2)より再結晶した後，減圧乾燥する．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1236cm^{-1}，1192cm^{-1}，1136cm^{-1}，1052cm^{-1}，844cm^{-1}及び688cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　本品の水溶液(1→1000)10μLにつき，「パニペネム」の定量法を準用して試験を行うとき，パニペネムの測定を妨害するピークを認めない．

スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル　スチレンと無水マレイン酸をクメンを溶媒として重合し，無水マレイン酸基に1－ブタノール又は水を付加したもの．平均分子量約1600．本品は白色～微黄白色の粉末である．

確認試験　本品5mgをとり，炭酸水素ナトリウム溶液(1→15)に溶かし，10mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長256～260nmに吸収の極大を示し，波長251～256nmに吸収の肩を示す．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(258nm)：6.3～7.3　[脱水物に換算したもの5mg，炭酸水素ナトリウム溶液(1→15)，10mL]．

純度試験　「ジノスタチンスチマラマー」の純度試験(3)を準用する．ただし，(iii)標準溶液は用いず，(iv)試料溶液，(v)操作法及び(vii)測定は次のとおりとする．

(iv)　試料溶液　本品3.0mgを試料用緩衝液に溶かし，20mLとする．

(v)　操作法　ゲルを電気泳動装置に取り付ける．上部電極槽(陰極)に溶液F200mL及びブロモフェノールブルー溶液(1→100000)2mLの混合液を加え，下部電極槽(陽極)に溶液F300mLを加える．試料溶液100μLを正確に量り，ゲルの上部に静かに重層した後，室温で泳動する．ブロモフェノールブルーの帯が濃縮ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり2mAの電流を通じ，分離ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり4mAの電流を通じる．ブロモフェノールブルーの帯が分離ゲル上端から5cmに達したとき，泳動を終了させる．

(vii)　測定　デンシトメーターを用いて波長600nmにおける吸光度よりスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルのピーク面積A_T及びそれ以外のピークの合計面積Aを測定する．次式によりスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの量を求めるとき，98.0%以上である．

スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの量(%)

$= A_T / (A_T + A) \times 100$

水分〈2.48〉　10.0%以下(10mg，電量滴定法)．

ステアリルアルコール　[医薬品各条]

ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_{18}H_{36}O_2$　[K 8585，ステアリン酸，特級]

ストリキニーネ硝酸塩，定量用　$C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$　ストリキニーネ硝酸塩1gに水14mL及び活性炭約10mgを加え，水浴中で10分間加熱する．熱時ろ過し，ろ液を急冷して結晶を析出させた後，結晶をろ取する．この結晶に水8mLを加え，再び水浴中で加熱して溶かした後，熱時ろ過して急冷し，析出した結晶をろ取する．水8mLを用い，更に1回この操作を繰り返した後，結晶をデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥する．無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，水又はグリセリンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品35mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のストリキニーネ以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のストリキニーネのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ホミカ」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に40mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)20μLから得たストリキニーネのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)20μLから得たストリキニーネのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からストリキニーネの保持時間の約3倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.2g，105℃，3時間)．

含量　換算した乾燥物に対し，99.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)40mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.74mg $C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$

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

スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用　$C_8H_{10}NNaO_5S$　白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数1780cm^{-1}，1600cm^{-1}，1410cm^{-1}，1400cm^{-1}，1320cm^{-1}，1300cm^{-1}，1200cm^{-1}及び1130cm^{-1}付近に吸収を認める．

水分〈2.48〉　1.0%以下(0.5g)．

含量　換算した脱水物1mg当たり875μg(力価)以上を含む．

定量法　本品及びスルバクタム標準品約0.10g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：0.005mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液750mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250mLを加える．

流量：スルバクタムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム　スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用　を見よ．

スルピリド，定量用　$C_{15}H_{23}N_3O_4S$　[医薬品各条，「スルピリド」ただし，乾燥したものを定量するとき，スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)99.0%以上を含むもの]

スルピリン　スルピリン水和物　を見よ．

スルピリン，定量用　スルピリン水和物，定量用　を見よ．

スルピリン水和物　$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$　[医薬品各条]

スルピリン水和物，定量用　$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$　[医薬品各条，「スルピリン水和物」ただし，換算した乾燥物に対し，スルピリン($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$)99.0%以上を含むもの]

スルファチアゾール　$C_9H_9N_3O_3S_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　200～204℃

スルファニルアミド　$H_2NC_6H_4SO_2NH_2$　[K 9066，特級]

スルファニルアミド，ジアゾ化滴定用　$H_2NC_6H_4SO_2NH_2$　[K 9066，スルファニルアミド，ジアゾ化滴定用]

スルファニル酸　$H_2NC_6H_4SO_3H$　[K 8586，特級]

スルファミン酸(標準試薬)　アミド硫酸(標準試薬)　を見よ．

スルファミン酸アンモニウム　アミド硫酸アンモニウム　を見よ．

スルファミン酸アンモニウム試液　アミド硫酸アンモニウム試液　を見よ．

スルホコハク酸ジ－2－エチルヘキシルナトリウム　$C_8H_{17}COOCH_2(C_8H_{17}COO)CHSO_3Na$　白色又は白色半透明の粘滑な軟塊で，水にやや溶けにくい．

純度試験　溶状　本品1.0gを水100mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，105℃，2時間)．

スルホサリチル酸　5－スルホサリチル酸二水和物　を見よ．

5－スルホサリチル酸二水和物　$C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$　[K 8589，特級]

スルホサリチル酸試液　5－スルホサリチル酸二水和物5gを水に溶かし，100mLとする．

スレオプロカテロール塩酸塩　$C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$　塩酸プロカテロールに10倍容量の3mol/L塩酸試液を加え，3時間加熱

還流する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和(pH8.5)し，析出する結晶をろ取する．この結晶を水に懸濁し，塩酸を加えてpH1～2として溶解した後，更に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，析出する結晶をろ取する．この結晶を2－プロパノールに懸濁した後，塩酸を加えてpH1～2とする．結晶が溶解し，再び結晶が析出する．この結晶をろ取し，約60℃で通風乾燥する．白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．融点：約207℃(分解).

純度試験 本品0.10gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2μLにつき，「プロカテロール塩酸塩水和物」の純度試験(3)の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりスレオプロカテロールの量を求めるとき，95.0%以上である．ただし，検出感度は試料溶液5.0mLに薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとした液2μLから得たスレオプロカテロールのピーク高さがフルスケールの5～10%となるように調整し，面積測定範囲は溶媒のピークの後からスレオプロカテロールの保持時間の約2倍の範囲とする．

精製塩酸 塩酸，精製 を見よ．

精製水 [医薬品各条，「精製水」又は「精製水(容器入り)」．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目のすべてに適合していることを確認する必要はない．]

精製水，アンモニウム試験用 アンモニウム試験用水 を見よ．

精製水，滅菌 [医薬品各条，「滅菌精製水(容器入り)」．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目のすべてに適合していることを確認する必要はない．]

精製メタノール メタノール，精製 を見よ．

精製硫酸 硫酸，精製 を見よ．

性腺刺激ホルモン試液，ヒト絨毛性 「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液1.0mL中に80ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位を含むように調製する．

成分含量測定用アミグダリン アミグダリン，定量用 を見よ．

成分含量測定用アルブチン アルブチン，定量用 を見よ．

成分含量測定用塩酸14－アニソイルアコニン 14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用 を見よ．

成分含量測定用塩酸エメチン エメチン塩酸塩，定量用 を見よ．

成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用 を見よ．

成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用 を見よ．

成分含量測定用カプサイシン (*E*)－カプサイシン，定量用 を見よ．

成分含量測定用(*E*)－カプサイシン (*E*)－カプサイシン，定量用 を見よ．

成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物 を見よ．

成分含量測定用[6]－ギンゲロール [6]－ギンゲロール，定量用 を見よ．

成分含量測定用クルクミン クルクミン，定量用 を見よ．

成分含量測定用(*E*)－ケイ皮酸 (*E*)－ケイ皮酸，定量用 を見よ．

成分含量測定用ゲニポシド ゲニポシド，定量用 を見よ．

成分含量測定用サイコサポニンa サイコサポニンa，定量用 を見よ．

成分含量測定用サイコサポニンb_2 サイコサポニンb_2，定量用 を見よ．

成分含量測定用サイコサポニンd サイコサポニンd，定量用 を見よ．

成分含量測定用シノブファギン シノブファギン，定量用 を見よ．

成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン デヒドロコリダリン硝化物，定量用 を見よ．

成分含量測定用バルバロイン バルバロイン，定量用 を見よ．

成分含量測定用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸 10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用 を見よ．

成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用 を見よ．

成分含量測定用ブファリン ブファリン，定量用 を見よ．

成分含量測定用ペオノール ペオノール，定量用 を見よ．

成分含量測定用ヘスペリジン ヘスペリジン，定量用 を見よ．

成分含量測定用ペリルアルデヒド ペリルアルデヒド，定量用 を見よ．

成分含量測定用マグノロール マグノロール，定量用 を見よ．

成分含量測定用リンコフィリン リンコフィリン，定量用 を見よ．

成分含量測定用レジブフォゲニン レジブフォゲニン，定量用 を見よ．

成分含量測定用ロガニン ロガニン，定量用 を見よ．

成分含量測定用ロスマリン酸 ロスマリン酸，定量用 を見よ．

精油 医薬品各条中の精油．

西洋ワサビペルオキシダーゼ 西洋ワサビに由来する分子量約40000の酸化酵素．

生理食塩液 [医薬品各条]

赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 塩化カリウム，赤外吸収スペクトル用 を見よ．

赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 臭化カリウム，赤外吸収スペクトル用 を見よ．

石油エーテル [K 8593，特級]

石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物(L)，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

石油ベンジン [K 8594，特級]

赤リン P 暗赤色の粉末で，においはない．

本品は二硫化炭素又は水にほとんど溶けない．

純度試験 遊離リン酸 本品5gに塩化ナトリウム溶液(1→5)10mLを加え，かき混ぜる．この液に塩化ナトリウム溶液(1→5)50mLを加えて，1時間放置した後，ろ過する．残留物につき，塩化ナトリウム溶液(1→5)10mLずつを用いて3回洗い，洗液はろ液に合わせる．この液につき，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：チモールブルー試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝4.90mg H_3PO_4

セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液　ウシ血清アルブミン試液，セクレチン標準品用　を見よ．

セクレチン用ウシ血清アルブミン試液　ウシ血清アルブミン試液，セレクチン用　を見よ．

セサミン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{18}O_6$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　122～124℃

確認試験　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長235～239nm及び285～289nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品2.0mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，「ゴマ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

セスキオレイン酸ソルビタン　ソルビタンセスキオレイン酸エステル　を見よ．

セタノール　[医薬品各条]

セチリジン塩酸塩，定量用　$C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl　[医薬品各条，「セチリジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)99.5%以上を含むもの]

石灰乳　酸化カルシウム10gを乳鉢にとり，水40mLをすり混ぜながら徐々に加えて製する．

赤血球浮遊液，A型　A型赤血球浮遊液　を見よ．

赤血球浮遊液，B型　B型赤血球浮遊液　を見よ．

セトリミド　$C_{17}H_{38}BrN$　本品は白色～微黄白色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

純度試験　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は澄明である．

含量　96.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，分液漏斗に入れ，クロロホルム25mL，0.1mol/L水酸化ナトリウム液10mL及び新たに製したヨウ化カリウム溶液(1→20)10mLを加え，よく振り混ぜた後静置し，クロロホルム層を除く．更にクロロホルム10mLずつで3回洗い，水層を分取し，塩酸40mLを加える．冷後，0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液を液の濃褐色がほとんど消えるまで滴加した後，クロロホルム2mLを加え，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5分間以内に再び赤紫色が現れないときとする．別に水20mL，ヨウ化カリウム溶液(1→20)10mL及び塩酸40mLをとり，空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL＝33.64mg $C_{17}H_{38}BrN$

セファエリン臭化水素酸塩　$C_{28}H_{38}N_2O_4$・2HBr・$x$$H_2O$　白色又は淡黄色の結晶性の粉末である．

純度試験　本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，「トコン」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉によりエメチンの保持時間の2倍まで試験を行う．試料溶液のセファエリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファエリンのピーク面積より大きくない．

セファトリジンプロピレングリコール　$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$・$C_3H_8O_2$　[医薬品各条]

セファドロキシル　$C_{16}H_{17}N_3O_5S$　[医薬品各条]

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物　$C_{23}H_{29}N_5O_8S_2$・HCl・H_2O　[医薬品各条]

セフジニルラクタム環開裂ラクトン　$C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$　本品は4種のジアステレオマーの混合物である．白色～黄色の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法で吸収スペクトルを測定するとき，波数1743cm^{-1}，1330cm^{-1}，1163cm^{-1}及び1047cm^{-1}付近に吸収を認める．

含量　90%以上．　**定量法**　本品約5mgをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液5mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，「セフジニル」の純度試験(2)の試験条件を準用して試験を行う．試料溶液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定し，全ピークの合計面積に対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンの4種のピークの合計面積の割合を求める．

セミカルバジド塩酸塩　$H_2NNHCONH_2$・HCl　白色～淡黄色の結晶である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに，硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3420cm^{-1}，3260cm^{-1}，2670cm^{-1}，1684cm^{-1}，1582cm^{-1}，1474cm^{-1}，1386cm^{-1}，1210cm^{-1}，1181cm^{-1}，770cm^{-1}及び719cm^{-1}付近に吸収を認める．

ゼラチン　[医薬品各条]

ゼラチン，酸処理　[医薬品各条，「ゼラチン」ただし，等電点が7.0～9.0のもの]

ゼラチン試液　ゼラチン1gを水50mLに静かに加熱しながら溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

ゼラチン・トリス緩衝液　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6.06g及び塩化ナトリウム2.22gを水700mLに溶かす．別に酸処理ゼラチン10gを水200mLに加温して溶かす．冷後，両液を合わせ，希塩酸を加えてpH8.8に調整した後，水を加えて1000mLとする．

ゼラチン・トリス緩衝液，pH8.0　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール40g及び塩化ナトリウム5.4gを水500mLに溶かす．この液にゼラチン1.2gを加温して溶かし，冷後，希塩酸を加えてpH8.0に調整し，更に水を加えて600mLとする．

ゼラチン・リン酸塩緩衝液　リン酸二水素カリウム13.6g，リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6g及びアジ化ナトリウム1.0gを水に溶かし，1000mLとし，薄めたリン酸(1→75)を加えてpH3.0に調整し，A液とする．酸処理ゼラチン5.0gをA液400mLに加温して溶かし，冷後，薄めたリン酸(1→75)

を加えてpH3.0に調整し，更にA液を加えて1000mLとする．

ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH7.0　リン酸二水素ナトリウム二水和物1.15g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物5.96g及び塩化ナトリウム5.4gを水500mLに溶かす．この液にゼラチン1.2gを加温して溶かし，冷後，水を加えて600mLとする．

ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH7.4　緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液39.50mL及び水50mLを加える．この液にゼラチン0.2gを加温して溶かし，冷後，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.4に調整し，更に水を加えて200mLとする．

ゼラチン製ペプトン　ペプトン，ゼラチン製　を見よ．

セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液　トリクロロ酢酸試液，セラペプターゼ用　を見よ．

L－セリン　$C_3H_7NO_3$　[K 9105，特級]

セルモロイキン，液体クロマトグラフィー用　$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$　[医薬品各条，「セルモロイキン(遺伝子組換え)」ただし，1mL当たり0.5～1.5mgのたん白質を含み，重合体は0.5%以下で，次の試験に適合するもの]

確認試験

（1）　エドマン法と液体クロマトグラフィーを用いてアミノ酸配列を調べるとき，アラニン，プロリン，トレオニン，セリン，セリン，セリン，トレオニン，リシン，リシン，トレオニン，グルタミン，ロイシン，グルタミン，ロイシン，グルタミン酸の順に検出される．また，本品を総たん白質含量試験の結果に従い，総たん白質として約0.3mgに対応する量を加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，アミノ酸分析用無水ヒドラジン100μLを加える．加水分解管内部を減圧にして，約100℃で6時間加熱する．減圧で蒸発乾固した後，残留物を水250μLに溶かす．この液に，ベンズアルデヒド200μLを加え，時々振り混ぜ，1時間放置した後，遠心分離し，水層を分取する．ベンズアルデヒド層に水250μLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，水層は先の水層に合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物を0.02mol/L塩酸試液100μLに溶かした液につき，ニンヒドリンによるポストカラム法によりアミノ酸分析を行うとき，トレオニンが検出される．

（2）　本品1mLに，たん白質消化酵素試液1mLを加えて振り混ぜ，37℃で18～24時間放置する．この溶液を1mLずつ2分し，一方にはトリフルオロ酢酸溶液(1→10)25μLを加える．他方には，2－メルカプトエタノール10μLを加えて，更に，37℃で30分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液(1→10)25μLを加える．この2液につき，別々に「セルモロイキン(遺伝子組換え)」の確認試験(4)の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉を行い，溶出する本品由来のピーク画分(ペプチドフラグメント)を繰り返して分取した液につき，それぞれ「セルモロイキン(遺伝子組換え)」の確認試験(2)により試験を行うとき，アミノ末端アミノ酸から9番目と49番目のリシンを除く全一次構造から推定されるペプチドが検出される．

セルモロイキン分子量測定用マーカーたん白質　マーカーたん白質，セルモロイキン分子量測定用　を見よ．

セルモロイキン用緩衝液　緩衝液，セルモロイキン用　を見よ．

セルモロイキン用基質緩衝液　基質緩衝液，セルモロイキン用　を見よ．

セルモロイキン用濃縮ゲル　濃縮ゲル，セルモロイキン用　を見よ．

セルモロイキン用培養液　培養液，セルモロイキン用　を見よ．

セルモロイキン用分離ゲル　分離ゲル，セルモロイキン用　を見よ．

セレン　Se　[K 8598，特級]

前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル　アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用　を見よ．

前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル　オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用　を見よ．

センノシドA，薄層クロマトグラフィー用　$C_{42}H_{38}O_{20}$　黄色の結晶性の粉末で，水，クロロホルム又はジエチルエーテルに溶けない．メタノール又はアセトンにほとんど溶けない．融点：200～240℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，テトラヒドロフラン／水混液(7：3)4mLを正確に加えて溶かした液80μLにつき，「ダイオウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

センブリ　[医薬品各条]

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　無菌試験法〈4.06〉　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　を見よ．

ソーダ石灰　[K 8603，二酸化炭素吸収用]

ソルビタンセスキオレイン酸エステル　[医薬品各条]

ゾルピデム酒石酸塩，定量用　$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$　[医薬品各条，「ゾルピデム酒石酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]99.5%以上を含むもの]

D－ソルビトール　$C_6H_{14}O_6$　[医薬品各条]

D－ソルビトール，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

第三アミルアルコール　*t*－アミルアルコール　を見よ．

第三ブタノール　*t*－ブチルアルコール　を見よ．

第Xa因子　ウシ血漿から調製された第Xa因子を凍結乾燥したもので，白色～微黄色の塊又は粉末である．

純度試験　溶状　本品71nkat_{s-2222}をとり，水10mLを加えて溶かすとき，無色～微黄色澄明を示す．

含量　表示量の75～125%

第Xa因子試液　第Xa因子71nkat_{s-2222}を水10mLに溶かす．

ダイズ製ペプトン　ペプトン，ダイズ製　を見よ．

ダイズ油　[医薬品各条]

大腸菌由来たん白質　セルモロイキンの遺伝子を欠くプラスミドを保持する大腸菌菌体(*E.coli* N4830／pTB281)を，セルモロイキン精製工程に従って，①抽出，②ブチル化ビニルポリマー系疎水性カラムクロマトグラフィー，③カルボキシメチル化ビニルポリマー系イオン交換クロマトグラフィー，④スルホプロピル化ポリマー系イオン交換クロマトグラフィーの順に操作し，④の工程でセルモロイキン溶出位置に相当する画分を集める．④の工程で得られた画分をpH5.0の0.01mol/L酢酸塩緩衝液に対して透析して得られた透析内液．

性状　無色澄明の液．

確認試験　紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278nm付近に吸収の極大を示す．

たん白質含量　「セルモロイキン(遺伝子組換え)」の定量法(1)総たん白質含量により，たん白質含量を求めるとき，

1mL当たりのたん白質含量は0.1～0.5mgである．

大腸菌由来たん白質原液　テセロイキン遺伝子を欠失させたプラスミドを導入して，テセロイキン産生能以外はテセロイキン産生用大腸菌と全く同じ機能を持たせた大腸菌を培養し，テセロイキンの精製より簡略化された精製法により得られる大腸菌由来のたん白質の溶液．ウシ血清アルブミンを標準にして，ブラッドフォード法によりたん白質量を求める．－70℃で遮光して保存する．

第二ブタノール　2－ブタノール　を見よ．

タウリン　$H_2NCH_2CH_2SO_3H$　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

含量　95.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，水50mLに溶かし，ホルムアルデヒド液5mLを加えた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.52mg $C_2H_7NO_3S$

タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　$C_{26}H_{44}NNaO_6S \cdot xH_2O$　白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2940cm^{-1}，1600cm^{-1}，1410cm^{-1}，1305cm^{-1}，1195cm^{-1}，1080cm^{-1}，1045cm^{-1}，980cm^{-1}，950cm^{-1}，910cm^{-1}及び860cm^{-1}付近に吸収を認める．

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

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつにつき，「ユウタン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.2の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$　白色の結晶性の粉末で，水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2940cm^{-1}，1737cm^{-1}，1630cm^{-1}，1373cm^{-1}，1233cm^{-1}及び1031cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品10mgをエタノール(95)2mLに溶かし，試液溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「パンクロニウム臭化物」の純度試験(2)類縁物質を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

含量　換算した脱水物に対し，98.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，無水酢酸50mLを加え，加温して溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.53mg $C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$

脱色フクシン試液　フクシン1gを水100mLに加え，約50℃に加温し，時々振り混ぜながら冷却する．この液を48時間放置し，振り混ぜてろ過する．ろ液4mLに塩酸6mL及び水を加えて100mLとする．少なくとも1時間放置した後使用する．用時製する．

タムスロシン塩酸塩　$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$　[医薬品各条]

タムスロシン塩酸塩，定量用　$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$　[医薬品各条，「タムスロシン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

多硫化アンモニウム試液　$(NH_4)_2S_n$　[K 8943，硫化アンモニウム溶液(黄色)，1級]

タルク　[医薬品各条]

タングステン酸ナトリウム　タングステン(Ⅵ)酸ナトリウム二水和物　を見よ．

タングステン(Ⅵ)酸ナトリウム二水和物　$Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$　[K 8612，特級]

炭酸アンモニウム　[K 8613，特級]

炭酸アンモニウム試液　炭酸アンモニウム20gにアンモニア試液20mL及び水を加えて溶かし，100mLとする．

炭酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH9.6　無水炭酸ナトリウム3.18g及び炭酸水素ナトリウム5.88gに水を加えて溶かし，1000mLとする．

炭酸カリウム　K_2CO_3　[K 8615，特級]

炭酸カリウム，無水　炭酸カリウム　を見よ．

炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液　炭酸カリウム1.7g及び無水炭酸ナトリウム1.3gを水に溶かし，100mLとする．

炭酸カルシウム　$CaCO_3$　[K 8617，特級]

炭酸カルシウム，定量用　$CaCO_3$　[医薬品各条，「沈降炭酸カルシウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，炭酸カルシウム($CaCO_3$)99.0%以上を含むもの]

炭酸水素アンモニウム　NH_4HCO_3　白色又は半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊でアンモニアのにおいがある．

炭酸水素カリウム　$KHCO_3$　[K 8621，特級]

炭酸水素ナトリウム　$NaHCO_3$　[K 8622，特級]

炭酸水素ナトリウム，pH測定用　$NaHCO_3$　[K 8622，pH標準液用]

炭酸水素ナトリウム試液　炭酸水素ナトリウム5.0gを水に溶かし，100mLとする．

炭酸水素ナトリウム注射液，7%　[医薬品各条，「炭酸水素ナトリウム注射液」ただし，表示量7w/v%のもの]

炭酸脱水酵素　白色の粉末．ウシ赤血球由来．分子量約29000．

炭酸銅　炭酸銅一水和物　を見よ．

炭酸銅一水和物　$CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2 \cdot H_2O$　青色～青緑色の粉末で，水に溶けない．希酸に泡立って溶ける．アンモニア試液に溶け，深青色を呈する．

純度試験

(1)　塩化物〈*1.03*〉　0.036%以下．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　0.120%以下.

（3）　鉄　本品5.0gを過量のアンモニア試液に溶かし，ろ過する．残留物をアンモニア試液で洗い，希塩酸を加えて溶かした後，過量のアンモニア試液を加え，再びろ過する．残留物をアンモニア試液で洗い，恒量になるまで乾燥するとき，その量は10mg以下である．

炭酸ナトリウム　炭酸ナトリウム十水和物　を見よ．

炭酸ナトリウム(標準試薬)　Na_2CO_3　[K 8005，容量分析用標準物質]

炭酸ナトリウム，pH測定用　Na_2CO_3　[K 8625，pH標準液用]

炭酸ナトリウム，無水　Na_2CO_3　[K 8625，炭酸ナトリウム，特級]

炭酸ナトリウム十水和物　$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$　[K 8624，特級]

炭酸ナトリウム試液　無水炭酸ナトリウム10.5gを水に溶かし，100mLとする(1mol/L).

炭酸ナトリウム試液，0.55mol/L　無水炭酸ナトリウム5.83gを水に溶かし，100mLとする．

炭酸プロピレン　$C_4H_6O_3$　無色の液体である．

沸点〈2.57〉　240～242℃

水分〈2.48〉　本品1g中，水分は1mg以下とする．

炭酸プロピレン，水分測定用　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

胆汁酸塩　生薬の微生物限度試験法〈5.02〉　を見よ．

タンニン酸　[医薬品各条]

タンニン酸試液　タンニン酸1gをエタノール(95)1mLに溶かし，水を加えて10mLとする．用時製する．

タンニン酸ジフェンヒドラミン　[医薬品各条]

たん白質含量試験用アルカリ性銅試液　銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性　を見よ．

たん白質消化酵素試液　リジルエンドペプチダーゼのpH8.6の0.05mol/Lトリス緩衝液溶液(1→50000).

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

チアミン硝化物　$C_{12}H_{17}N_5O_4S$　[医薬品各条]

チアラミド塩酸塩，定量用　$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$　[医薬品各条，「チアラミド塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，チアラミド塩酸塩($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

チアントール　[医薬品各条，「チアントール」ただし，「イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏」の確認試験(3)を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めないもの]

3－チエニルエチルペニシリンナトリウム　$C_{14}H_{15}N_2NaO_4S_2$　白色～微黄白色の粉末である．水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

水分〈2.48〉　10.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋265～＋290°(脱水物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm).

含量　換算した脱水物に対して90%以上．　**定量法**　本品約0.1gを精密に量り，水35mLに溶かし，0.1mol/L塩酸試液0.75mLを加え，更に0.1mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.5に調整する．この液にペニシリン分解酵素513000Levy単位に対応する量を水25mLに溶かし，フェノールフタレインのエタノール(95)溶液(1→1000)1滴を加え，液の色がわずかに紅色を呈するまで希水酸化ナトリウム試液を加えて中和したペニシリン分解酵素液2mLを加え，25℃で5分間放置する．この液を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で，pH8.5になるまで滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．なお，水は新たに煮沸して冷却したものを用いる．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝36.24mg $C_{14}H_{15}N_2NaO_4S_2$

チオアセトアミド　C_2H_5NS　白色の結晶性の粉末又は無色の結晶で，特異なにおいがある．

水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．融点：112～116℃

チオアセトアミド試液　チオアセトアミド溶液(1→25)0.2mLに水酸化ナトリウム試液15mL，水5mL及び85%グリセリン20mLの混液1mLを加え，水浴で20秒間加熱する．用時製する．

チオアセトアミド・グリセリン塩基性試液　チオアセトアミド溶液(1→25)0.2mLにグリセリン塩基性試液1mLを加え，水浴中で20秒間加熱する．調製後直ちに使用する．

チオグリコール酸　メルカプト酢酸　を見よ．

チオグリコール酸ナトリウム　$HSCH_2COONa$　白色の粉末で，特異なにおいがある．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10)にアンモニア水(28)0.1mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を滴加するとき，液は暗赤紫色を呈する．

（2）　本品につき，炎色反応試験(1)〈1.04〉を行うとき，黄色を呈する．

純度試験　溶状　本品1gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

チオグリコール酸培地Ⅰ，無菌試験用　液状チオグリコール酸培地　を見よ．

チオグリコール酸培地Ⅱ，無菌試験用　変法チオグリコール酸培地　を見よ．

チオシアン酸アンモニウム　NH_4SCN　[K 9000，特級]

チオシアン酸アンモニウム試液　チオシアン酸アンモニウム8gを水に溶かし，100mLとする(1mol/L).

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液　チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液　を見よ．

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液　チオシアン酸アンモニウム17.4g及び硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物2.8gを水に溶かし，100mLとする．

チオシアン酸カリウム　KSCN　[K 9001，特級]

チオシアン酸カリウム試液　チオシアン酸カリウム1gを水に溶かし，10mLとする．

チオシアン酸第一鉄試液　チオシアン酸鉄(Ⅱ)試液　を見よ．

チオシアン酸鉄(Ⅱ)試液　水35mLに希硫酸3mLを加え，煮沸して溶存酸素を除く．この熱溶液に硫酸鉄(Ⅱ)七水和物1gを溶かし，冷後，チオシアン酸カリウム0.5gを加えて溶かす．液が微赤色を呈するときは，還元鉄を加えて脱色し，傾斜して過量の還元鉄を除き，酸素を遮って保存する．微赤色を呈したものは用いない．

チオジグリコール　$S(CH_2CH_2OH)_2$　[β－チオジグリコール，アミノ酸自動分析用]　無色～微黄色澄明の液．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.180～1.190

水分〈2.48〉　0.7%以下．

チオセミカルバジド　$H_2NCSNHNH_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数3370cm^{-1}，3180cm^{-1}，1648cm^{-1}，1622cm^{-1}，1535cm^{-1}，1288cm^{-1}，1167cm^{-1}，1003cm^{-1}及び803cm^{-1}付近に吸収を認める．

チオ尿素　H_2NCSNH_2　[K 8635，特級]

チオ尿素試液　チオ尿素10gを水に溶かし，100mLとする．

チオペンタール，定量用　$C_{11}H_{18}N_2O_2S$　チオペンタールナトリウム10gに水300mLを加えて溶かす．この液に希塩酸50mLをかき混ぜながら徐々に加える．析出した結晶をろ取し，ろ液に塩化物の反応を認めなくなるまで水洗した後，風乾する．これに薄めたエタノール(3→5)を加え，水浴中で加熱して溶かし，放置した後，得られた結晶をろ取する．これを風乾した後，105℃で4時間乾燥する．白色の結晶で，においはない．

融点〈*2.60*〉　159～162℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(99.5)10mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　類縁物質　本品50mgをアセトニトリル15mLに溶かした後，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，「チオペンタールナトリウム」の純度試験(4)の移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「チオペンタールナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，105℃，3時間)．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，エタノール(99.5)5mL及びクロロホルム50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
　＝24.23mg $C_{11}H_{18}N_2O_2S$

チオペンタールナトリウム　$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$　[医薬品各条]

チオ硫酸ナトリウム　チオ硫酸ナトリウム五水和物　を見よ．

チオ硫酸ナトリウム五水和物　$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$　[K 8637，特級]

チオ硫酸ナトリウム試液　チオ硫酸ナトリウム五水和物26g及び無水炭酸ナトリウム0.2gを新たに煮沸して冷却した水に溶かし，1000mLとする(0.1mol/L)．

チクセツサポニンⅣ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{47}H_{74}O_{18} \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約215℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品2mgをメタノール1mLに溶かした液5μLにつき，「チクセツニンジン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

チタンエロー　$C_{28}H_{19}N_5Na_2O_6S_4$　暗黄色～暗黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験　本品を105℃で4時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数1603cm^{-1}，1467cm^{-1}，1394cm^{-1}，1306cm^{-1}，1040cm^{-1}，988cm^{-1}，820cm^{-1}及び644cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法　遮光した気密容器．

窒素　N_2　[医薬品各条]

チトクロムc　ウシ心筋に由来する分子量8000～13000の酸化酵素．

チペピジンヒベンズ酸塩，定量用　$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$　[医薬品各条，「チペピジンヒベンズ酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)99.0%以上を含むもの]

チミン　$C_5H_6N_2O_2$

確認試験　本品を105℃で3時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3030cm^{-1}，1734cm^{-1}，1676cm^{-1}，1446cm^{-1}及び814cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品50mgをメタノール100mLに溶かす．この液10mLに移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「アセグルタミドアルミニウム」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき，アセグルタミドの保持時間にピークを認めない．

チミン，液体クロマトグラフィー用　$C_5H_6N_2O_2$　白色の粉末である．

純度試験　本品10mgをメタノール100mLに溶かし，移動相を加えて250mLとし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液10μLずつを正確にとり，「ジドブジン」の純度試験(3)を準用して試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．ただし，面積測定範囲は溶媒のピークの後からチミンの保持時間の約10倍の範囲とする．

チメロサール　$C_9H_9HgNaO_2S$　白色から淡黄色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　107～114℃

チモール　$CH_3C_6H_3(OH)CH(CH_3)_2$　[医薬品各条]

チモール，定量用　$C_{10}H_{14}O$　[医薬品各条，「チモール」ただし，定量するとき，チモール($C_{10}H_{14}O$)99.0%以上を含むもの]

チモール，噴霧試液用　$C_{10}H_{14}O$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，芳香性のにおいがある．本品はメタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2960cm^{-1}，1420cm^{-1}，1290cm^{-1}，1090cm^{-1}及び810cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　49～52℃

純度試験　他のフェノール類　本品1.0gに温湯20mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)六水和物27gを水100mLに溶かした液1滴を加えるとき，液は緑色を呈しても，青色～紫色を呈しない．

チモール・硫酸・メタノール試液，噴霧用　噴霧試液用チモール1.5gをメタノール100mLに溶かし，硫酸5.7mLを加える．

チモールフタレイン　$C_{28}H_{30}O_4$　[K 8642，特級]

チモールフタレイン試液　チモールフタレイン0.1gをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

チモールブルー　$C_{27}H_{30}O_5S$　[K 8643，特級]

チモールブルー試液　チモールブルー0.1gをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

チモールブルー試液，希　チモールブルー50mgをエタノール(99.5)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

チモールブルー・ジオキサン試液　チモールブルー・1,4－ジオキサン試液　を見よ．

チモールブルー・1,4－ジオキサン試液　チモールブルー50mgを1,4－ジオキサン100mLに溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液　チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液　を見よ．

チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液　チモールブルー0.1g を*N,N*－ジメチルホルムアミド100mLに溶かす．

注射用蒸留水　蒸留水，注射用　を見よ．

注射用水　[医薬品各条，「注射用水」又は「注射用水(容器入り)」．なお，用いる試験の目的にかなう水であることが確認できれば，規格項目のすべてに適合していることを確認する必要はない．]

抽出用ジチゾン液　ジチゾン液，抽出用　を見よ．

中性アルミナ，4%含水　カラムクロマトグラフィー用中性アルミナを105℃で2時間乾燥し，その50gをとり，気密容器に入れ，水2.0mLを加え，よく振り混ぜて均質とした後，2時間以上放置する．

中性洗剤　陰イオン系又は非イオン系の界面活性剤を含む合成の洗剤で，0.25%溶液のpHは6.0～8.0である．用時，水で適当な濃度に薄める．

中和エタノール　エタノール，中和　を見よ．

L－チロシン　$C_9H_{11}NO_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．ギ酸に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．希塩酸又は希硝酸に溶ける．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－10.5～－12.5°(乾燥後，2.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸6mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.12mg $C_9H_{11}NO_3$

L－チロジン　L－チロシン　を見よ．

***p,p′*－DDD(2,2－ビス(4－クロロフェニル)－1,1－ジクロロエタン)**　$C_{14}H_{10}Cl_4$

融点〈*2.60*〉　108～110℃

純度試験　類縁物質　本品10mgを生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の*p,p′*－DDD以外のピークの合計面積は標準溶液(1)の*p,p′*－DDDのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈*5.01*〉の純度試験(2)の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)1μLから得た*p,p′*－DDDのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)1μLから得た*p,p′*－DDDのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から*p,p′*－DDDの保持時間の約2倍の範囲

***p,p′*－DDE(2,2－ビス(4－クロロフェニル)－1,1－ジクロロエチレン)**　$C_{14}H_8Cl_4$

融点〈*2.60*〉　88～90℃

純度試験　類縁物質　*p,p′*－DDDの純度試験を準用する．ただし，標準溶液(1)は，試料溶液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLになるように調製する．

***o,p′*－DDT(1,1,1－トリクロロ－2－(2－クロロフェニル)－2－(4－クロロフェニル)エタン)**　$C_{14}H_9Cl_5$

融点〈*2.60*〉　73～75℃

純度試験　類縁物質　*p,p′*－DDDの純度試験を準用する．

***p,p′*－DDT(1,1,1－トリクロロ－2,2－ビス(4－クロロフェニル)エタン)**　$C_{14}H_9Cl_5$

融点〈*2.60*〉　108～110℃

純度試験　類縁物質　*p,p′*－DDDの純度試験を準用する．ただし，標準溶液(1)は，試料溶液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLになるように調製する．

低分子量ヘパリン，分子量測定用　二糖単位(分子量約600)の分子量分布を示す低分子量ヘパリンで，分子量600から10000以上の分布を示すもの．ただし，それを対照として低分子量ヘパリン国際標準品の平均分子量を求めるとき，分子量測定用低分子量ヘパリン国際標準品を対照としたときと比較して，その差が5%以内のものを用いる．

定量用アジマリン　アジマリン，定量用　を見よ．

定量用アセトアルデヒド　アセトアルデヒド，定量用　を見よ．

定量用アセメタシン　アセメタシン，定量用　を見よ．

定量用アゼラスチン塩酸塩　アゼラスチン塩酸塩，定量用　を見よ．

定量用アトロピン硫酸塩水和物　アトロピン硫酸塩水和物，定量用　を見よ．

定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩　14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用　を見よ．

定量用アプリンジン塩酸塩　アプリンジン塩酸塩，定量用　を見よ．

定量用アミオダロン塩酸塩　アミオダロン塩酸塩，定量用　を見よ．

定量用アミグダリン　アミグダリン，定量用　を見よ．

定量用アミドトリゾ酸　アミドトリゾ酸，定量用　を見よ．

定量用アモスラロール塩酸塩　アモスラロール塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用アラセプリル　アラセプリル，定量用　を見よ．
定量用アルブチン　アルブチン，定量用　を見よ．
定量用アルミノプロフェン　アルミノプロフェン，定量用　を見よ．
定量用アロプリノール　アロプリノール，定量用　を見よ．
定量用イオタラム酸　イオタラム酸，定量用　を見よ．
定量用イソクスプリン塩酸塩　イソクスプリン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用イソニアジド　イソニアジド，定量用　を見よ．
定量用L−イソロイシン　L−イソロイシン，定量用　を見よ．
定量用イミダプリル塩酸塩　イミダプリル塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用イルソグラジンマレイン酸塩　イルソグラジンマレイン酸塩，定量用　を見よ．
定量用ウベニメクス　ウベニメクス，定量用　を見よ．
定量用ウルソデオキシコール酸　ウルソデオキシコール酸，定量用　を見よ．
定量用エカベトナトリウム水和物　エカベトナトリウム水和物，定量用　を見よ．
定量用エタクリン酸　エタクリン酸，定量用　を見よ．
定量用エチゾラム　エチゾラム，定量用　を見よ．
定量用エチドロン酸二ナトリウム　エチドロン酸二ナトリウム，定量用　を見よ．
定量用エチレフリン塩酸塩　エチレフリン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用エナント酸メテノロン　メテノロンエナント酸エステル，定量用　を見よ．
定量用エバスチン　エバスチン，定量用　を見よ．
定量用エフェドリン塩酸塩　エフェドリン塩酸塩　を見よ．
定量用エメチン塩酸塩　エメチン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用エモルファゾン　エモルファゾン，定量用　を見よ．
定量用塩化ベンゼトニウム　ベンゼトニウム塩化物，定量用　を見よ．
定量用塩酸アゼラスチン　アゼラスチン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸アプリンジン　アプリンジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸アミオダロン　アミオダロン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸アモスラロール　アモスラロール塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸イソクスプリン　イソクスプリン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸イミダプリル　イミダプリル塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸エチレフリン　エチレフリン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸エフェドリン　エフェドリン塩酸塩　を見よ．
定量用塩酸オキシコドン　オキシコドン塩酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用塩酸クロルプロマジン　クロルプロマジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸セチリジン　セチリジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸チアプリド　チアプリド塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸チアラミド　チアラミド塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ドパミン　ドパミン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸トリメタジジン　トリメタジジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ニカルジピン　ニカルジピン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸パパベリン　パパベリン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ヒドララジン　ヒドララジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ヒドロコタルニン　ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用塩酸ブホルミン　ブホルミン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸プロカイン　プロカイン塩酸塩　を見よ．
定量用塩酸プロカインアミド　プロカインアミド塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸プロパフェノン　プロパフェノン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸プロプラノロール　プロプラノロール塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ペチジン　ペチジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ベニジピン　ベニジピン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸ベラパミル　ベラパミル塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用*dl*−塩酸メチルエフェドリン　*dl*−メチルエフェドリン塩酸塩　を見よ．
定量用塩酸メトホルミン　メトホルミン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸メピバカイン　メピバカイン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用塩酸モルヒネ　モルヒネ塩酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用塩酸ラベタロール　ラベタロール塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用オキシコドン塩酸塩水和物　オキシコドン塩酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用カイニン酸　カイニン酸水和物　を見よ．
定量用カイニン酸水和物　カイニン酸水和物　を見よ．
定量用カドララジン　カドララジン，定量用　を見よ．
定量用(*E*)−カプサイシン　(*E*)−カプサイシン，定量用　を見よ．
定量用カルバミン酸クロルフェネシン　クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用　を見よ．
定量用カルベジロール　カルベジロール，定量用　を見よ．
定量用カンデサルタンシレキセチル　カンデサルタンシレキセチル，定量用　を見よ．
定量用キナプリル塩酸塩　キナプリル塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用[6]−ギンゲロール　[6]−ギンゲロール，定量用　を見よ．
定量用グアヤコール　グアヤコール，定量用　を見よ．
定量用クエン酸モサプリド　モサプリドクエン酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用クルクミン　クルクミン，定量用　を見よ．
定量用クロラゼプ酸二カリウム　クロラゼプ酸二カリウム，定量用　を見よ．

定量用クロルジアゼポキシド クロルジアゼポキシド，定量用 を見よ．
定量用クロルフェネシンカルバミン酸エステル クロルフェネシルカルバミン酸エステル，定量用 を見よ．
定量用クロルプロパミド クロルプロパミド，定量用 を見よ．
定量用クロルプロマジン塩酸塩 クロルプロマジン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用(*E*)－ケイ皮酸 (*E*)－ケイ皮酸，定量用 を見よ．
定量用ケトコナゾール ケトコナゾール，定量用 を見よ．
定量用ゲニポシド ゲニポシド，定量用 を見よ．
定量用コデインリン酸塩水和物 コデインリン酸塩水和物，定量用 を見よ．
定量用コハク酸シベンゾリン シベンゾリンコハク酸塩，定量用 を見よ．
定量用サイコサポニンa サイコサポニンa，定量用 を見よ．
定量用サイコサポニンb_2 サイコサポニンb_2，定量用 を見よ．
定量用サイコサポニンd サイコサポニンd，定量用 を見よ．
定量用サリチル酸 サリチル酸，定量用 を見よ．
定量用ザルトプロフェン ザルトプロフェン，定量用 を見よ．
定量用サントニン サントニン，定量用 を見よ．
定量用ジアゼパム ジアゼパム，定量用 を見よ．
定量用ジスチグミン臭化物 ジスチグミン臭化物，定量用 を見よ．
定量用ジドロゲステロン ジドロゲステロン，定量用 を見よ．
定量用シネオール シネオール，定量用 を見よ．
定量用シノキサシン シノキサシン，定量用 を見よ．
定量用シノブファギン シノブファギン，定量用 を見よ．
定量用ジヒドロコデインリン酸塩 ジヒドロコデインリン酸塩，定量用 を見よ．
定量用シベンゾリンコハク酸塩 シベンゾリンコハク酸塩，定量用 を見よ．
定量用ジメンヒドリナート ジメンヒドリナート，定量用 を見よ．
定量用ジモルホラミン ジモルホラミン，定量用 を見よ．
定量用臭化ジスチグミン ジスチグミン臭化物，定量用 を見よ．
定量用酒石酸メトプロロール メトプロロール酒石酸塩，定量用 を見よ．
定量用酒石酸レバロルファン レバロルファン酒石酸塩，定量用 を見よ．
定量用硝酸イソソルビド 硝酸イソソルビド，定量用 を見よ．
定量用硝酸ストリキニーネ ストリキニーネ硝酸塩，定量用 を見よ．
定量用硝酸ナファゾリン ナファゾリン硝酸塩，定量用 を見よ．
定量用[6]－ショーガオール [6]－ショーガオール，定量用 を見よ．
定量用シラザプリル シラザプリル水和物，定量用 を見よ．
定量用シラザプリル水和物 シラザプリル水和物，定量用 を見よ．
定量用シラスタチンアンモニウム シラスタチンアンモニウム，定量用 を見よ．
定量用ストリキニーネ硝酸塩 ストリキニーネ硝酸塩，定量用 を見よ．
定量用スルピリド スルピリド，定量用 を見よ．
定量用スルピリン スルピリン水和物，定量用 を見よ．
定量用スルピリン水和物 スルピリン水和物，定量用 を見よ．
定量用セチリジン塩酸塩 セチリジン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用ゾルピデム酒石酸塩 ゾルピデム酒石酸塩，定量用 を見よ．
定量用タムスロシン塩酸塩 タムスロシン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用炭酸カルシウム 炭酸カルシウム，定量用 を見よ．
定量用チアプリド塩酸塩 チアプリド塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用チアラミド塩酸塩 チアラミド塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用チオペンタール チオペンタール，定量用 を見よ．
定量用チペピジンヒベンズ酸塩 チペピジンヒベンズ酸塩，定量用 を見よ．
定量用チモール チモール，定量用 を見よ．
定量用テオフィリン テオフィリン，定量用 を見よ．
定量用デヒドロコリダリン硝化物 デヒドロコリダリン硝化物，定量用 を見よ．
定量用テモカプリル塩酸塩 テモカプリル塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用テルビナフィン塩酸塩 テルビナフィン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用ドキシフルリジン ドキシフルリジン，定量用 を見よ．
定量用ドパミン塩酸塩 ドパミン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用トリメタジジン塩酸塩 トリメタジジン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用ドロキシドパ ドロキシドパ，定量用 を見よ．
定量用ナファゾリン硝酸塩 ナファゾリン硝酸塩，定量用 を見よ．
定量用ニカルジピン塩酸塩 ニカルジピン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用ニコモール ニコモール，定量用 を見よ．
定量用ニセルゴリン ニセルゴリン，定量用 を見よ．
定量用ニトレンジピン ニトレンジピン，定量用 を見よ．
定量用パパベリン塩酸塩 パパベリン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用パラアミノサリチル酸カルシウム水和物 パラアミノサリチル酸カルシウム水和物，定量用 を見よ．
定量用L－バリン L－バリン，定量用 を見よ．
定量用バルバロイン バルバロイン，定量用 を見よ．
定量用バルプロ酸ナトリウム バルプロ酸ナトリウム，定量用 を見よ．
定量用ハロペリドール ハロペリドール，定量用 を見よ．
定量用ビソプロロールフマル酸塩 ビソプロロールフマル酸塩，定量用 を見よ．
定量用ヒト血清アルブミン ヒト血清アルブミン，定量用 を見よ．
定量用ヒドララジン塩酸塩 ヒドララジン塩酸塩，定量用 を見よ．
定量用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸 10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用 を見よ．
定量用ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用 を見よ．
定量用ヒベンズ酸チペピジン チペピジンヒベンズ酸塩，定量用 を見よ．

定量用ヒルスチン　ヒルスチン，定量用　を見よ．
定量用ファモチジン　ファモチジン，定量用　を見よ．
定量用フェニトイン　フェニトイン，定量用　を見よ．
定量用フェノバルビタール　フェノバルビタール，定量用　を見よ．
定量用フェノール　フェノール，定量用　を見よ．
定量用フェノールスルホンフタレイン　フェノールスルホンフタレイン，定量用　を見よ．
定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液　ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用　を見よ．
定量用ブシラミン　ブシラミン，定量用　を見よ．
定量用ブテナフィン塩酸塩　ブテナフィン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用ブファリン　ブファリン，定量用　を見よ．
定量用ブホルミン塩酸塩　ブホルミン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用フマル酸ビソプロロール　ビソプロロールフマル酸塩，定量用　を見よ．
定量用プラゼパム　プラゼパム，定量用　を見よ．
定量用フルトプラゼパム　フルトプラゼパム，定量用　を見よ．
定量用フルラゼパム　フルラゼパム，定量用　を見よ．
定量用フレカイニド酢酸塩　フレカイニド酢酸塩，定量用　を見よ．
定量用プロカイン塩酸塩　プロカイン塩酸塩　を見よ．
定量用プロカインアミド塩酸塩　プロカインアミド塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用プロパフェノン塩酸塩　プロパフェノン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用プロピルチオウラシル　プロピルチオウラシル，定量用　を見よ．
定量用プロプラノロール塩酸塩　プロプラノロール塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用フロプロピオン　フロプロピオン，定量用　を見よ．
定量用ペオノール　ペオノール，定量用　を見よ．
定量用ベザフィブラート　ベザフィブラート，定量用　を見よ．
定量用ヘスペリジン　ヘスペリジン，定量用　を見よ．
定量用ベタヒスチンメシル酸塩　ベタヒスチンメシル酸塩，定量用　を見よ．
定量用ペチジン塩酸塩　ペチジン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用ベニジピン塩酸塩　ベニジピン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用ベラパミル塩酸塩　ベラパミル塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用ベラプロストナトリウム　ベラプロストナトリウム，定量用　を見よ．
定量用ペリルアルデヒド　ペリルアルデヒド，定量用　を見よ．
定量用ペルフェナジンマレイン酸塩　ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用　を見よ．
定量用ベンゼトニウム塩化物　ベンゼトニウム塩化物，定量用　を見よ．
定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩　ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用ボグリボース　ボグリボース，定量用　を見よ．
定量用マグノロール　マグノロール，定量用　を見よ．
定量用マレイン酸イルソグラジン　イルソグラジンマレイン酸塩，定量用　を見よ．
定量用マレイン酸ペルフェナジン　ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用　を見よ．
定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン　メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用　を見よ．
定量用メシル酸ベタヒスチン　ベタヒスチンメシル酸塩，定量用　を見よ．
定量用*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩　*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩　を見よ．
定量用メチルエルゴメトリンマレイン酸塩　メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用　を見よ．
定量用メチルドパ　メチルドパ水和物，定量用　を見よ．
定量用メチルドパ水和物　メチルドパ水和物，定量用　を見よ．
定量用メテノロンエナント酸エステル　メテノロンエナント酸エステル，定量用　を見よ．
定量用メトクロプラミド　メトクロプラミド，定量用　を見よ．
定量用メトプロロール酒石酸塩　メトプロロール酒石酸塩，定量用　を見よ．
定量用メトホルミン塩酸塩　メトホルミン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用メトロニダゾール　メトロニダゾール，定量用　を見よ．
定量用メピバカイン塩酸塩　メピバカイン塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用メフルシド　メフルシド，定量用　を見よ．
定量用*l*－メントール　*l*－メントール，定量用　を見よ．
定量用モサプリドクエン酸塩水和物　モサプリドクエン酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用モルヒネ塩酸塩水和物　モルヒネ塩酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用ヨウ化イソプロピル　ヨウ化イソプロピル，定量用　を見よ．
定量用ヨウ化カリウム　ヨウ化カリウム，定量用　を見よ．
定量用ヨウ化メチル　ヨードメタン，定量用　を見よ．
定量用ヨウ素　ヨウ素，定量用　を見よ．
定量用ヨードメタン　ヨードメタン，定量用　を見よ．
定量用ラベタロール塩酸塩　ラベタロール塩酸塩，定量用　を見よ．
定量用リシノプリル　リシノプリル水和物，定量用　を見よ．
定量用リシノプリル水和物　リシノプリル水和物，定量用　を見よ．
定量用リスペリドン　リスペリドン，定量用　を見よ．
定量用リドカイン　リドカイン，定量用　を見よ．
定量用硫酸アトロピン　アトロピン硫酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用リンコフィリン　リンコフィリン，定量用　を見よ．
定量用リン酸コデイン　コデインリン酸塩水和物，定量用　を見よ．
定量用リン酸ジヒドロコデイン　ジヒドロコデインリン酸塩，定量用　を見よ．
定量用レジブフォゲニン　レジブフォゲニン，定量用　を見よ．
定量用レバミピド　レバミピド，定量用　を見よ．
定量用レバロルファン酒石酸塩　レバロルファン酒石酸塩，定量用　を見よ．
定量用L－ロイシン　L－ロイシン，定量用　を見よ．

定量用ロガニン ロガニン，定量用 を見よ．

定量用ロスマリン酸 ロスマリン酸，定量用 を見よ．

定量用ワルファリンカリウム ワルファリンカリウム，定量用 を見よ．

2′－デオキシウリジン，液体クロマトグラフィー用 $C_9H_{12}N_2O_5$ 白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 162～166℃

純度試験 本品3.0mgを薄めたメタノール(1→25)に溶かし，50mLとする．この液10μLにつき，「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の試験条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約2倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により2′－デオキシウリジンの量を求めるとき98.5%以上である．

含量 98.5%以上． **定量法** 本品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約5mgを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，262nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

$$\text{デオキシウリジン}(C_9H_{12}N_2O_5)\text{の量(mg)} = \frac{A}{447} \times 5000$$

テオフィリン $C_7H_8N_4O_2$ 白色の粉末で，水に溶けにくい．

融点〈2.60〉 269～274℃

純度試験 カフェイン，テオブロミン又はパラキサンチン 本品0.20gに水酸化カリウム試液5mL又はアンモニア試液5mLを加えるとき，液はいずれも澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

含量 99.0%以上． **定量法** 本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，0.1mol/Lナトリウムメトキシド液で滴定〈2.50〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液1mL＝18.02mg $C_7H_8N_4O_2$

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

純度試験 類縁物質 本品50mgを水に溶かし，100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテオフィリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のテオフィリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)／メタノール混液(4：1)

流量：テオフィリンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：テオフィリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

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

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

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

1－デカンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_{21}NaO_3S$ 白色の粉末である．

純度試験 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 3.0%以下(1g，105℃，3時間)．

含量 98.0%以上． **定量法** 本品約0.45gを精密に量り，水50mLに溶かした液をカラム(0.3～1.0mmのカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)約20mLを内径約1.2cm，高さ約25cmのクロマトグラフィー管に注入して製したもの)に入れ，1分間約4mLの速度で流す．次にカラムを水150mLを用いて1分間約4mLの速度で洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝24.43mg $C_{10}H_{21}NaO_3S$

1－デカンスルホン酸ナトリウム試液，0.0375mol/L 1－デカンスルホン酸ナトリウム3.665gを水400mLに溶かす．

滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液 2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用 を見よ．

***n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物** $C_{13}H_{30}NBr$ 白色の粉末である．融点：約232℃(分解)．

含量 99%以上． **定量法** 本品約0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：クロム酸カリウム試液1mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝28.03mg $C_{13}H_{30}NBr$

***n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物試液，0.005mol/L** リン酸二水素カリウム6.94g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.22g及び臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム1.40gを水に溶かし，1000mLとする．

テストステロン $C_{19}H_{28}O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

テストステロンプロピオン酸エステル $C_{22}H_{32}O_3$ [医薬品各

条]

テセロイキン用細胞懸濁液　細胞懸濁液，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用参照抗インターロイキン－2抗体　参照抗インターロイキン－2抗体，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用試験菌移植培地　試験菌移植培地，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用試験菌移植培地斜面　試験菌移植培地斜面，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用等電点マーカー　等電点マーカー，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用発色試液　発色試液，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用普通カンテン培地　普通カンテン培地，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用分子量マーカー　分子量マーカー，テセロイキン用　を見よ．

テセロイキン用力価測定用培地　力価測定用培地，テセロイキン用　を見よ．

デソキシコール酸ナトリウム　$C_{24}H_{39}NaO_4$　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3400cm^{-1}，2940cm^{-1}，1562cm^{-1}及び1408cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／メタノール／酢酸(100)混液(80：40：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに濃硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

鉄　Fe　片状，板状，粒状，線状などに成型したもの．鉄(Fe)97.7%以上．磁石により吸引される．

鉄・フェノール試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物1.054gを水20mLに溶かし，硫酸1mL及び過酸化水素(30)1mLを加え，泡立ちが止むまで加熱した後，水を加えて50mLとする．この液3容量をメスフラスコにとり，冷却しながら硫酸を加えて100容量とし，鉄・硫酸溶液を製する．別にフェノールを再留し，初めの10%と，終わりの5%容量を除いた留液を湿気を避けて約2倍容量の質量既知の乾燥共栓フラスコにとり，栓をして氷冷し，ガラス棒で表面の固まるのを防ぎながら完全に結晶させ，乾燥して質量を量る．このフラスコにフェノールの1.13倍質量の鉄・硫酸溶液を加え，密栓し，冷却せずに時々振り動かしてフェノールを溶かした後，激しく振り混ぜ，暗所に16～24時間放置する．この混液にその23.5%に相当する薄めた硫酸(10→21)を加え，よく混和し，乾燥共栓瓶に入れ，湿気を避けて暗所に保存する．この溶液は6箇月以内に使用する．

鉄・フェノール試液，希　鉄・フェノール試液10mLに水4.5mLを加える．用時製する．

鉄試験用アスコルビン酸　L－アスコルビン酸　を見よ．

鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5　酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5，鉄試験用　を見よ．

鉄粉　Fe　光沢のない灰色～灰黒色の粉末で，磁石に吸引される．

確認試験　本品の塩酸溶液(1→50)1mLを水で薄めて15mLとした液に，ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.1mLを加えるとき，液は青色を呈する．

テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液　テトラエチルアンモニウムヒドロキシド[$(C_2H_5)_4NOH$：147.26]を10%含む水溶液である．無色澄明の液で強いアンモニア臭がある．また，本品は強い塩基で，空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．

含量　10.0～11.0%．　**定量法**　あらかじめ水15mLを入れた共栓フラスコに本品約3gを精密に量り，0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L塩酸1mL＝14.73mg $C_8H_{21}NO$

テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

テトラクロロ金試液　テトラクロロ金(Ⅲ)酸試液　を見よ．

テトラクロロ金(Ⅲ)酸四水和物　$HAuCl_4 \cdot 4H_2O$　[K 8127，特級]

テトラクロロ金(Ⅲ)酸試液　テトラクロロ金(Ⅲ)酸四水和物1gを水35mLに溶かす．

テトラサイクリン　$C_{22}H_{24}N_2O_8$　黄色～暗い黄色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノールにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

含量　本品1mgは870μg(力価)以上を含む．　**定量法**　「テトラサイクリン塩酸塩」の定量法を準用する．ただし，本品の量[μg(力価)]は次式により求める．

テトラサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_8$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

テトラサイクリン塩酸塩　$C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして25mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験(2)を準用し，試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テトラサイクリン以外のピークの合計量は10%以下である．

テトラデシルトリメチルアンモニウム臭化物　$CH_3(CH_2)_{13}N(CH_3)_3Br$　白色の粉末である．

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，水100mLに溶かし，水／硝酸混液(2：1)5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝33.64mg $C_{17}H_{38}NBr$

テトラヒドロキシキノン　$C_6H_4O_6$　暗青色の結晶で，光によって黄色に変わる．エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

テトラヒドロキシキノン指示薬　テトラヒドロキシキノン1gに白糖100gを加え，均等に混和する．

テトラヒドロフラン　$CH_2(CH_2)_2CH_2O$　[K 9705，特級]

テトラヒドロフラン，液体クロマトグラフィー用　C_4H_8O　無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.406～1.409

密度〈2.56〉　(20℃)　0.884～0.889g/mL

純度試験　紫外吸収物質　本品につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長240nm，254nm，280nm，290nm及び300～400nmにおける吸光度は，それぞれ0.35，0.20，0.05，0.02及び0.01以下である．

過酸化物　K 9705の試験法により試験を行うとき，0.01%以下である．

テトラヒドロフラン，ガスクロマトグラフィー用　テトラヒドロフランに硫酸鉄(Ⅱ)七水和物を加えて蒸留する．

貯法　窒素を封入し，冷暗所で保存する．

テトラフェニルホウ酸ナトリウム　$(C_6H_5)_4BNa$　[K 9521，テトラフェニルほう酸ナトリウム，特級]

テトラフェニルボロンカリウム試液　フタル酸水素カリウム溶液(1→500)50mLに酢酸(31)1mLを加える．この液にテトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(7→1000)20mLを加えてよく振り混ぜ，1時間放置した後，生じた沈殿を洗する．沈殿の1／3量をとり，水100mLを加えて約50℃で振り混ぜながら5分間加温した後，急冷し，常温で時々振り混ぜ，2時間放置した後，ろ過する．初めのろ液30mLを除く．

テトラフェニルボロンナトリウム　テトラフェニルホウ酸ナトリウム　を見よ．

テトラブチルアンモニウム硫酸水素塩　$C_{16}H_{37}NO_4S$　白色の結晶性の粉末である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.7gを精密に量り，新たに煮沸し冷却した水100mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝33.95mg $C_{16}H_{37}NO_4S$

テトラブチルアンモニウムリン酸二水素塩　$(C_4H_9)_4NH_2PO_4$　白色の粉末で，水にやや溶けやすい．

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品1.5gを精密に量り，水80mLに溶かし，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝169.7mg$(C_4H_9)_4NH_2PO_4$

テトラ－*n*－ブチルアンモニウム塩化物　$C_{16}H_{36}ClN$　白色の結晶で，潮解性がある．

水分〈2.48〉　6.0%以下(0.1g)．

含量　換算した脱水物に対し，95.0%以上．　**定量法**　本品約0.25gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝27.79mg $C_{16}H_{36}ClN$

テトラ－*n*－ブチルアンモニウム臭化物　$[CH_3(CH_2)_3]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　101～105℃

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，希硝酸5mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝32.24mg $C_{16}H_{36}NBr$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド[$(C_4H_9)_4NOH$：259.47]を13g/dL含む水溶液である．

含量　11.7～14.3g/dL．　**定量法**　あらかじめ水15mLを入れた共栓フラスコの質量を量り，これにテトラブチルアンモニウムヒドロキシド$(C_4H_9)_4NOH$約0.3gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．

0.1mol/L塩酸1mL＝25.95mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，0.005mol/L　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液10mLに水700mLを加え，薄めたリン酸(1→10)を加えてpHを4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，40%　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド[$(C_4H_9)_4NOH$：259.47]を40g/dL含む水溶液である．

含量　36～44g/dL．　**定量法**　本品10mLを正確に量り，1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．

1mol/L塩酸1mL＝259.5mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド[$(C_4H_9)_4NOH$：259.47]を25g/dL含むメタノール溶液である．無色～微黄色澄明の液で，アンモニア臭がある．

含量　22.5～27.5g/dL．　**定量法**　本品15mLを正確に量り，1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．

1mol/L塩酸1mL＝259.5mg $C_{16}H_{37}NO$

10%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド[$(C_4H_9)_4NOH$：259.47]を10g/dL含むメタノール溶液である．

含量　9.0～11.0g/dL．　**定量法**　あらかじめ水20mLを入れた共栓フラスコに本品2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．

0.1mol/L塩酸1mL＝25.95mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラー*n*ープロピルアンモニウム臭化物　$[CH_3CH_2CH_2]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，希硝酸5mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝26.63mg $C_{12}H_{28}NBr$

テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル試液　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液　を見よ．

テトラブロムフェノールフタレインエチルエステルカリウム塩　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウムを見よ．

テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウム0.1gを酢酸(100)に溶かし，100mLとする．用時製する．

テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウム　$C_{22}H_{13}Br_4KO_4$　[K 9042，特級]

テトラー*n*ーヘプチルアンモニウム臭化物　$[CH_3(CH_2)_6]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈*2.60*〉　87～89℃

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→5)50mLに溶かし，希硝酸5mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝49.07mg $C_{28}H_{60}NBr$

テトラー*n*ーペンチルアンモニウム臭化物　$[CH_3(CH_2)_4]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，吸湿性である．

融点〈*2.60*〉　100～101℃

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド　$(CH_3)_4NOH$　通例，約10%の水溶液として知られている．無色澄明の液で強いアンモニア臭がある．本品はアンモニアよりその塩基度は強い．空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．10%水溶液を用いる．

純度試験　アンモニア及び他のアミン類　あらかじめ水約5mLを入れたはかり瓶にテトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$]約0.3gに対応する量を正確に量り，これに1mol/L塩酸をやや過量(約4mL)加えた後，水浴上で蒸発乾固する．残留物を105℃で2時間乾燥したもの(塩化テトラメチルアンモニウム)に0.8317を乗じて得たテトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$]の量は，定量法で得たテトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$]の量の±0.2%である．

不揮発性残分　0.02%以下(5mL，105℃，1時間)．

含量　表示量の98%以上．　**定量法**　あらかじめ水15mLを入れた共栓フラスコの質量を量り，これにテトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$]約0.2gに対応する量を正確に量り，0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液)．

0.1mol/L塩酸1mL＝9.115mg $C_4H_{13}NO$

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド15mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする．

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液，pH5.5　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド10mLに水990mLを加え，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH5.5に調整する．

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド[$(CH_3)_4NOH$：91.15]を10g/dL含むメタノール溶液である．

含量　9.0～11.0g/dL．　**定量法**　あらかじめ水20mLを入れた共栓フラスコに本品2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液)．

0.1mol/L塩酸1mL＝9.115mg $C_4H_{13}NO$

***N,N,N′,N′*ーテトラメチルエチレンジアミン**　$(CH_3)_2NCH_2CH_2N(CH_3)_2$　微黄色澄明な液体である．

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：0.774 ～ 0.799

含量　99.0 % 以上．

テトラメチルシラン，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CH_3)_4Si$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

3,3′,5,5′ーテトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物　$C_{16}H_{22}Cl_2N_2 \cdot 2H_2O$　白色～微赤白色の結晶性粉末．

デバルダ合金　[K 8653，窒素分析用]

デヒドロコリダリン硝化物，定量用　$C_{22}H_{24}N_2O_7$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．融点：約240℃(分解)．

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$ (333nm)：577 ～ 642(3mg，水，500mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥したもの．

純度試験

（1）　類縁物質1　本品5.0mgを水／メタノール混液(1：1) 1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルで調製した薄層板にスポットし，速やかにメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／酢酸(100)混液(20：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　類縁物質2　本品5.0mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデヒドロコリダリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデヒドロコリダリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エンゴサク」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

面積測定範囲：硝酸のピークの後からデヒドロコリダリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「エンゴサク」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たデヒドロコリダリンのピーク面積が，標準溶液5μLから得たデヒドロコリダリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

***N*－デメチルエリスロマイシン**　$C_{36}H_{65}NO_{13}$　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

***N*－デメチルロキシスロマイシン**　$C_{40}H_{74}N_2O_{15}$　白色の粉末である．

確認試験　本品のクロロホルム溶液(1→20)を試料溶液とし，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の溶液法により層長0.1mmの臭化カリウム製固定セルを用いて測定するとき，波数3600cm^{-1}，3520cm^{-1}，3450cm^{-1}，3340cm^{-1}，1730cm^{-1}及び1627cm^{-1}付近に吸収を認める．

デメトキシクルクミン　$C_{20}H_{18}O_5$　黄色～だいだい色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：166～170℃

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

純度試験　類縁物質

（1）　本品4mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品1.0mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデメトキシクルクミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ウコン」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：可視吸光光度計(測定波長：422nm)

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

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の定量法のシステム適合性を準用する．

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

テモカプリル塩酸塩，定量用　$C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl　[医薬品各条，「テモカプリル塩酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl：513.07)99.5%以上を含むもの]

テルビナフィン塩酸塩，定量用　$C_{21}H_{25}N$・HCl　[医薬品各条，「テルビナフィン塩酸塩」]

テルフェニル　$C_{18}H_{14}$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　208～213℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長276～280nmに吸収の極大を示す．

***p*－テルフェニル**　テルフェニル　を見よ．

デルマタン硫酸エステル　ブタ皮又はブタ小腸をアルカリ抽出後，プロテアーゼ消化し，アルコール分画法により精製したムコ多糖．セルロースアセテート膜電気泳動を行い，トルイジンブルーO溶液(1→200)に浸して染色するとき，単一バンドである．

膜電気泳動条件

セルロースアセテート膜：幅6cm×長さ10cm

移動相：酢酸カルシウム一水和物52.85gを水に溶かし，1000mLとする．

泳動時間：3時間(1.0mA/cm)

テレビン油　[医薬品各条]

テレフタル酸　$C_6H_4(COOH)_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(1g)．

含量　95.0%以上．　**定量法**　本品約2gを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加えて溶かし，1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝83.07mg $C_8H_6O_4$

テレフタル酸ジエチル　$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$　白色～帯微褐白色の結晶又は塊である．

融点〈2.60〉　44～46℃

含量　99%以上．　**定量法**　本品0.1gをとり，メタノール10mLに溶かす．この液2μLにつき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたクロマトグラムにつき自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$含量(\%)=\frac{テレフタル酸ジエチルのピーク面積}{それぞれの成分のピーク面積の総和}\times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径4mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを177～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200℃付近の一定温度

キャリヤーガス及び流量：ヘリウムを用い，毎分約50mLの一定量でテレフタル酸ジエチルの保持時間が6～7分となるように調整する．

測定範囲：溶媒のピークの後から，テレフタル酸ジエチルの保持時間の5倍の範囲

デンプン　[K 8658，でんぷん，特級]

デンプン，溶性　[K 8659，でんぷん(溶性)，特級]

デンプン試液　デンプン1gを冷水10mLとよくすり混ぜ，これを熱湯200mL中に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み，液が半透明となるまで煮沸し，放置した後，上澄液を用いる．用時製する．

デンプン・塩化ナトリウム試液　デンプン試液に塩化ナトリウムを飽和する．調製後5～6日以内に用いる．

でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液　バレイショデンプン試液，でんぷん消化力試験用　を見よ．

でんぷん消化力試験用フェーリング試液　フェーリング試液，でんぷん消化力試験用　を見よ．

銅　Cu　[K 8660，特級]

銅(標準試薬)　Cu　[K 8005，容量分析用標準物質]

銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性　水酸化ナトリウム0.8gを水に溶かして100mLとした液に，無水炭酸ナトリウム4gを加えて溶かし，A液とする．硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→50)1mL及び酒石酸ナトリウム二水和物溶液(1→25)1mLを混和し，B液とする．A液50mL及びB液1mLを混和する．用時製する．

銅試液，アルカリ性　無水炭酸ナトリウム2gを希水酸化ナトリウム試液100mLに溶かす．この液50mLをとり，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→100)と酒石酸カリウム溶液(1→50)の混液(1：1)1mLを加えて混和する．

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

銅エチレンジアミン試液，1mol/L　水酸化銅(Ⅱ)100gを500mL目盛線をしるした1000mL肉厚の試薬瓶に入れ，水を加えて500mLとする．液注入用分液漏斗，窒素導入用ガラス管及びガス排出用ガラス管を差し込んだゴム栓を試薬瓶に付ける．窒素導入管の下端の位置は試薬瓶の底から約1.3cmの高さになるように調節する．窒素導入管より約14kPaに減圧した窒素を通じ，必要ならば適当な調節器を用いて液が穏やかに泡立つように調節し，約3時間試薬瓶内の空気を窒素で置換する．試薬瓶内に通じた窒素はガス排出管より排出させる．同様にして窒素を通じ，更に流水で冷却しながら，液注入用分液漏斗からエチレンジアミン試液160mLを徐々に加える．液注入用分液漏斗を取り外し，ゴム栓の穴をガラス棒で栓をする．更に約10分間窒素を通じた後，ガス排出管を取り外し，同様にゴム栓の穴をガラス棒で栓をする．試薬瓶の内部は引続き窒素で加圧状態とし，圧力が約14kPaの窒素雰囲気とする．試薬瓶は時々振り混ぜながら，約16時間放置する．必要ならばガラスろ過器を用いて減圧ろ過し，再び窒素雰囲気下で保存する．このようにして得た液の銅(Ⅱ)イオンの濃度は約1.3mol/Lである．定量法により，この液のエチレンジアミンの濃度X (mol/L)及び銅(Ⅱ)イオンの濃度Y(mol/L)を求め，その各値からXは1.96～2.04，Yは0.98～1.02及びX/Yは1.96～2.04となるように，水，水酸化銅(Ⅱ)又はエチレンジアミン試液を加え，再び同様にして定量し，試液とする．

定量法

(1)　エチレンジアミン　調製した液1mL(V_1)を正確に量り，水60mLを加え，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(pH測定法，終点pH約8.4)．

$$X=\frac{N_1 a}{V_1}$$

X：調製した液中のエチレンジアミンの濃度(mol/L)

a：0.1mol/L 塩酸の消費量(mL)

N_1：塩酸の濃度(mol/L)

(2)　銅(Ⅱ)イオン　調製した液2mL(V_2)を正確に量り，水20mL，ヨウ化カリウム約3g及び2mol/L硫酸試液50mLを加え，更に5分間振り混ぜた後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液3mL及びチオシアン酸アンモニウム溶液(1→5)10mLを加え，生じた青色が脱色したときとする．

$$Y=\frac{N_2 b}{V_2}$$

Y：調製した液中の銅(Ⅱ)イオンの濃度(mol/L)

b：0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

N_2：チオ硫酸ナトリウム液の濃度(mol/L)

等電点マーカー，テセロイキン用　チトクロムc，トリプシノーゲン，レンチルレクチン・ベーシックバンド，レンチルレクチン・ミドルバンド，レンチルレクチン・アシディックバンド，ウマミオグロビン・ベーシックバンド，ウマミオグロビン・アシディックバンド，ヒト炭酸脱水酵素B，ウシ炭酸脱水酵素B及びβ－ラクトグロブリンAをそれぞれ0.02～0.05mgずつとり，白糖溶液(3→10)0.1mLに溶かす．

導電率測定用塩化カリウム　塩化カリウム，導電率測定用　を見よ．

トウヒ　[医薬品各条]

Cu－PAN　1－(2－ピリジルアゾ)－2－ナフトール(遊離酸)1gとエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物11.1gを混合して製する．灰だいだい黄色，灰赤褐色又は淡灰紫色の粉末である．

吸光度　本品0.50gをとり，薄めた1,4－ジオキサン(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長470nmにおける吸光度は0.48以上である．

純度試験　溶状　本品0.5gを薄めた1,4－ジオキサン(1→2)50mLに溶かすとき，液は黄褐色澄明である．

Cu－PAN試液　Cu－PAN1gを薄めた1,4－ジオキサン(1→2)100mLに溶かす．

トウモロコシ油　[医薬品各条]

銅溶液，アルカリ性　銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性を見よ．

ドキシフルリジン　$C_9H_{11}FN_2O_5$　[医薬品各条]

ドキシフルリジン，定量用　$C_9H_{11}FN_2O_5$　[医薬品各条，「ドキシフルリジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)99.5%以上を含むもの]

ドコサン酸メチル　$C_{23}H_{46}O_2$　白色の板状結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　51.0～56.0℃

トコフェロール　$C_{29}H_{50}O_2$　[医薬品各条]

トコフェロールコハク酸エステル　$C_{33}H_{54}O_5$　トコフェロールコハク酸エステルカルシウム0.5gを酢酸(100)5mLで潤した後，トルエン10mLを加え，時々振り混ぜながら70℃で30分加温する．冷後，水30mLを加え，よく振り混ぜて放置する．水層を除き，トルエン層を洗液が中性になるまで30mLずつで数回洗った後，放置する．トルエン抽出液に無水硫酸ナトリウム3gを加え振り混ぜた後，傾斜してトルエン層をとり，トルエンを減圧で留去し，淡黄色の粘稠性のある液を得る．室温で長期に保存するとき，わずかに黄色を帯びた固体となる．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(286nm)：38.0～42.0(10mg，クロロホルム，100mL).

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム　$C_{66}H_{106}CaO_{10}$　[医薬品各条]

トコフェロール酢酸エステル　$C_{31}H_{52}O_3$　[医薬品各条]

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム　$C_{18}H_{29}SO_3Na$　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.5gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．ただし，窒素を通じ，かき混ぜながら25℃で測定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約40mgを精密に量り，水20mL及び過酸化水素(30)2mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

0.005mol/L過塩素酸バリウム液1mL
　＝1.743mg $C_{18}H_{29}SO_3Na$

ドパミン塩酸塩，定量用　$C_8H_{11}NO_2$・HCl　[医薬品各条，「ドパミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl)99.0%以上を含むもの]

トラガント末　[医薬品各条]

ドラーゲンドルフ試液　次硝酸ビスマス0.85gを酢酸(100)10mL及び水40mLを加え，激しく振り混ぜて溶かしA液とする．ヨウ化カリウム8gを水20mLに溶かし，B液とする．使用直前にA液，B液及び酢酸(100)のそれぞれ等容量を混和して用いる．A液及びB液は遮光して保存する．

ドラーゲンドルフ試液，噴霧用　ドラーゲンドルフ試液のA液及びB液の等容量混液4mLに薄めた酢酸(31)(1→5)20mLを加える．用時製する．

トリアムシノロンアセトニド　$C_{24}H_{31}FO_6$　[医薬品各条]

トリエタノールアミン　2,2′,2″－ニトリロトリエタノール　を見よ．

トリエチルアミン　$(C_2H_5)_3N$　無色澄明の液で，強いアミン臭がある．メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

比重〈2.56〉　d^{25}_{4}：0.722～0.730

沸点〈2.57〉　89～90℃

トリエチルアミン緩衝液，pH3.2　トリエチルアミン4mLに水2000mLを加え，リン酸を加えてpH3.2に調整する．

1%トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH3.0　トリエチルアミン10gを水950mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整した後，正確に1000mLとする．

トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH5.0　トリエチルアミン1.0mLに水900mLを加え，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

トリクロル酢酸　トリクロロ酢酸　を見よ．

トリクロロ酢酸　CCl_3COOH　[K 8667，特級]

トリクロロ酢酸試液　トリクロロ酢酸1.80g，酢酸ナトリウム三水和物2.99g及び酢酸(31)1.98gを水に溶かし，100mLとする．

トリクロロ酢酸試液，セラペプターゼ用　トリクロロ酢酸1.80g及び無水酢酸ナトリウム1.80gに6mol/L酢酸試液5.5mL及び水を加えて溶かし，100mLとする．

トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液　トリクロロ酢酸溶液(1→5)1容量にpH8.0のゼラチン・トリス緩衝液6容量及び水5容量を加える．

1,1,2－トリクロロ－1,2,2－トリフルオロエタン　$CFCl_2CF_2Cl$　無色，揮発性の液体である．アセトン又はジエチルエーテルと混和し，水と混和しない．

純度試験　類縁物質　本品0.1μLにつき，「ハロタン」の純度試験(5)の操作条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品以外のピークを認めない．

トリクロロフルオロメタン　CCl_3F　無色の液体又は気体である．

比重〈2.56〉　$d^{17.2}_{4}$：1.494

沸点〈2.57〉　23.7℃

トリシン　$C_6H_{13}NO_5$　白色の結晶性の粉末．融点：182～184℃(分解).

トリス緩衝液，エンドトキシン試験用　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール18.2gをエンドトキシン試験用水800mLに溶かし，0.1mol/L塩酸試液100mL及びエンドトキシン試験用水を加えて1000mLとした後，121℃で90分間，高圧蒸気滅菌する．

トリス緩衝液，0.05mol/L，pH7.0　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6.06gを水約750mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpH7.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

トリス緩衝液，0.05mol/L，pH8.6　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6.1gを水950mLに溶かし，2mol/L塩酸試液を加えてpH8.6に調整した後，水を加えて1000mLとする．

トリス緩衝液，0.1mol/L，pH8.0　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール2.42gを水100mLに溶かし，0.2mol/L塩酸試液を加えてpH8.0に調整し，水を加えて200mLとする．

トリス緩衝液，0.5mol/L，pH6.8　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6gを水50mLに溶かし，2mol/L塩酸試液を加えてpH6.8に調整した後，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．

トリス緩衝液，1.5mol/L，pH8.8　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール18.2gを水75mLに溶かし，5mol/L塩酸試液を加えてpH8.8に調整した後，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．

トリス緩衝液，pH7.0　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール24.3gを水1000mLに溶かし，0.1mol/L塩酸を加えてpH7.0に調整する．

トリス緩衝液，pH8.2　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール24.2g及びポリソルベート20 0.5gを水800mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpH8.2に調整した後，水を加えて1000mLとする．

トリス緩衝液，pH8.4　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6.1g及び塩化ナトリウム10.2gを水800mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpH8.4に調整した後，水を加えて1000mLとする．

トリス緩衝液，pH9.5　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール36.3gに水1000mLを加えて溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpH9.5に調整する．

トリス・塩酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH7.5　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール塩酸塩6.35g及び2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール1.18gを水に溶かし，1000mLとする．

トリス・塩酸塩緩衝液，0.2mol/L，pH7.4　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール塩酸塩6.61g及び2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール0.97gを水に溶かし，250mLとする．

トリス・酢酸緩衝液，pH6.5　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール13.57g及び酢酸(100)6.73gを水に溶かし，1000mLとする．

トリスヒドロキシメチルアミノメタン　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール　を見よ．

トリデカンスルホン酸ナトリウム　$C_{13}H_{27}SO_3Na$　白色の結晶又は粉末である．

純度試験　吸光度　本品1.43gを水1000mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長230nm及び254nmにおける吸光度はそれぞれ0.05以下及び0.01以下である．

2,4,6－トリニトロフェノール　$HOC_6H_2(NO_2)_3$　淡黄色～黄色の湿った結晶である．本品を乾燥したものは，加熱，衝撃，摩擦などにより爆発するおそれがあるので，安全のために水を15～25%加えてある．

確認試験　本品0.1gに水10mLを加え，加温して溶かした後，1%硫酸銅(Ⅱ)溶液／アンモニア試液混液(5：1)12mLを加えるとき，緑色の沈殿を生じる．

含量　99.5%以上．　**定量法**　本品をデシケーター(シリカゲル)中で24時間乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水50mLを加え，加温して溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
　＝22.91mg $HOC_6H_2(NO_2)_3$

2,4,6－トリニトロフェノール試液　2,4,6－トリニトロフェノール1gを熱湯100mLに溶かし，冷却し，必要ならばろ過する．

2,4,6－トリニトロフェノール試液，アルカリ性　2,4,6－トリニトロフェノール試液20mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→20)10mLを混和し，水を加えて100mLとする．調製後2日以内に使用する．

2,4,6－トリニトロフェノール・エタノール試液　2,4,6－トリニトロフェノール1.8gを薄めたエタノール(9→10)50mL及び水30mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸　2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸二水和物　を見よ．

2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸二水和物　$C_6H_2(NO_2)_3SO_3H・2H_2O$　微黄色～淡黄色の粉末である．

水分〈*2.48*〉　11～15%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

含量　換算した脱水物に対し，98%以上．　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，水／エタノール(99.5)混液(1：1)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い．補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
　＝29.32mg $C_6H_2(NO_2)_3SO_3H$

2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム二水和物　$C_6H_2N_3NaO_9S・2H_2O$　白色～微黄色の結晶又は粉末である．

トリフェニルクロルメタン　トリフェニルクロロメタン　を見よ．

トリフェニルクロロメタン　$(C_6H_5)_3CCl$　白色～灰白色若しくは帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　107～115℃

2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム　を見よ．

2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩試液　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液　を見よ．

トリフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{19}H_{15}OH$　白色の粉末である．

純度試験　本品0.1gをメタノール100mLに溶かした液につき，「ジドブジン」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.73の主スポット以外のスポットを認めない．

トリプシン，液体クロマトグラフィー用　ウシ膵臓より製し，下記の反応系において，液体クロマトグラフィー用トリプシン1部はカゼイン250部を分解する．

カゼイン溶液　乳製カゼイン0.1gに水30mLを加え，よく分散させた後，薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10)1.0mLを加えて溶かし，更に水を加えて全量を50mLとする．用時製する．

試料溶液　本品10mgを水500mLに溶かす．

操作法　カゼイン溶液5mLに試料溶液2mL及び水3mLを加えて混和し，40℃に1時間放置した後，エタノール(95)／水

／酢酸(100)混液(10：9：1)3滴を加えるとき，沈殿を生じない．

トリプシン試液，ウリナスタチン試験用　ウリナスタチン定量用結晶トリプシンを1mmol/Lの塩化カルシウム二水和物を含む氷冷した1mmol/L塩酸試液に溶かし，その1mL中に180μgを含むように調製する．用時調製し，氷冷して保存する．

トリプシン試液，エルカトニン試験用　液体クロマトグラフィー用トリプシン5mgに炭酸水素アンモニウム溶液(1→100)20mLを加えて溶かす．用時製する．

トリプシンインヒビター　大豆より精製し，1mgはトリプシン10000～30000BAEE単位を阻害する．ただし，1BAEE単位とは*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチルを基質とし，pH7.6，25℃，液量3.2mLで反応させるとき，1分間に波長253nmにおける吸光度差0.001を示すトリプシン活性をいう．

トリプシンインヒビター試液　トリプシンインヒビター5mgをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，10mLとする．

L－トリプトファン　$C_{11}H_{12}N_2O_2$　[医薬品各条]

トリフルオロ酢酸　CF_3COOH　無色澄明の液体で，強い刺激性のにおいがあり，水とよく混和する．

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：1.535

沸点〈2.57〉　72～73℃

トリフルオロ酢酸，核磁気共鳴スペクトル測定用　CF_3COOH　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

トリフルオロ酢酸試液　トリフルオロ酢酸1mLを水に溶かし，1000 mLとする．

トリメタジジン塩酸塩，定量用　$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl　[医薬品各条，「トリメタジジン塩酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)99.0%以上を含むもの]

トリメチルシリルイミダゾール　$C_6H_{12}N_2Si$　無色～微黄色の澄明な液である．

屈折率〈2.45〉　n^{20}_{D}：1.4744～1.4764

3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CH_3)_3SiCH_2CH_2CH_2SO_3Na$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CH_3)_3SiCD_2CD_2COONa$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

トルイジンブルー　トルイジンブルーO　を見よ．

トルイジンブルーO　$C_{15}H_{16}ClN_3S$　暗緑色の粉末で，水にやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)は青色～紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール(95)溶液(1→200)は青色を呈する．

（3）　水溶液の吸収スペクトルを測定するとき，波長630nm付近に吸収の極大を示す．

***o*－トルイル酸**　$C_8H_8O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　102～105℃

含量　98.0%以上．

トルエン　$C_6H_5CH_3$　[K 8680，特級]

***o*－トルエンスルホンアミド**　$C_7H_9NO_2S$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点〈2.60〉　157～160℃

純度試験　*p*－トルエンスルホンアミド　本品の酢酸エチル溶液(1→5000)を試料溶液とする．この液10μLにつき，「サッカリンナトリウム水和物」の純度試験(5)の条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品以外のピークを認めない．ただし，流量は*o*－トルエンスルホンアミドの保持時間が約10分になるように調整し，検出感度は試料溶液10μLから得た*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さがフルスケールの約50%になるように調整する．また，ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から*o*－トルエンスルホンアミドの保持時間の約2倍の範囲とする．

水分〈2.48〉　0.5%以下(4g，溶媒には水分測定用メタノール25mL及び水分測定用ピリジン5mLを用いる)．

含量　換算した脱水物に対し，98.5%以上．　**定量法**　本品約25mgを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う．

0.005mol/L硫酸1mL＝1.712mg $C_7H_9NO_2S$

***p*－トルエンスルホンアミド**　$CH_3C_6H_4SO_2NH_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約137℃

純度試験　類縁物質　本品30mgをアセトンに溶かし，正確に200mLとした液10μLにつき，「トラザミド」の純度試験(3)を準用して，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物　$C_7H_7ClNNaO_2S$・$3H_2O$　[K 8318，*p*－トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物，特級]

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液　トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物1gを水に溶かし，100mLとする．用時製する．

***p*－トルエンスルホン酸**　*p*－トルエンスルホン酸一水和物　を見よ．

***p*－トルエンスルホン酸一水和物**　$CH_3C_6H_4SO_3H$・H_2O　[K 8681，特級]

トルブタミド　$C_{12}H_{18}N_2O_3S$　[医薬品各条]

L－トレオニン　$C_4H_9NO_3$　[医薬品各条]

ドロキシドパ，定量用　$C_9H_{11}NO_5$　[医薬品各条，「ドロキシドパ」ただし，乾燥したものを定量するとき，ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)99.5%以上を含むもの]

トロンビン　[医薬品各条]

ナイルブルー　$C_{20}H_{20}ClN_3O$　青緑色の粉末である．

NK－7細胞　マウスNK細胞由来の細胞．

ナトリウム　Na　[K 8687，特級]

ナトリウム，金属　ナトリウム　を見よ．

ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート　ペンタシアノアンミン鉄(Ⅱ)酸ナトリウム*n*水和物　を見よ．

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物　$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$・$4H_2O$　[K 8905，特級]

七モリブデン酸六アンモニウム試液　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物21.2gを水に溶かし，200mLとする(10%)．用時製する．

七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物1.0gを薄めた硫酸(3→20)に溶かし，40mLとする．用時製する．

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム(Ⅳ)試液　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物2.5g及び硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物1.0gを薄めた硫酸(3→50)に溶かし，100mLとする．用時製する．

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸第二セリウム試液　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム(Ⅳ)試液　を見よ．

ナファゾリン硝酸塩　$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$　[医薬品各条]

ナファゾリン硝酸塩，定量用　$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$　[医薬品各条，「ナファゾリン硝酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$)99.0%以上を含むもの]

ナフタレン　$C_{10}H_8$　無色の薄片状又は光沢のある棒状の結晶で，特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　78～82℃

1,3－ナフタレンジオール　$C_{10}H_8O_2$　赤褐色の結晶又は灰～灰褐色の粉末である．水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．融点：約124℃

1,3－ナフタレンジオール試液　1,3－ナフタレンジオール50mgをエタノール(99.5)25mLに溶かし，リン酸2.5mLを加える．

2－ナフタレンスルホン酸　2－ナフタレンスルホン酸一水和物　を見よ．

2－ナフタレンスルホン酸一水和物　$C_{10}H_8O_3S \cdot H_2O$　白色～微黄白色の粉末で，水，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにやや溶けにくい．

水分〈2.48〉　7.0～11.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

含量　換算した脱水物に対し，95.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，水30mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝20.82mg $C_{10}H_8O_3S$

2－ナフタレンスルホン酸ナトリウム　$C_{10}H_7NaO_3S$　微褐色の結晶又は粉末である．

含量　98.0%以上．

1－ナフチルアミン　$C_{10}H_7NH_2$　[K 8692，特級]　遮光して保存する．

α－ナフチルアミン　1－ナフチルアミン　を見よ．

***N*－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩**　$C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$　[K 8197，特級]

ナフチルエチレンジアミン試液　*N*－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩0.1gを水に溶かし，100mLとする．用時製する．

ナフトキノンスルホン酸カリウム　1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム　を見よ．

1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム　$C_{10}H_5O_2SO_3K$　[K 8696，特級]

ナフトキノンスルホン酸カリウム試液　1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液　を見よ．

1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液　1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム0.5gを水に溶かし，100mLとする．用時製する．

β－ナフトキノンスルホン酸ナトリウム　$C_{10}H_5NaO_5S$　黄色～だいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，水にやや溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，減圧，50℃)．

強熱残分〈2.44〉　26.5～28.0%(乾燥後，1g)．

ナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液　β－ナフトキノンスルホン酸ナトリウム0.25gをメタノールに溶かし，100mLとする．

1－ナフトール　$C_{10}H_7OH$　[K 8698，特級]　遮光して保存する．

2－ナフトール　$C_{10}H_7OH$　[K 8699，特級]　遮光して保存する．

α－ナフトール　1－ナフトール　を見よ．

β－ナフトール　2－ナフトール　を見よ．

1－ナフトール試液　水酸化ナトリウム6g及び無水炭酸ナトリウム16gを水に溶かし，100mLとする．この液に1－ナフトール1gを溶かす．用時製する．

2－ナフトール試液　2－ナフトール1gを炭酸ナトリウム試液に溶かし，100mLとする．用時製する．

α－ナフトール試液　1－ナフトール試液　を見よ．

β－ナフトール試液　2－ナフトール試液　を見よ．

1－ナフトール・硫酸試液　1－ナフトール1.5gをエタノール(95)50mLに溶かし，水3mL及び硫酸7mLを加え，よく混和する．用時製する．

***p*－ナフトールベンゼイン**　$C_{27}H_{18}O_2$　[K 8693，特級]

α－ナフトールベンゼイン　*p*－ナフトールベンゼイン　を見よ．

***p*－ナフトールベンゼイン試液**　*p*－ナフトールベンゼイン0.2gを酢酸(100)に溶かし，100mLとする．

純度試験　溶状　本品0.10gをエタノール(95)100mLに溶かすとき，液は赤色で澄明である．

鋭敏度　本品のエタノール(95)溶液(1→1000)0.2mLに新たに煮沸して冷却した水100mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき，緑色を呈し，更に0.1mol/L塩酸0.2mLを加えるとき，液は黄赤色に変わる．

α－ナフトールベンゼイン試液　*p*－ナフトールベンゼイン試液　を見よ．

ナリジクス酸　$C_{12}H_{12}N_2O_3$　[医薬品各条]

ナリンギン，薄層クロマトグラフィー用　ナリンギン二水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

ナリンギン二水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{27}H_{32}O_{14} \cdot 2H_2O$　白色～淡黄色の結晶性の粉末である．エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい．融点：約170℃(分解)．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－87～－93°(0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品10mgをエタノール(95)10mLに溶かした液10μLにつき，「トウヒ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外にスポットを認めない．

二亜硫酸ナトリウム　$Na_2S_2O_5$　[K 8501，1級]

二亜硫酸ナトリウム試液　二亜硫酸ナトリウム0.10gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，アセトンを加えて100mLとする．

ニカルジピン塩酸塩，定量用　$C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$　[医薬品各

条，「ニカルジピン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)99.0%以上を含むもの]

肉エキス　新鮮なウシ，ウマ又はその他の肉から浸出した液を濃縮した黄褐色～濃暗褐色のペースト状の塊で，肉様のにおいがある．

肉製ペプトン　ペプトン，肉製　を見よ．

二クロム酸カリウム　$K_2Cr_2O_7$　[K 8517，特級]

二クロム酸カリウム(標準試薬)　$K_2Cr_2O_7$　[K 8005，容量分析用標準物質]

二クロム酸カリウム試液　二クロム酸カリウム7.5gを水に溶かし，100mLとする．

二クロム酸カリウム・硫酸試液　二クロム酸カリウム0.5gを薄めた硫酸(1→5)に溶かし，100mLとする．

β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド(β－NAD)　$C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$　[K 9802，β－NAD^+ただし，次の試験に適合するもの．]

含量　94.5%以上．　**定量法**　本品約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとする．この液0.2mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長260nmにおける吸光度A_T及びA_Bを測定する．

β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド($C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$)の量(mg)

$$= \frac{0.6634 \times 10}{17.6 \times 0.20} \times (A_T - A_B) \times 25$$

β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液　β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド(β－NAD)40mgを水10mLに溶かす．用時製する．

ニコチン酸アミド　$C_6H_6N_2O$　[医薬品各条]

ニコモール，定量用　$C_{34}H_{32}N_4O_9$　[医薬品各条，「ニコモール」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)99.0%以上を含むもの]

二酢酸*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン　*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン二酢酸塩　を見よ．

二酸化イオウ　SO_2　亜硫酸水素ナトリウムの濃溶液に硫酸を滴加して製する．無色の気体で，特異なにおいがある．

二酸化セレン　SeO_2　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに塩化スズ(Ⅱ)試液2mLを加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→100)10mLに薄めた塩酸(2→3)1mLを加え，これにヨウ化カリウム試液1mLを加えるとき，褐色を呈する．

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品約0.6gを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水80mL，ヨウ化カリウム3g及び薄めた塩酸(2→3)5mLを加えて5分間暗所に放置後，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝2.774mg SeO_2

二酸化炭素　CO_2　[医薬品各条]

二酸化チタン　酸化チタン(Ⅳ)　を見よ．

二酸化チタン試液　酸化チタン(Ⅳ)試液　を見よ．

二酸化鉛　酸化鉛(Ⅳ)　を見よ．

二酸化マンガン　MnO_2　黒色～黒褐色の塊又は粉末である．

確認試験　本品0.5gに水20mL及び塩酸3mLを加え，更に過酸化水素(30)3mLを加えて溶かす．この液を冷却しながらアンモニア水(28)を加えてアルカリ性にした後，硫化水素試液25mLを加えるとき，微紅色の沈殿を生じる．

二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH測定用　$KH_3(C_2O_4)_2$・$2H_2O$　[K 8474，二しゅう酸三水素カリウム二水和物，pH標準液用]

ニセルゴリン，定量用　$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$　[医薬品各条，「ニセルゴリン」又は「ニセルゴリン」を次の精製法により精製したもの．ただし，乾燥したものを定量するとき，ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)99.0%以上を含む．また，「ニセルゴリン」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の2.5倍より大きくない]

精製法　「ニセルゴリン」1gに20mLのアセトニトリルを加えて直ちに溶解後，冷暗所に約36時間放置し，結晶を析出させる．結晶をろ取し，60℃で2時間減圧乾燥する．

2,2′,2″－ニトリロトリエタノール　$(CH_2CH_2OH)_3N$　[K 8663，特級]

2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液，pH7.8　2,2′,2″－ニトリロトリエタノール149.2gを水約4500mLに溶かし，薄めた6mol/L塩酸試液(2→3)を加えてpH7.8に調整した後，水を加えて5000mLとする．

ニトレンジピン，定量用　$C_{18}H_{20}N_2O_6$　[医薬品各条，「ニトレンジピン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)99.0%以上を含む．また，「ニトレンジピン」の純度試験(2)類縁物質を準用し，試験を行うとき，試料溶液のニトレンジピンに対する相対保持時間約0.8のジメチルエステル体のピーク面積は，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の1／2より大きくなく，ニトレンジピン及びジメチルエステル体以外のピークの面積は，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の1／5より大きくない．また，ニトレンジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の1／2より大きくない．]

3－ニトロアニリン　$C_6H_6N_2O_2$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　112～116℃

4－ニトロアニリン　$C_6H_4NO_2NH_2$　黄色～帯黄赤色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　147～150℃

貯法　遮光した気密容器．

***p*－ニトロアニリン**　4－ニトロアニリン　を見よ．

4－ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液　4－ニトロアニリン0.3gを，10mol/L塩酸試液100mLに溶かした液90mLに，亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)10mLを加え，よく混和する．用時製する．

***p*－ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液**　4－ニトロアニ

リン・亜硝酸ナトリウム試液　を見よ．

ニトロエタン　$C_2H_5NO_2$

密度〈2.56〉　1.048～1.053g/cm^3(20℃)

水分〈2.48〉　本品1g中，水分は1mg以下である．

4－ニトロ塩化ベンジル　$O_2NC_6H_4CH_2Cl$　うすい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)にやや溶けやすい．

融点〈2.60〉　71～73℃

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，硝酸銀4gを水10mLに溶かした液にエタノール(95)を加えて100mLとした液15mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で1時間加熱する．冷後，ガラスろ過器で沈殿をろ取し，水で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥し，質量を量り，塩化銀(AgCl：143.32)の量とする．

4－ニトロ塩化ベンジル($C_7H_6ClNO_2$)の量(mg)
　＝塩化銀(AgCl)の量(mg)×1.1972

***p*－ニトロ塩化ベンジル**　4－ニトロ塩化ベンジル　を見よ．

4－ニトロ塩化ベンゾイル　$O_2NC_6H_4COCl$　淡黄色の結晶である．

融点〈2.60〉　70～74℃

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，過量の硝酸銀・エタノール試液を加え，還流冷却器を付け，1時間煮沸する．冷後，沈殿をろ過し，水洗した後，105℃で恒量になるまで乾燥し，その質量を量り，1.107を乗じて，4－ニトロ塩化ベンゾイル($C_7H_4ClNO_3$)の量とする．

***p*－ニトロ塩化ベンゾイル**　4－ニトロ塩化ベンゾイル　を見よ．

1－ニトロソ－2－ナフトール　$C_{10}H_7NO_2$　黄褐色～赤褐色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　106～110℃

貯法　遮光した気密容器．

α－ニトロソ－β－ナフトール　1－ニトロソ－2－ナフトール　を見よ．

1－ニトロソ－2－ナフトール試液　1－ニトロソ－2－ナフトール60mgを酢酸(100)80mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

α－ニトロソ－β－ナフトール試液　1－ニトロソ－2－ナフトール試液　を見よ．

1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－ジスルホン酸二ナトリウム　$C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数3400cm^{-1}，1639cm^{-1}，1451cm^{-1}，1270cm^{-1}，1231cm^{-1}，1173cm^{-1}，1049cm^{-1}，848cm^{-1}及び662cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法　遮光した気密容器．

2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド　$C_{12}H_{15}NO_8$　白色の結晶性の粉末で，においはない．水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　193～194℃

純度試験　溶状　本品　0.1gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(0.5g，105℃，2時間)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，この液20mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度Aを測定する．

2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシドの量(mg)

$$= \frac{A}{133} \times 25000$$

***o*－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド**　2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド　を見よ．

3－ニトロフェノール　$C_6H_5NO_3$　淡黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　96～99℃

4－ニトロフェノール　$C_6H_5NO_3$　[K 8721，*p*－ニトロフェノール，特級]

ニトロプルシドナトリウム　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物　を見よ．

ニトロプルシドナトリウム試液　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液　を見よ．

4－(4－ニトロベンジル)ピリジン　$C_{12}H_{10}N_2O_2$　微黄色の結晶性の粉末で，アセトンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

融点〈2.60〉　69～71℃

2－ニトロベンズアルデヒド　$O_2NC_6H_4CHO$　微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　42～44℃

***o*－ニトロベンズアルデヒド**　2－ニトロベンズアルデヒド　を見よ．

ニトロベンゼン　$C_6H_5NO_2$　[K 8723，特級]

4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液　4－ニトロアニリン1.1gを塩酸1.5mLに溶かし，水1.5mLを加え，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム0.5gを水5mLに溶かした液を加える．用時製する．

4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　4－ニトロアニリン0.4gを1mol/L塩酸試液60mLに溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液をヨウ化カリウムデンプン紙が青色を呈するまで加える．用時製する．

***p*－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液**　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液　を見よ．

***p*－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用**　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　を見よ．

4－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート　$O_2NC_6H_4N_2BF_4$　淡黄白色の粉末で，においはほとんどない．希塩酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(95)又はクロロホルムに極めて溶けにくい．融点：約148℃(分解)．

確認試験　本品の水溶液(1→1000)10mLにフェノール溶液(1→1000)1mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，シリカゲル，2時間)．

***p*－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート**　4－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート　を見よ．

ニトロメタン　CH_3NO_2　[K 9523，特級]

2倍濃厚乳糖ブイヨン　乳糖ブイヨン，2倍濃厚　を見よ．

ニフェジピン　$C_{17}H_{18}N_2O_6$　[医薬品各条]

乳酸　$CH_3CH(OH)COOH$　[K 8726，特級]

乳酸試液　乳酸12.0gを水に溶かし，100mLとする．

乳製カゼイン　カゼイン，乳製　を見よ．

乳糖　乳糖一水和物　を見よ．

乳糖一水和物　$C_{12}H_{22}O_{11}$・H_2O　[医薬品各条，「乳糖水和物」]

α－乳糖・β－乳糖混合物(1：1)　乳糖一水和物及び無水乳糖の3：5の混合物を用いる．

乳糖基質試液　糖質6.0gをpH4.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100mLとする．

乳糖基質試液，ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用　乳糖6.0gを，あらかじめ水で10倍に希釈したpH4.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100mLとする．

乳糖ブイヨン　普通ブイヨンに乳糖一水和物を0.5%の割合に加えた後，培地1000mLに対し，ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液約12mLを加える．次に発酵管に約10mLずつ分注し，蒸気がまを用いて100℃で15～30分間，1日1回，3日間，間けつ滅菌するか，又は121℃で20分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行い，速やかに冷水に浸して冷却する．

乳糖ブイヨン，2倍濃厚　水1000mLの代わりに500mLを用いて製した普通ブイヨンに乳糖一水和物を1.0%の割合に加え，以下乳糖ブイヨンの製法に従って製する．

乳糖ブイヨン，3倍濃厚　水1000mLの代わりに330mLを用いて製した普通ブイヨンに乳糖一水和物を1.5%の割合に加え，以下乳糖ブイヨンの製法に従って製する．ただし，発酵管には25mLずつ分注する．

ニュートラルレッド　$C_{15}H_{17}N_4Cl$　わずかに金属光沢のある暗緑色の粉末又は塊である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3310cm^{-1}，3160cm^{-1}，1621cm^{-1}，1503cm^{-1}，1323cm^{-1}，1199cm^{-1}，及び732cm^{-1}付近に吸収を認める．

ニュートラルレッド試液　ニュートラルレッド0.1gを酢酸(100)に溶かし，100mLとする．

尿素　H_2NCONH_2　[K 8731，特級]

二硫化炭素　CS_2　[K 8732，特級]　火気を避け，冷暗所で密栓して保存する．

二硫酸カリウム　$K_2S_2O_7$　[K 8783，特級]

ニンヒドリン　$C_9H_6O_4$　[K 8870，特級]

ニンヒドリン試液　ニンヒドリン0.2gを水に溶かし，10mLとする．用時製する．

ニンヒドリン・アスコルビン酸試液　ニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液　を見よ．

ニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液　ニンヒドリン0.25g及びL－アスコルビン酸10mgを水に溶かし，50mLとする．用時製する．

ニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液　クエン酸一水和物21.0gを水に溶かし，200mLとした液に，水酸化ナトリウム試液を加えてpH5.6±0.2に調整した後，水を加えて500mLとし，更に塩化スズ(Ⅱ)二水和物1.3gを加えて溶かす．この液50mLにニンヒドリンの2－メトキシエタノール溶液(1→25)50mLを加える．用時製する．

ニンヒドリン・塩化第一スズ試液　ニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液　を見よ．

ニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液　クエン酸一水和物70gを水500mLに溶かし，酢酸(100)58mL，水酸化ナトリウム溶液(21→50)70mL及び水を加えて1000mLとする．この液100mLにニンヒドリン0.2gを溶かす．

ニンヒドリン・酢酸試液　ニンヒドリン1.0gをエタノール(95)50mLに溶かし，酢酸(100)10mLを加える．

0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液　ニンヒドリン2gに水飽和1－ブタノールを加えて1000mLとする．

ニンヒドリン・ブタノール試液　ニンヒドリン0.3gを1－ブタノール100mLに溶かし，酢酸(100)3mLを加える．

ニンヒドリン・硫酸試液　ニンヒドリン0.1gを硫酸100mLに溶かす．用時製する．

ネオカルチノスタチン　$C_{511}H_{768}N_{132}O_{179}S_4$　本品は白色～微黄白色の粉末である．

確認試験　本品の水溶液(1→3000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長270～275nmに吸収の極大を示し，波長288～292nm及び330～360nmに吸収の肩を示す．

純度試験　本品10mgを移動相に溶かし，50mLとし，試料溶液とする．試料溶液0.25mLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりネオカルチノスタチンの量を求めるとき，90.0%以上である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：プレカラムとして内径7.5mm，長さ75mmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．また，分離用カラムとして内径7.5mm，長さ60cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんし，連結する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.78g及び無水リン酸水素二ナトリウム5.52gを水に溶かし，1000mLとする．

流量：ネオカルチノスタチンの保持時間が約21分になるように調整する．

面積測定範囲：ネオカルチノスタチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液0.25mLにつき，上記の条件で操作するとき，ネオカルチノスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：試料溶液0.25mLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ネオカルチノスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　10.0%以下(10mg，電量滴定法)．

ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物　ネオカルチノスタチンとスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルが2：3の割合でアミド結合したもの．平均分子量約28400．本品は微黄色の粉末である．

確認試験　本品4mgをとり，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，10mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長266～270nmに吸収の極大を示し，波長257～262nm，286～291nm及び318～348nmに吸収の肩を示す．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(268nm)：13.0～17.5(脱水物に換算したもの4mg，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，10mL)．

純度試験　「ジノスタチンスチマラマー」の純度試験(3)を準用する．ただし，(iii)標準溶液は用いず，(iv)試料溶液，(v)操作法及び(vii)測定は次のとおりとする．

(iv)　試料溶液　本品3.0mgを，試料用緩衝液に溶かし，10mLとする．

(v)　操作法　ゲルを電気泳動装置に取り付ける．上部電極槽(陰極)に溶液F200mL及びブロモフェノールブルー溶液(1→100000)2mLの混合液を加え，下部電極槽(陽極)に溶液F300mLを加える．試料溶液100μLを正確に量り，ゲルの上部に静かに重層した後，室温で泳動する．ブロモフェノールブルーの帯が濃縮ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり2mAの電流を通じ，分離ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり4mAの電流を通じる．ブロモフェールブルーの帯が分離ゲル上端から5cmに達したとき，泳動を終了させる．

(vii)　測定　デンシトメーターを用いて波長600nmにおける吸光度よりネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物のピーク面積A_T及びそれ以外のピークの合計面積Aを測定し，次式によりネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量を求めるとき，90.0%以上である．

ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量(%)

$$= A_T / (A_T + A) \times 100$$

水分〈2.48〉　12.0%以下(10mg，電量滴定法)．

濃クロモトロープ酸試液　クロモトロープ酸試液，濃　を見よ．

濃クロモトロプ酸試液　クロモトロープ酸試液，濃　を見よ．

濃厚乳糖ブイヨン，2倍　乳糖ブイヨン，2倍濃厚　を見よ．

濃厚乳糖ブイヨン，3倍　乳糖ブイヨン，3倍濃厚　を見よ．

濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液　ジアゾベンゼンスルホン酸試液，濃　を見よ．

濃縮ゲル，セルモロイキン用　pH6.8の0.5mol/Lトリス緩衝液中でアクリルアミド濃度5.2%及びラウリル硫酸ナトリウム濃度0.1%となるように過硫酸アンモニウム及び*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミンを用いて調製する．

濃ヨウ化カリウム試液　ヨウ化カリウム試液，濃　を見よ．

ノダケニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{24}O_9$　白色の粉末である．水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．融点：約220℃(分解)．

確認試験　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長333～337nmに吸収の極大を示す．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋50～＋68°(5mg，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール3mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，「ゼンコ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

1－ノナンスルホン酸ナトリウム　$CH_3(CH_2)_8SO_3Na$　白色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　30～32%(0.5g)．

ノニル酸バニリルアミド　$C_{17}H_{27}NO_3$　白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，「トウガラシ」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりカプサイシンの保持時間の2倍まで試験を行う．試料溶液のノニル酸バニリルアミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のノニル酸バニリルアミドのピーク面積より大きくない．

ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

バイカリン，薄層クロマトグラフィー用　バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{18}O_{11}・H_2O$　淡黄色の粉末で，においはない．メタノールに極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約206℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液10μLにつき，「オウゴン」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

ハイドロサルファイトナトリウム　亜ジチオン酸ナトリウム　を見よ．

培養液，セルモロイキン用　RPMI－1640粉末培地を規定量とり，水を加えて溶かし，緩衝剤として0.025mol/Lになるよう*N*－2－ヒドロキシエチルピペラジン－*N′*－2－エタンスルホン酸を添加する．この液1000mL当たり，ストレプトマイシン0.1g(力価)，ベンジルペニシリンカリウム100000単位に対応する量及び炭酸水素ナトリウム2gを溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.1～7.2に調整した後，ろ過滅菌する．この液に，56℃で30分間加温したウシ胎児血清を20vol%相当量になるよう加える．

薄層クロマトグラフィー用アサリニン　アサリニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ　アストラガロシドⅣ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ　アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アトロピン硫酸塩水和物　アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アミグダリン　アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用2－アミノ－5－クロロベンゾフェノン　2－アミノ－5－クロロベンゾフェノン，薄層クロマ

トグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アリソールA　アリソールA，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アルブチン　アルブチン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アレコリン臭化水素酸塩　アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用イカリイン　イカリイン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用イソプロメタジン塩酸塩　イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ

薄層クロマトグラフィー用イミダゾール　イミダゾール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム　スキサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン　ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン　イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩酸1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン　1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用オウゴニン　オウゴニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用オストール　オストール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用カプサイシン　(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－カプサイシン　(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール　[6]－ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRg_1　ギンセノシドRg_1，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸　グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール　4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム　グルコン酸カルシウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム水和物　グルコン酸カルシウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸　(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－クロロゲン酸　(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(2－クロロフェニル)－ジフェニルメタノール　(2－クロロフェニル)－ジフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－ケイ皮酸　(*E*)－ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド　ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸　ケノデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド　ゲンチオピクロシド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ゴシツ　ゴシツ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用コプチシン塩化物　コプチシン塩化物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用コール酸　コール酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンa　サイコサポニンa，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2　サイコサポニンb_2，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シザンドリン　シザンドリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩　ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン　1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩　1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル　2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン　アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコポラミン　スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム　ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用[6]－ショーガオール　[6]－ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド　(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド　(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用スウェルチアマリン　スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用スキサメトニウム塩化物水和物　ス

キサメトニウム塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用スコポラミン臭化水素酸塩水和物　スコポラミン臭化水素酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用セサミン　セサミン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用センノシドA　センノシドA，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用ダクロニウム臭化物　ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ　チクセツサポニンⅣ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール　トリフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ナリンギン　ナリンギン二水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物　ナリンギン二水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ノダケニン　ノダケニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用バイカリン　バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用バイカリン一水和物　バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用バルバロイン　バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

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

薄層クロマトグラフィー用3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液　3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ヒペロシド　ヒペロシド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用フェルラ酸シクロアルテニル　フェルラ酸シクロアルテニル，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用プエラリン　プエラリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用フマル酸　フマル酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(±)－プラエルプトリンA　(±)－プラエルプトリンA，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ペオニフロリン　ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ペオノール　ペオノール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン　ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン　ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ベルベリン塩化物水和物　ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用マグノロール　マグノロール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン　ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用2－メチル－5－ニトロイミダゾール　2－メチル－5－ニトロイミダゾール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用3－*O*－メチルメチルドパ　3－*O*－メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

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

薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム　リオチロニンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リクイリチン　リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用(*Z*)－リグスチリド　(*Z*)－リグスチリド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リトコール酸　リトコール酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リモニン　リモニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン　アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リンコフィリン　リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ルテオリン　ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レイン　レイン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン　レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム　レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム水和物　レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ロガニン　ロガニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸　ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

白糖　$C_{12}H_{22}O_{11}$　[医薬品各条，「精製白糖」]

バクモンドウ　[医薬品各条]

馬血清　ウマから血液を採血してフラスコにとり，血液を凝固させ，血清が分離するまで放置する．分離した血清はガラス容器に入れ，－20℃で凍結保存する．

バソプレシン　$C_{46}H_{65}N_{15}O_{12}S_2$　白色の粉末である．

構成アミノ酸　「オキシトシン」の構成アミノ酸の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの構成するアミノ酸のグリシンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は0.9～1.1，グルタミン酸は0.9～1.1，プロリンは0.9～1.1，チロシンは0.8～1.1，フェニルアラニンは0.9～1.1，アルギニンは0.9～1.1及びシスチンは0.8～1.1で，他のアミノ酸は，それぞれ0.03以下である．

発煙硝酸　硝酸，発煙　を見よ．

発煙硫酸　硫酸，発煙　を見よ．

ハッカ　[医薬品各条]

ハッカ油　[医薬品各条]

発色試液，テセロイキン用　0.2mmol/L3,3′,5,5′－テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物を含むpH3.8の0.2mol/Lクエン酸緩衝液10mLに，薄めた過酸化水素(30)(1→20)0.1mLを混和し，直ちに用いる．

発色性合成基質　*N*－ベンゾイル－L－イソロイシル－L－グルタミル－グリシル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリド・塩酸塩と*N*－ベンゾイル－L－イソロイシル－γ－メトキシグルタミル－グリシル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリド・塩酸塩の等量混合物である．白色～微黄色の塊又は粉末で，水に溶けにくい．

確認試験　本品の水溶液(1→30000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長316nm付近に吸収の極大を示す．

純度試験　遊離4－ニトロアニリン　0.5%以下．

乾燥減量〈*2.41*〉　5%以下　(0.2g，減圧(0.3kPa)，塩化カルシウム，30～40℃，18時間)．

含量　表示量の95～105%．

ハートインフュージョンカンテン培地　生化学用に製造したもの．

バナジン酸アンモニウム　バナジン(V)酸アンモニウム　を見よ．

バナジン(V)酸アンモニウム　NH_4VO_3　[K 8747，特級]

バニリン　$C_6H_3CHO(OCH_3)(OH)$　白色～淡黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

融点〈*2.60*〉　80.5～83.5℃

貯法　遮光した気密容器．

バニリン・塩酸試液　バニリン5mgをエタノール(95)0.5mLに溶かし，水0.5mL及び塩酸3mLを加える．用時製する．

バニリン・硫酸試液　硫酸75mLを氷冷したエタノール(95)25mLに注意しながら加える．冷後，バニリン1gを加えて溶かす．用時製する．

バニリン・硫酸・エタノール試液　バニリン3gをエタノール(99.5)に溶かし，100mLとした液に，硫酸0.5mLを加える．

バニリン・硫酸・エタノール試液，噴霧用　バニリン3gをエタノール(99.5)30mLに溶かし，希硫酸100mLを加える．

ハヌス試液　臭化ヨウ素(Ⅱ)20gを酢酸(100)1000mLに溶かす．

貯法　遮光した共栓瓶に入れ，冷所に保存する．

パパベリン塩酸塩　$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$　[医薬品各条]

パパベリン塩酸塩，定量用　$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$　[医薬品各条，「パパベリン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，パパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

バメタン硫酸塩　$(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$　[医薬品各条]

パラアミノサリチル酸カルシウム水和物，定量用　$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条，「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，パラアミノサリチル酸カルシウム($C_7H_5CaNO_3$)99.0%以上を含むもの]

純度試験　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長210nm，220nm，230nm及び240nmにおける吸光度はそれぞれ0.35以下，0.15以下，0.05以下及び0.03以下である．

パラオキシ安息香酸　$C_7H_6O_3$　白色の結晶である．

融点〈*2.60*〉　212～216℃

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.7gを精密に量り，アセトン50mLに溶かし，水100mLを加え，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝69.06mg $C_7H_6O_3$

パラオキシ安息香酸イソアミル　$C_{12}H_{16}O_3$　白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．アセトニトリル，エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　62～64℃

パラオキシ安息香酸イソブチル　$C_{11}H_{14}O_3$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　75～77℃

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

含量　99.0%以上．　**定量法**　「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝194.2mg $C_{11}H_{14}O_3$

パラオキシ安息香酸イソプロピル　$C_{10}H_{12}O_3$　無色の微細な結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　84～86℃

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

含量　99.0%以上．　**定量法**　「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝180.2mg $C_{10}H_{12}O_3$

パラオキシ安息香酸エチル　$HOC_6H_4COOC_2H_5$　[医薬品各条]

パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル　$C_{15}H_{22}O_3$　本品は微黄色澄明の粘稠な液体である．本品はエタノール(99.5)と混和する．本品は水にほとんど溶けない．

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

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝250.3mg $C_{15}H_{22}O_3$

パラオキシ安息香酸ブチル　$HOC_6H_4COOCH_2CH_2CH_2CH_3$　[医薬品各条]

パラオキシ安息香酸プロピル　$HOC_6H_4COOCH_2CH_2CH_3$　[医薬品各条]

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

融点〈*2.60*〉　49～53℃

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

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

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

融点〈*2.60*〉　45～50℃

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

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

パラオキシ安息香酸ベンジル　$HOC_6H_4COOCH_2C_6H_5$　白色の微細な結晶又は結晶性の粉末で，においはない．本品はエタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　109～112℃

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

含量　99.0%以上．　**定量法**　「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝228.2mg $C_{14}H_{12}O_3$

パラオキシ安息香酸メチル　$HOC_6H_4COOCH_3$　[医薬品各条]

パラフィン　[医薬品各条]

パラフィン，流動　[医薬品各条，「軽質流動パラフィン」]

***H*－D－バリル－L－ロイシル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド二塩酸塩**　$C_{23}H_{38}N_8O_5$・2HCl　白色～微黄色の粉末又は塊で，水にやや溶けにくい．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(316nm)：214～236(10mg，水，500mL)．

L－バリン　$C_5H_{11}NO_2$　[医薬品各条]

L－バリン，定量用　$C_5H_{11}NO_2$　[医薬品各条，「L－バリン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－バリン($C_5H_{11}NO_2$)99.0%以上を含むもの]

バルサム　顕微鏡用カナダバルサム．用時，キシレンで適当な濃度に薄める．

バルバロイン，成分含量測定用　バルバロイン，定量用　を見よ．

バルバロイン，定量用　$C_{21}H_{22}O_9$　バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(360nm)：260～290(10mg，メタノール，500mL)．ただし，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバルバロイン以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のバルバロインのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は「アロエ」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300nm)

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)20μLから得たバルバロインのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)20μLから得たバルバロインのピーク高さがフルスケールの約20%となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルバロインの保持時間の約3倍の範囲

バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_9$　淡黄色の結晶性の粉末で，メタノールに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　148℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液20μLにつき，「アロエ」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

バルビタール　$C_8H_{12}N_2O_3$　[医薬品各条]

バルビタール緩衝液　バルビタールナトリウム15gを水700mLに溶かし，希塩酸を加えてpH7.6とした後，ろ過する．

バルビタールナトリウム　$C_8H_{11}N_2NaO_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは9.9～10.3である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

含量　98.5%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水20mLに溶かし，エタノール(95)5mL及び希塩酸10mLを加え，クロロホルム50mLで抽出する．更にクロロホルム25mLで3回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水5mLずつで2回洗い，洗液はクロロホルム10mLずつで2回抽出し，前後のクロロホルム抽出液を合わせ，三角フラスコ中にろ過する．ろ紙をクロロホルム5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール(95)10mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレ

イン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝20.62mg $C_8H_{11}N_2NaO_3$

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

パルマチン塩化物　$C_{21}H_{22}ClNO_4 \cdot xH_2O$　黄褐色の結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品1mgを量り，メタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液20μLにつき，「オウバク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりベルベリンの保持時間の2倍まで試験を行う．試料溶液のパルマチン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の1／10より大きくない．

パルミチン酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_{16}H_{32}O_2$　[K 8756，パルミチン酸，特級]

バレイショデンプン　[医薬品各条]

バレイショデンプン試液　バレイショデンプン1gをとり，以下デンプン試液に準じて製する．

バレイショデンプン試液，でんぷん消化力試験用　あらかじめ，バレイショデンプン約1gを精密に量り，105℃で2時間乾燥し，その減量を測定する．その乾燥物1.000gに対応するバレイショデンプンを正確に量り，三角フラスコに入れ，水20mLを加え，よく振り混ぜながら，徐々に水酸化ナトリウム溶液(2→25)5mLを加えてのり状とする．次に水浴中で振り混ぜながら3分間加熱した後，水25mLを加え，冷後，2mol/L塩酸試液で正確に中和し，pH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLを加え，水を加えて正確に100mLとする．用時製する．

ハロペリドール，定量用　$C_{21}H_{23}ClFNO_2$　[医薬品各条，「ハロペリドール」]

パンクレアチン用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，パンクレアチン用　を見よ．

α－BHC(α－ヘキサクロロシクロヘキサン)　$C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉　157～159℃

純度試験　類縁物質　本品10mgを生薬純度試験用アセトン5mLに溶かし，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のα－BHC以外のピークの合計面積は標準溶液(1)のα－BHCのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の純度試験(2)の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)1μLから得たα－BHCのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)1μLから得たα－BHCのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からα－BHCの保持時間の約2倍の範囲

β－BHC(β－ヘキサクロロシクロヘキサン)　$C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉　308～310℃

純度試験　類縁物質　α－BHCの純度試験を準用する．ただし，標準溶液(1)は，試料溶液2mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとなるように調製する．

γ－BHC(γ－ヘキサクロロシクロヘキサン)　$C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉　112～114℃

純度試験　類縁物質　α－BHCの純度試験を準用する．

δ－BHC(δ－ヘキサクロロシクロヘキサン)　$C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉　137～140℃

純度試験　類縁物質　α－BHCの純度試験を準用する．ただし，標準溶液(1)は，試料溶液5mLを正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に100mLとなるように調製する．

pH測定用水酸化カルシウム　水酸化カルシウム，pH測定用　を見よ．

pH測定用炭酸水素ナトリウム　炭酸水素ナトリウム，pH測定用　を見よ．

pH測定用炭酸ナトリウム　炭酸ナトリウム，pH測定用　を見よ．

pH測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物　二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH測定用　を見よ．

pH測定用フタル酸水素カリウム　フタル酸水素カリウム，pH測定用　を見よ．

pH測定用ホウ酸ナトリウム　四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH測定用　を見よ．

pH測定用無水リン酸一水素ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，pH測定用　を見よ．

pH測定用四シュウ酸カリウム　二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH測定用　を見よ．

pH測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物　四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH測定用　を見よ．

pH測定用リン酸水素二ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，pH測定用　を見よ．

pH測定用リン酸二水素カリウム　リン酸二水素カリウム，pH測定用　を見よ．

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

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

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

20mL，100mm).

融点〈2.60〉　198～205℃

純度試験　類縁物質　本品20mgをメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

B型赤血球浮遊液　B型のヒト血液から赤血球を分離し，生理食塩液を加えて赤血球濃度が1vol%となるように調製する．

ピクリン酸　2,4,6－トリニトロフェノール　を見よ．

ピクリン酸試液　2,4,6－トリニトロフェノール試液　を見よ．

ピクリン酸試液，アルカリ性　2,4,6－トリニトロフェノール試液，アルカリ性　を見よ．

ピクリン酸・エタノール試液　2,4,6－トリニトロフェノール・エタノール試液　を見よ．

BGLB　ペプトン10g及び乳糖一水和物10gを水500mLに溶かし，これに新鮮な牛胆汁200mL又は乾燥牛胆汁粉末20gを水200mLに溶かしてpHを7.0～7.5に調整した液を加え，水を加えて975mLとし，更にpHを7.4に調整する．次にブリリアントグリン溶液(1→1000)13.3mL及び水を加えて全量を1000mLとし，脱脂綿を用いてろ過し，発酵管に10mLずつ分注し，121℃で20分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行った後に急冷するか，又は100℃で30分間，1日1回，3日間，間けつ滅菌する．

非水滴定用アセトン　アセトン，非水滴定用　を見よ．

非水滴定用酢酸　酢酸，非水滴定用　を見よ．

非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液　酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用　を見よ．

非水滴定用酢酸第二水銀試液　酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用　を見よ．

非水滴定用氷酢酸　酢酸，非水滴定用　を見よ．

4,4′－ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン　$[(C_2H_5)_2NC_6H_4]_2CO$　淡黄色の結晶である．

含量　98%以上．　**定量法**　本品0.25gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.22mg $C_{21}H_{28}N_2O$

L－ヒスチジン　$C_6H_9N_3O_2$　[医薬品各条]

L－ヒスチジン塩酸塩一水和物　$C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$　[K 9050，特級]

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

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

純度試験　類縁物質

(1)　本品4mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

(2)　本品1.0mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のビスデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のビスデメトキシクルクミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ウコン」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：可視吸光光度計(測定波長：422nm)

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

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の定量法のシステム適合性を準用する．

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

ビス(1,1－トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン　$C_{10}H_5F_6IO_4$　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

ビストリメチルシリルアセトアミド　$CH_3CON[Si(CH_3)_3]_2$　無色の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.414～1.418

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.825～0.835

沸点〈2.57〉　71～73℃

***N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミド**　$C_{16}H_{20}I_3N_3O_8$　白色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1)　本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

(2)　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3390cm^{-1}，3230cm^{-1}，2880cm^{-1}，1637cm^{-1}，1540cm^{-1}，1356cm^{-1}及び1053cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試

験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の*N,N'*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミド以外のピークの合計面積は，標準溶液の*N,N'*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及び面積測定範囲は「イオパミドール」の純度試験(6)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「イオパミドール」の純度試験(6)のシステム適合性を準用する．

ビス－(1－フェニル－3－メチル－5－ピラゾロン)　$C_{20}H_{18}N_4O_2$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，鉱酸又は水酸化アルカリには溶けるが，水，アンモニア試液及び有機溶媒には溶けない．融点：300℃以上．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下．

窒素含量〈*1.08*〉　15.5～16.5%

ビスマス酸ナトリウム　三酸化ナトリウムビスマス　を見よ．

ビソプロロールフマル酸塩，定量用　$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$　[医薬品各条，「ビソプロロールフマル酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]99.0%以上を含み，「ビソプロロールフマル酸塩」の純度試験(2)を行うとき，試料溶液のビソプロロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のビソプロロールのピーク面積の1／5より大きくないもの]

必要な場合には，次の精製法により精製する．

精製法　「ビソプロロールフマル酸塩」2gを酢酸エチル200mLに加温して溶かし，活性炭0.5gを加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．ろ液を氷水中で時々振り混ぜながら2時間放置する．析出した結晶をガラスろ過器(G3)を用いてろ取する．得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥する．

ヒ素分析用亜鉛　亜鉛，ヒ素分析用　を見よ．

ビタミンA定量用2－プロパノール　2－プロパノール，ビタミンA定量用　を見よ．

ヒトインスリン　[医薬品各条，ヒトインスリン(遺伝子組み換え)]

ヒトインスリンデスアミド体含有試液　ヒトインスリン1.5mgを0.01mol/L塩酸試液1mLに溶かし，25℃で3日間以上放置し，「ヒトインスリン(遺伝子組換え)」の純度試験(1)類縁物質の条件で操作するとき，約5%のデスアミド体を含む溶液．

ヒトインスリン二量体含有試液　ヒトインスリンを25℃で10日以上放置し，その4mgを0.01mol/L塩酸試液1mLに溶かした溶液．

ヒト血清アルブミン，定量用　白色～淡黄色の粉末．アルブミン含量は99%以上である．下記の水分測定法により脱水物に換算する．

水分〈*2.48*〉：(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．ただし，脱水溶剤には，水分測定用ピリジン／水分測定用エチレングリコール混液(5：1)を用いる．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液　性腺刺激ホルモン試液，ヒト絨毛性　を見よ．

ヒト正常血漿　ヒトの正常血漿1mLに相当する量のヒト正常血漿乾燥粉末を水1mLに溶かす．調製した液は2～10℃に保存し，1週間以内に使用する．

ヒト正常血漿乾燥粉末　健康なヒトから得た正常な血漿を凍結乾燥したもの．

ヒト由来アンチトロンビンⅢ　健康なヒトの正常な血漿から得たセリンプロテアーゼ阻害因子で，トロンビン及び活性化血液凝固Ⅹ因子の活性を阻害するたん白質である．たん白質1mg当たり300単位以上を含む．ただし，ヘパリン存在下，25℃でトロンビン1単位を阻害する量を1単位とする．

ヒドラジン一水和物　$H_2NNH_2 \cdot H_2O$　無色の液体で，特異なにおいがある．

ヒドララジン塩酸塩　$C_8H_8N_4 \cdot HCl$　[医薬品各条]

ヒドララジン塩酸塩，定量用　$C_8H_8N_4 \cdot HCl$　[医薬品各条，「ヒドララジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

***m*－ヒドロキシアセトフェノン**　$C_8H_8O_2$　白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　約96℃

純度試験　類縁物質　本品のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)10μLにつき，「セファレキシン」の定量法を準用し，試験を行うとき，セファレキシンの定量の妨害となるピークを認めない．

***p*－ヒドロキシアセトフェノン**　$C_8H_8O_2$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールに溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　107～111℃

純度試験　本品1mgを量り，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液20μLにつき，「シャクヤク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の*p*－ヒドロキシアセトフェノン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積より大きくない．

3－ヒドロキシ安息香酸　HOC_6H_4COOH　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により吸収スペクトルの測定を行うとき，波数3300cm^{-1}，1690cm^{-1}，1600cm^{-1}，1307cm^{-1}，1232cm^{-1}及び760cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　203～206℃

純度試験　溶状　本品1.0gをメタノール20mLに溶かすとき，液は澄明である．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.2gを精密に量り，薄めたエタノール(95)(1→2)20mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クレゾールレッド試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が暗いだいだい赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝13.81mg $C_7H_6O_3$

4－ヒドロキシイソフタル酸　$HOC_6H_3(COOH)_2$　白色の結晶又は粉末である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.14gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝9.107mg $C_8H_6O_5$

***N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル**　$C_8H_9N_3O_4$　白色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数3270cm^{-1}，1653cm^{-1}，1546cm^{-1}及び1283cm^{-1}付近に吸収を認める．

1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール　$C_3H_6N_4OS$　白色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉　136～141℃

純度試験　類縁物質　本品0.10gを水1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／メタノール／ギ酸混液(60：10：7：6)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長：254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

***N*－2－ヒドロキシエチルピペラジン－*N*′－2－エタンスルホン酸**　$C_8H_{18}N_2O_4S$　白色の結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品11.9gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約1gを精密に量り，水約60mLに溶かし，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝119.2mg $C_8H_{18}N_2O_4S$

***d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(*p*－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩**　*d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩　を見よ．

***d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩**　$C_{20}H_{24}N_2O_3S$・HCl　ジルチアゼム塩酸塩9gにエタノール(99.5)50mLを加え，80℃に加熱して溶かす．この液に水酸化カリウムのエタノール(99.5)溶液(33→500)50mLを徐々に滴加し，4時間かき混ぜながら加熱する．氷冷後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物をエタノール(99.5)に溶かし，塩酸のエタノール(99.5)溶液(59→250)を徐々に加えて酸性とし，ろ過する．ろ液にジエチルエーテルを徐々に加え，得られた結晶をろ取する．これにエタノール(99.5)を加え，加熱して溶かし，活性炭0.5gを加え，放置した後，ろ過する．ろ液を氷・メタノール浴で冷却した後，得られた結晶をろ取し，無水ジエチルエーテルで洗う．更にエタノール(99.5)を加え，加熱して溶かす．冷却した後，得られた結晶をろ取し，減圧で乾燥する．白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

純度試験　本品50mgをとり，クロロホルムに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／クロロホルム／水／酢酸(100)混液(12：10：3：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

水分〈2.48〉　1.0%以下(0.5g)．

含量　換算した脱水物に対し，99.0%以上．　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，ギ酸2.0mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.89mg $C_{20}H_{24}N_2O_3S$・HCl

10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，成分含量測定用　10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用　を見よ．

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

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸以外のピークの合計面積は，標準溶液の10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ローヤルゼリー」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸の保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ローヤルゼリー」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得た10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積が，標準溶液の10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

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

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

融点〈2.60〉　63～66℃

純度試験　類縁物質　本品5.0mgにジエチルエーテル1mLを

正確に加えて溶かした液20μLにつき，「ローヤルゼリー」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

2－ヒドロキシ－1－(2－ヒドロキシ－4－スルホ－1－ナフチルアゾ)－3－ナフトエ酸　$C_{21}H_{14}N_2O_7S$　[K 8776，特級]

***N*－(3－ヒドロキシフェニル)アセトアミド**　$C_8H_9NO_2$　白色～微黄白色の結晶である．エタノール(95)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点〈2.60〉　146～149℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品0.1gを水1000mLに溶かす．この液10mLを正確に量り，アセトニトリル6.5mL及び水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，「アスポキシシリン水和物」の定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，溶媒及び*N*－(3－ヒドロキシフェニル)アセトアミド以外のピークを認めない．

3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸　$C_9H_{10}O_3$

性状　本品は白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し(減圧，60℃，4時間)，その約0.2gを精密に量り，メタノール5mLに溶かし，更に水45mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液5滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝16.62mg $C_9H_{10}O_3$

2－[4－(2－ヒドロキシメチル)－1－ピペラジニル]プロパンスルホン酸　$C_8H_{18}N_2O_4S$　白色の結晶性の粉末である．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下．

含量　99%以上．

3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸　$C_{10}H_{10}O_4$　白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約230℃(分解)．

確認試験　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長215～219nm，238～242nm，290～294nm及び319～323nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液2μLにつき，「補中益気湯エキス」の確認試験(11)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用　3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸1mg及び(*E*)－フェルラ酸1mgをメタノール2mLに溶かす．

ヒドロキシルアミン試液　塩化ヒドロキシルアンモニウム10gを水20mLに溶かし，エタノール(95)を加えて200mLとする．これにかき混ぜながら0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液150mLを加え，ろ過する．用時製する．

ヒドロキシルアミン試液，アルカリ性　塩化ヒドロキシルアンモニウムのメタノール溶液(7→100)と，水酸化ナトリウムのメタノール溶液(3→25)を等容量混和し，ろ過する．用時製する．

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩　$NH_2OH・HClO_4$　吸湿性のある白色結晶で，水又はエタノール(95)に溶ける．

融点〈2.60〉　87.5～90℃

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩を13.4%含むエタノール(99.5)溶液である．

貯法　気密容器に入れ，冷所に保存する．

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液2.99mLにエタノール(99.5)を加えて100mLとする．

貯法　気密容器に入れ，冷所に保存する．

ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・無水エタノール試液　ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液　を見よ．

ヒドロキソコバラミン酢酸塩　$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P・C_2H_4O_2$　暗赤色の結晶又は粉末である．

乾燥減量〈2.41〉　12%以下(50mg，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，100℃，6時間)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　「ヒドロキソコバラミン酢酸塩」の定量法を準用する．

ヒドロキノン　$C_6H_4(OH)_2$　[K 8738，特級]

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用　$C_{12}H_{15}NO_3・HCl・H_2O$　[医薬品各条，「ヒドロコタルニン塩酸塩水和物」ただし，乾燥したものを定量するとき，ヒドロコタルニン塩酸塩水和物($C_{12}H_{15}NO_3・HCl・H_2O$)99.0%以上を含むもの]

ヒドロコルチゾン　$C_{21}H_{30}O_5$　[医薬品各条]

ヒドロコルチゾン酢酸エステル　$C_{23}H_{32}O_6$　[医薬品各条]

2－ビニルピリジン　C_7H_7N　無色～暗褐色の澄明な液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.546～1.552

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.975～0.982

1－ビニル－2－ピロリドン　C_6H_9NO　澄明の液体である．

純度試験　本品0.5μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により1－ビニル－2－ピロリドンの量を求めるとき，99.0%以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約0.53mm，長さ約30mのガラス製の中空毛管カラムの内壁にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを約1.0μmの厚さに保持したもの．

カラム温度：80℃に1分間維持し，次いで毎分10℃の割合で温度を上昇させ，190℃になったらその温度に20分間維持する．

試料気化室温度：190℃付近の一定温度．

キャリヤーガス：ヘリウム．

流量：1－ビニル－2－ピロリドンの保持時間が約15分になるように調整する．

検出感度：本品0.5μLから得た1－ビニル－2－ピロリドンのピーク高さが，フルスケールの約70%になるように調整する．

面積測定範囲：1－ビニル－2－ピロリドンの保持時間の約2倍の範囲

水分〈*2.48*〉　水分測定用メタノール50mL及びブチロラクトン10mLを乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に，本品約2.5gを精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，試験を行うとき，水分は0.1%以下である．

ヒパコニチン，純度試験用　$C_{33}H_{45}NO_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリルにやや溶けやすく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約175℃(分解).

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3500cm^{-1}，1728cm^{-1}，1712cm^{-1}，1278cm^{-1}，1118cm^{-1}，1099cm^{-1}及び714cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(230nm)：217～252(5mg，エタノール(99.5)，200mL)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品5.0mgをアセトニトリル2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品5.0mgをアセトニトリル5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヒパコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヒパコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(9：1)

流量：ヒパコニチンの保持時間が約23分になるように調整する．

面積測定範囲：ヒパコニチンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たヒパコニチンのピーク面積が標準溶液10μLから得たヒパコニチンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ1mg並びに純度試験用ジェサコニチン8mgをアセトニトリル200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヒパコニチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%　以下(5mg，電量滴定法)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

2,2′－ビピリジル　$C_{10}H_8N_2$　[K 8486，特級]

2－(4－ビフェニリル)プロピオン酸　$C_{15}H_{14}O_2$　淡黄白色の粉末である．

融点〈*2.60*〉　145～148℃

純度試験　本品1mgを水／アセトニトリル混液(11：9)に溶かし，50mLとする．この液20μLにつき，「フルルビプロフェン」の純度試験(3)類縁物質の条件に従い，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約2倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により2－(4－ビフェニリル)プロピオン酸の量を求めるとき98.0%以上である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品をシリカゲルで4時間減圧乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝22.63mg $C_{15}H_{14}O_2$

ピペリジン塩酸塩　$C_5H_{11}N・HCl$　白色の結晶性の粉末で，水又はメタノールに溶ける．本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

融点〈*2.60*〉　247～252℃

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.25gを精密に量り，水50mLに溶かし，薄めた硝酸(1→3)5mLを加えた後，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝12.16mg $C_5H_{11}N・HCl$

ヒペロシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{20}O_{12}$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約220℃(分解).

確認試験　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255～259nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール20mLに溶かした液10μLにつき，「サンザシ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

ヒベンズ酸チペピジン，定量用　チペピジンヒベンズ酸塩，定量用　を見よ．

ヒポキサンチン　$C_5H_4N_4O$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，アンモニア試液にやや溶けやすく，希塩酸又は熱湯にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくく，メタノールにほとんど溶

けない．

純度試験　類縁物質　本品5.0mgをアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→10)に溶かし正確に100mLとした液につき，「メルカプトプリン水和物」の純度試験(4)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.2の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　97.0～103.0%．　**定量法**　本品を105℃で3時間乾燥し，その約0.15gを精密に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液を加えて正確に250mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長250nmにおける吸光度Aを測定する．

$$\text{ヒポキサンチン}(C_5H_4N_4O)\text{の量(mg)} = \frac{A}{779} \times 250000$$

ビホナゾール　$C_{22}H_{18}N_2$　[医薬品各条]

ヒマシ油　[医薬品各条]

氷酢酸　酢酸(100)　を見よ．

氷酢酸，非水滴定用　酢酸，非水滴定用　を見よ．

氷酢酸・硫酸試液　酢酸・硫酸試液　を見よ．

ピラゾール　$C_3H_4N_2$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　67～71℃

1－(2－ピリジルアゾ)－2－ナフトール　$C_{15}H_{11}N_3O$　だいだい黄色又はだいだい赤色の粉末である．

吸光度　本品25mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2.0mLにメタノールを加えて正確に50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長470nmにおける吸光度は0.55以上である．

融点〈2.60〉　137～140℃

純度試験　溶状　本品25mgをメタノール100mLに溶かすとき，液はだいだい黄色澄明である．

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下．

鋭敏度　本品のメタノール溶液(1→4000)0.2mLに水50mL，メタノール30mL及びpH5.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLを加えるとき，液は黄色を呈する．これに塩化銅(Ⅱ)二水和物溶液(1→600)1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，更に薄めた0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液(1→10)1滴を加えるとき，黄色に戻る．

1－(4－ピリジル)ピリジニウム塩化物塩酸塩　$C_{10}H_9ClN_2$・HCl　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　154～156℃

ピリジン　C_5H_5N　[K 8777，特級]

ピリジン，水分測定用　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

ピリジン，無水　C_5H_5N　ピリジン100mLに水酸化ナトリウム10gを加え，24時間放置した後，上澄液を傾斜して取り蒸留する．

ピリジン・ギ酸緩衝液，0.2mol/L，pH3.0　ピリジン15.82gに水900mLを加えてよくかき混ぜ，薄めたギ酸(1→2)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

ピリジン・酢酸試液　ピリジン20mLに薄めた酢酸(100)(1→25)を混和して100mLとする．用時製する．

ピリジン・ピラゾロン試液　3－メチル－1－フェニル－5－ピラゾロン0.1gに水100mLを加え，65～70℃に加温し，よく振り混ぜて溶かした後，30℃以下に冷却する．この液にビス－(1－フェニル－3－メチル－5－ピラゾロン)20mgをピリジン20mLに溶かした液を加えて混和する．用時製する．

ピリドキシン塩酸塩　$C_8H_{11}NO_3$・HCl　[医薬品各条]

ヒルスチン　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

ヒルスチン，定量用　$C_{22}H_{28}N_2O_3$　ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(245nm)：354～389　[脱水物に換算したもの5mg，メタノール／希酢酸混液(7：3)，500mL]．

純度試験　類縁物質　本品5mgをメタノール／希酢酸混液(7：3)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒルスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヒルスチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「チョウトウコウ」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からヒルスチンの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「チョウトウコウ」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たヒルスチンのピーク面積が，標準溶液のヒルスチンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で6回繰り返すとき，ヒルスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}N_2O_3$　白色～淡橙色の結晶又は粉末である．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約105℃

確認試験　本品のメタノール／希酢酸混液(7：3)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長287～291nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値約0.55の主スポット以外のスポットを認めない．

ピロアンチモン酸カリウム　ヘキサヒドロキソアンチモン(V)

酸カリウム四水和物　を見よ．

ピロアンチモン酸カリウム試液　ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液　を見よ．

ピロガロール　$C_6H_3(OH)_3$　[K 8780，特級]

L－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩　$C_{19}H_{26}N_8O_6 \cdot HCl$　白色～淡黄色の粉末で，水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすい．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(316nm)：242～268(2mg，水，100mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{25}_{D}$：－51～－56°　[0.1g，薄めた酢酸(100)(1→2)，10mL，100mm]．

純度試験　類縁物質　本品50mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(15：12：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

L－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩試液　L－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩25mg及びD－マンニトール40mgを水2～3mLに溶かし，凍結乾燥する．これを水16.7mLに溶かす．用時，この液1容に水9容を加える．

ピロ硫酸カリウム　二硫酸カリウム　を見よ．

ピロリン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH9.0　ピロリン酸カリウム0.83gを水40mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpHを9.0に調整し，水を加えて50mLとする．使用前に温度を22±2℃にする．

ピロリン酸塩緩衝液，pH9.0　ピロリン酸カリウム3.3g，ジチオスレイトール15mg及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物40mgを水70mLに溶かし，クエン酸一水和物溶液(21→100)を加えてpHを正確に9.0に調整し，水を加えて100mLとする．

ピロリン酸カリウム　$K_4O_7P_2$　白色の結晶性粉末で，水に極めて溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　1109℃

ピロール　C_4H_5N　無色透明の液体で，特異なにおいがある．エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶け，水にほとんど溶けない．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.965～0.975

ビンクリスチン硫酸塩　$C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$　[医薬品各条]

ビンブラスチン硫酸塩　$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$　[医薬品各条]

ファモチジン，定量用　$C_8H_{15}N_7O_2S_3$　[医薬品各条，「ファモチジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)99.0%以上を含み，純度試験(3)により試験を行うとき，類縁物質の総量が0.4%以下のもの]

フィトナジオン　$C_{31}H_{46}O_2$　[医薬品各条]

フィブリノーゲン　ヒト又はウシの血液からエタノール又は硫酸アンモニウム分画沈殿法などを用いて製する．本品はクエン酸塩，シュウ酸塩，塩化ナトリウムを含んでいてもよい．白色無晶形である．本品10mgに生理食塩液1mLを加え37℃に加温するとき，わずかに混濁して溶け，この液にトロンビン1単位を加えるとき凝固する．

ブイヨン，普通　普通ブイヨン　を見よ．

フェナセチン　$C_{10}H_{13}NO_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　134～137℃

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

***o*－フェナントロリン**　1,10－フェナントロリン一水和物　を見よ．

1,10－フェナントロリン一水和物　$C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$　[K 8789，特級]

1,10－フェナントロリン試液　1,10－フェナントロリン一水和物0.15gに新たに製した硫酸鉄(Ⅱ)七水和物溶液(37→2500)10mL及び希硫酸1mLを加えて溶かす．密栓して保存する．

***o*－フェナントロリン試液**　1,10－フェナントロリン試液　を見よ．

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

純度試験　類縁物質　本品25mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフェニトイン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフェニトインのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

移動相：pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェニトインの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

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

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

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

フェニルアラニン　L－フェニルアラニン　を見よ．

L－フェニルアラニン　$C_9H_{11}NO_2$　[医薬品各条]

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

D－フェニルグリシン　$C_8H_9NO_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に溶けにくい．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

含量　98.5%以上.　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝15.12mg $C_8H_9NO_2$

25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

フェニルヒドラジン　$C_6H_5NHNH_2$　無色～淡黄色の澄明な液体で，わずかに芳香がある.

含量　99.0%以上.　**定量法**　本品約1gを精密に量り，薄めた塩酸(1→100)30mLを加え，水を加えて正確に100mLとする. この液20mLを共栓三角フラスコに正確に量り，薄めた塩酸(3→4)40mLを加えて冷後，0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定〈2.50〉する. ただし，滴定の終点は，クロロホルム5mLを加えて強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，クロロホルム層の紅色が消えるときとする. 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL
＝5.407mg $C_6H_5NHNH_2$

1－フェニルピペラジン一塩酸塩　$C_{10}H_{14}N_2$・HCl　白色の粉末である. 融点：約247℃(分解).

フェニルフルオロン　$C_{19}H_{12}O_5$　[K 9547，特級]

フェニルフルオロン・エタノール試液　フェニルフルオロン50mgをとり，エタノール(95)適量及び薄めた塩酸(1→3)10mLを加えて溶かし，更にエタノール(95)を加えて正確に500mLとする.

35%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

50%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

65%フェニル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

1－フェニル－3－メチル－5－ピラゾロン　3－メチル－1－フェニル－5－ピラゾロン　を見よ.

50%フェニル－50%メチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

***o*－フェニレンジアミン**　$H_2NC_6H_4NH_2$　白色～暗褐色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水にやや溶けやすい.

含量　95.0%以上.　**定量法**　本品約0.15gを精密に量り，非水滴定用酢酸50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.81mg $H_2NC_6H_4NH_2$

***o*－フェニレンジアミン二塩酸塩**　$H_2NC_6H_4NH_2$・2HCl　白色～微黄色又は微紅色の結晶又は結晶性の粉末である.

純度試験　溶状　本品1gを水20mLに溶かすとき，液は透明である.

含量　98.0%以上.　**定量法**　本品0.15gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝9.053mg $H_2NC_6H_4NH_2$・2HCl

フェネチルアミン塩酸塩　$C_6H_5CH_2CH_2NH_2$・HCl　白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点〈2.60〉　220～225℃

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

フェノール　C_6H_5OH　[K 8798，特級]

フェノール，定量用　C_6H_5OH　[K 8798，フェノール，特級]

フェノール・ニトロプルシドナトリウム試液　フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液　を見よ.

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液　フェノール5g及びペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物25mgを水に溶かし，500mLとする. 冷暗所に保存する.

フェノール塩酸試液　フェノール0.2gを6mol/L塩酸試液10mLに溶かす.

***p*－フェノールスルホン酸ナトリウム**　*p*－フェノールスルホン酸ナトリウム二水和物　を見よ.

***p*－フェノールスルホン酸ナトリウム二水和物**　$C_6H_5O_4NaS$・$2H_2O$　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある.

確認試験

(1)　本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する.

(2)　本品の水溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nm及び276～280nmに吸収の極大を示す.

純度試験　溶状　本品1.0gを水25mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

含量　90.0%以上.　**定量法**　本品約0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，カラム(150～300μmのカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)20mLを内径約1cm，高さ約30cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，流出する. 次に水を用いて洗液が酸性を示さなくなるまでカラムを洗う. 洗液は先の流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液5滴). 別に本品0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝23.22mg $C_6H_5O_4NaS$・$2H_2O$

フェノールスルホンフタレイン，定量用　$C_{19}H_{14}O_5S$　[医薬品各条，「フェノールスルホンフタレイン」ただし，乾燥したものを定量するとき，フェノールスルホンフタレイン($C_{19}H_{14}O_5S$)99.0%以上を含むもの]

フェノールフタレイン　$C_{20}H_{14}O_4$　[K 8799，特級]

フェノールフタレイン試液　フェノールフタレイン1gをエタノール(95)100mLに溶かす.

フェノールフタレイン・チモールブルー試液　A液：フェノー

ルフタレイン0.1gを薄めたエタノール(4→5)100mLに溶かす．
B液：チモールブルー0.1gをエタノール(95)／希水酸化ナトリウム試液混液(250：11)50mLに溶かし，水を加えて100mLとする．用時A液2容量，B液3容量を混ぜる．

フェノールレッド　$C_{19}H_{14}O_5S$　[K 8800，特級]

フェノールレッド試液　フェノールレッド0.1gをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

フェノールレッド試液，希　硝酸アンモニウム溶液(1→9400)235mLに2mol/L水酸化ナトリウム試液105mL及び酢酸(100)24gに水を加えて200mLとした液135mLを加える．この液に，フェノールレッド33mgを2mol/L水酸化ナトリウム試液1.5mLに溶かした後に水を加えて100mLとした液25mLを加える．必要ならばpH4.7に調整する．

プエラリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{20}O_9$　白色の結晶性の粉末である．メタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約188℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノールに溶かし，正確に1mLとした液2μLにつき，「カッコン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

フェリシアン化カリウム　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム　を見よ．

フェリシアン化カリウム試液　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液　を見よ．

フェリシアン化カリウム試液，アルカリ性　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，アルカリ性　を見よ．

フェーリング試液

銅液：硫酸銅(Ⅱ)五水和物34.66gを水に溶かし，500mLとする．共栓瓶にほとんど全満して保存する．

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸ナトリウムカリウム四水和物173g及び水酸化ナトリウム50gを水に溶かし，500mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．用時，両液の等容量を混和する．

フェーリング試液，でんぷん消化力試験用

銅液：硫酸銅(Ⅱ)五水和物34.660gを正確に量り，水に溶かし，正確に500mLとする．共栓瓶にほとんど全満して保存する．

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸ナトリウムカリウム四水和物173g及び水酸化ナトリウム50gを水に溶かし，正確に500mLとする．ポリエチレン瓶に保存する．

用時，両液の等容量を正確に量り，混和する．

(*E*)－フェルラ酸　$C_{10}H_{10}O_4$　白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：173～176℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長215～219nm，231～235nm及び318～322nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール1mLに溶かした液2μLにつき，「補中益気湯エキス」の確認試験(11)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない．

フェルラ酸シクロアルテニル，薄層クロマトグラフィー用　$C_{40}H_{58}O_4$　白色～淡褐色の結晶性の粉末又は粉末である．アセトンにやや溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，水又はメタノールにほとんど溶けない．融点：約155℃

確認試験

（1）　本品のヘプタン溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229～233nm，289～293nm及び313～317nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2940cm^{-1}，1691cm^{-1}，1511cm^{-1}及び1270cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品2.0mgをアセトン2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを，「コウベイ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

フェロシアン化カリウム　ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム三水和物　を見よ．

フェロシアン化カリウム試液　ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液　を見よ．

フォリン試液　タングステン(Ⅵ)酸ナトリウム二水和物20g，モリブデン(Ⅵ)酸二ナトリウム二水和物5g及び水約140mLに，薄めたリン酸(17→20)10mL及び塩酸20mLを加え，還流冷却器を付け，10時間穏やかに煮沸する．硫酸リチウム一水和物30g及び水10mLを加え，臭素をごく少量加えて濃緑色の液を黄色とし，冷却器を付けず15分間煮沸して過量の臭素を除く．冷後，水を加えて200mLとし，ガラスろ過器でろ過し，塵が混入しないようにして保存する．この液を原液とし，用時水を加えて薄める．

フォリン試液，希　フォリン試液を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉し(指示薬：フェノールフタレイン試液)，酸濃度を求める．酸濃度が1mol/Lとなるようにフォリン試液に水を加えて調製する．

フクシン　光沢のある緑色の結晶性粉末または塊で，水又はエタノール(95)に溶けにくい．

乾燥減量〈*2.41*〉　17.5～20.0%(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

フクシン試液，脱色　脱色フクシン試液　を見よ．

フクシン・エタノール試液　フクシン11gをエタノール(95)100mLに溶かす．

フクシン亜硫酸試液　フクシン0.2gを温湯120mLに溶かし，放冷後，無水亜硫酸ナトリウム2gを水20mLに溶かした液及び塩酸2mLを加え，更に水を加えて200mLとする．少なくとも1時間放置する．用時製する．

ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液，純度試験用　本品はブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)1000mL中ブシジエステルアルカロイドとして純度試験用アコニチン10mg，純度試験用ジェサコニチン10mg，純度試験用ヒパコニチン30mg及び純度試験用メサコニチン20mgを含む．この液20μLにつき，検出器の測定波長を231nmとして，「ブシ」の純度試験の試験条件を準用して試験を行うとき，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサ

コニチンの各ピークを認め，各ピーク高さの比はほぼ10：1：35：30である．また，同様に検出器の測定波長を254nmとして，試験を行うとき，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め，各ピーク高さの比はほぼ2：8：7：6である．

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

ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用　定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩(別途水分を測定しておく)約20mg，定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩(別途水分を測定しておく)約10mg及び定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩(別途水分を測定しておく)約20mgを精密に量り，ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)に溶かし，正確に1000mLとする．この液20μLにつき定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の純度試験を準用し，試験を行うとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピークを認め，各ピーク面積の比はほぼ2：1：2である．

ブシ用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，ブシ用　を見よ．

ブシラミン　$C_7H_{13}NO_3S_2$　[医薬品各条]

ブシラミン，定量用　$C_7H_{13}NO_3S_2$　[医薬品各条，「ブシラミン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品60mgを水／メタノール混液(1：1)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「ブシラミン」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき，試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない．

プソイドエフェドリン塩酸塩　$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，無水酢酸にほとんど溶けない．融点：182～186℃

純度試験　類縁物質　本品1mgを薄めたメタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「葛根湯エキス」の定量法(1)を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりエフェドリンの保持時間の2倍まで試験を行う．試料溶液のプソイドエフェドリン以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の1／10より大きくない．

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

確認試験　本品0.1gをねじ口試験管に入れ，水酸化ナトリウム溶液(3→25)1mLを加えて振り混ぜる．120℃の油浴中で4時間加熱した後，微温とし，3mol/L塩酸試液2mL及び酢酸エチル2mLを加え，50℃で30分間振り混ぜ，酢酸エチル層を分取して試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸10mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

1－ブタノール　$CH_3(CH_2)_2CH_2OH$　[K 8810，特級]

2－ブタノール　$CH_3CH_2CH(OH)CH_3$　[K 8812，特級]

***n*－ブタノール**　1－ブタノール　を見よ．

ブタノール，イソ　2－メチル－1－プロパノール　を見よ．

ブタノール，第二　2－ブタノール　を見よ．

ブタノール，第三　*t*－ブチルアルコール　を見よ．

1－ブタノール，アンモニア飽和　1－ブタノール試液，アンモニア飽和　を見よ．

1－ブタノール試液，アンモニア飽和　1－ブタノール100mLに薄めたアンモニア水(28)(1→100)60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，静置する．上層液を用いる．

2－ブタノン　$CH_3COC_2H_5$　[K 8900，特級]

***o*－フタルアルデヒド**　$C_6H_4(CHO)_2$　本品は淡黄色～黄色の結晶である．

含量　99%以上．　**定量法**　本品1gをエタノール(95)10mLに溶かす．この液2μLにつき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたガスクロマトグラムにつき，自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$含量(\%)=\frac{o\text{－フタルアルデヒドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}}\times 100$$

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを酸及びシラン処理した177～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：180℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約50mLの一定量で*o*－フタルアルデヒドの保持時間が3～4分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後から*o*－フタルアルデヒドの保持時間の7倍まで測定する．

フタルイミド　$C_8H_5NO_2$　白色～微褐色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉　232～237℃

純度試験　溶状　本品1.0gは水酸化ナトリウム試液20mLにわずかに混濁して溶ける．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，0.1mol/Lナトリウムメトキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液1mL＝14.71mg $C_8H_5NO_2$

フタル酸　$C_8H_6O_4$　無色～白色の結晶性粉末である．メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，水に溶けにくく，

クロロホルムにほとんど溶けない．融点：約200℃(分解).

含量　98％以上．　**定量法**　本品約2.8gを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，更に水25mLを加え，加熱板上で加温して溶かす．冷後フェノールフタレイン試液5滴を加え，0.5mol/L硫酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝83.07mg $C_8H_6O_4$

フタル酸ジエチル　$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$　無色の澄明な液である．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.500～1.505

純度試験　類縁物質　本品1mLをとり，テトラー*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物の水／アセトニトリル／メタノール混液(137：80：23)溶液(2→625)を加えて100mLとする．この液6mLをとり，テトラー*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物の水／アセトニトリル／メタノール混液(137：80：23)溶液(2→625)を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，「セフェタメトピボキシル塩酸塩」の定量法を準用して試験を行うとき，溶媒及び本品のピーク以外のピークを認めない．

フタル酸ジシクロヘキシル　$C_6H_4(COOC_6H_{11})_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　63～66℃

純度試験　溶状　本品1.0gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

フタル酸ジノニル　$C_6H_4(COOC_9H_{19})_2$　無色～微黄色の澄明な液である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.967～0.987

酸価〈*1.13*〉　2以下．

フタル酸ジフェニル　$C_6H_4(COOC_6H_5)_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　71～76℃

純度試験　類縁物質　本品60mgをクロロホルム50mLに溶かし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「トルナフタート液」の定量法を準用し，試験を行うとき，保持時間約8分の主ピーク及び溶媒によるピーク以外のピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液10μLから得たフタル酸ジフェニルのピーク高さがフルスケールの50～100％になるように調整し，ピーク測定範囲は溶媒ピークの後からフタル酸ジフェニルの保持時間の約2倍の範囲とする．

フタル酸ジ－*n*－ブチル　$C_6H_4(COOC_4H_9)_2$　無色澄明の液体である．

純度試験　類縁物質　本品0.5gをとり，メタノール50mLに溶かし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「ニカルジピン塩酸塩注射液」の定量法を準用し，試験を行う．この液のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率によりフタル酸ジ－*n*－ブチルの純度を求めるとき，98.0％以上であり，ニカルジピンと同じ位置にピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液10μLから得たフタル酸ジ－*n*－ブチルのピークの高さがフルスケールの50～100％になるように調整し，ピーク面積測定範囲は溶媒のピークの後からフタル酸ジ－*n*－ブチルの保持時間の約2倍の範囲とする．

フタル酸ジメチル　$C_{16}H_{22}O_4$　無色澄明の液体で，わずかに芳香がある．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.491～1.493

純度試験　本品のイソオクタン溶液(1→100)6.0mLをとり，*n*－アミルアルコールのヘキサン溶液(3→1000)を加えて50mLとした液10μLにつき，「エルゴカルシフェロール」又は「コレカルシフェロール」の定量法を準用して試験を行うとき，主ピーク以外にピークを認めない．

フタル酸水素カリウム　$C_6H_4(COOK)(COOH)$　[K 8809，特級]

フタル酸水素カリウム(標準試薬)　$C_6H_4(COOK)(COOH)$　[K 8005，容量分析用標準物質]

フタル酸水素カリウム，pH測定用　$C_6H_4(COOK)(COOH)$　[K 8809，pH標準液用]

フタル酸水素カリウム緩衝液，0.3mol/L，pH4.6　フタル酸水素カリウム61.26gを水約800mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を用いてpH4.6に調整した後，水を加えて1000mLとする．

フタル酸水素カリウム緩衝液，pH3.5　緩衝液用0.2mol/Lフタル酸水素カリウム試液50mLに0.2mol/L塩酸7.97mL及び水を加えて200mLとする．

フタル酸水素カリウム緩衝液，pH4.6　緩衝液用0.2mol/Lフタル酸水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液12.0mL及び水を加えて200mLとする．

フタル酸水素カリウム緩衝液，pH5.6　緩衝液用0.2mol/Lフタル酸水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液39.7mL及び水を加えて200mLとする．

フタル酸水素カリウム試液，0.2mol/L，緩衝液用　pH測定用フタル酸水素カリウム40.843gを水に溶かし，正確に1000mLとする．

フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)　$C_6H_4[COOC_6H_8(CH_3)_3]_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　91～94℃

フタレインパープル　$C_{32}H_{32}N_2O_{12}\cdot xH_2O$　黄白色～褐色の粉末で，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

感度試験　本品10mgをアンモニア水(28)1mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液5mLに，水95mL，アンモニア水(28)4mL，エタノール(95)50mL及び薄めた塩化バリウム試液(1→5)0.1mLを加えるとき，液は青紫色となる．この液に0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.15mLを加えるとき，液は無色となる．

***n*－ブチルアミン**　$CH_3CH_2CH_2CH_2NH_2$　無色の液で，アミンようの特異なにおいがある．水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．水溶液はアルカリ性で，空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.740～0.747

蒸留試験〈*2.57*〉　76.5～79℃，96vol％以上．

***t*－ブチルアルコール**　$(CH_3)_3COH$　結晶性の固体で，特異なにおいがある．常温を超えると無色の液体となる．

比重　d_{20}^{20}：約0.78，沸点：約83℃，融点：約25℃

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行うとき，波数3370cm^{-1}，2970cm^{-1}，1471cm^{-1}，1202cm^{-1}，1022cm^{-1}，913cm^{-1}及び749cm^{-1}付近に吸収を認める．

***n*－ブチルボロン酸**　$C_4H_{11}BO_2$　白色の薄片である．

融点〈2.60〉　90～92℃

***tert*－ブチルメチルエーテル**　$(CH_3)_3COCH_3$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.3689

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.7404

ブチロラクトン　$C_4H_6O_2$　無色～ほとんど無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉　d_4^{25}：1.128～1.135

沸点〈2.57〉　198～208℃

普通カンテン培地　普通ブイヨン1000mLにカンテン25～30gを加え，加熱して溶かす．蒸発した水を補い，pHを6.4～7.0に調整した後，ろ過し，分注した後，高圧蒸気滅菌する．粉末状のカンテンを用いる場合は15～20gを用いる．

普通カンテン培地，テセロイキン用　肉エキス5.0g，ペプトン10.0g，塩化ナトリウム5.0g，カンテン15.0～20.0gを水に溶かして1000mLとし，滅菌する．pHは6.9～7.1とする．

普通ブイヨン　肉エキス5g及びペプトン10gを水1000mLに加え，穏やかに加温して溶かし，滅菌後のpHが6.4～7.0になるように調整し，冷後，蒸発した水を補い，ろ過する．この液を121℃で30分間高圧蒸気滅菌する．

フッ化水素酸　HF　[K 8819，ふっ化水素酸，特級]　フッ化水素酸(HF)46.0%以上を含むもの．

フッ化ナトリウム　NaF　[K 8821，ふっ化ナトリウム，特級]

フッ化ナトリウム(標準試薬)　NaF　[K 8005，ふっ化ナトリウム，容量分析用標準物質]

フッ化ナトリウム試液　フッ化ナトリウム0.5gを0.1mol/L塩酸試液100mLに溶かす．用時製する．

ブテナフィン塩酸塩，定量用　$C_{23}H_{27}N \cdot HCl$　[医薬品各条，「ブテナフィン塩酸塩」]

ブドウ糖　$C_6H_{12}O_6$　[医薬品各条]

ブドウ糖試液　ブドウ糖30gを水に溶かし，100mLとする．注射剤の製法により製する．

ブドウ糖・ペプトン培地，無菌試験用　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　を見よ．

***N*－*t*－ブトキシカルボニル－L－グルタミン酸－α－フェニルエステル**　$C_{16}H_{21}NO_6$　白色の粉末である．

融点〈2.60〉　95～104℃

純度試験　類縁物質　本品10mgを希エタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した3枚の薄層板にそれぞれスポットする．次に1枚目はクロロホルム／酢酸エチル／酢酸(100)混液(25：25：1)，2枚目はベンゼン／ジオキサン／酢酸(100)混液(95：25：4)，3枚目はクロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(45：4：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これらに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

ブファリン，成分含量測定用　ブファリン，定量用　を見よ．

ブファリン，定量用　$C_{24}H_{34}O_4 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E_{1cm}^{1\%}$(300nm)：143～153(10mg，メタノール，250mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品40mgをクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／アセトン／クロロホルム混液(4：3：3)を展開溶媒として約14cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧し，100℃で2～3分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりブファリンの量を求める．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：ブファリンの保持時間が約6分になるように調整する．

カラムの選定：本品，定量用シノブファギン及び定量用レジブフォゲニン10mgずつをメタノールに溶かして200mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．この溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)20μLから得たブファリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)20μLから得たブファリンのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブファリンの保持時間の約2倍の範囲

ブホルミン塩酸塩，定量用　$C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$　[医薬品各条，「ブホルミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)99.5%以上を含むもの]

フマル酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_4H_4O_4$　白色の結晶性の粉末で，においはなく，特異な酸味を有する．

純度試験　「クレマスチンフマル酸塩」の確認試験(5)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.8の主スポット以外のスポットを認めない．

フマル酸ビソプロロール，定量用　ビソプロロールフマル酸塩，

定量用　を見よ．

浮遊培養用培地　塩化ナトリウム6.000g，塩化カリウム0.400g，無水リン酸二水素ナトリウム0.677g，硝酸カルシウム四水和物0.100g，硫酸マグネシウム七水和物0.100g，ブドウ糖2.000g，コハク酸ナトリウム六水和物0.164g，コハク酸46mg，L－アルギニン塩酸塩0.240g，L－アスパラギン一水和物56.8mg，L－アスパラギン酸20mg，L－システイン塩酸塩一水和物72.9mg，L－グルタミン酸20mg，グルタチオン1mg，グリシン10mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物20.3mg，L－ヒドロキシプロリン20mg，L－イソロイシン50mg，L－リシン塩酸塩40mg，メチオニン15mg，L－トレオニン20mg，L－トリプトファン5mg，L－バリン20mg，L－ロイシン50mg，L－フェニルアラニン15mg，L－プロリン20mg，L－セリン30mg，L－チロシン20mg，D－ビオチン(結晶)0.2mg，パントテン酸カルシウム0.25mg，塩化コリン3mg，*i*－イノシトール35mg，4－アミノ安息香酸1mg，シアノコバラミン5μg，葉酸1mg，ニコチン酸アミド1mg，リボフラビン0.2mg，チアミン塩酸塩1mg，塩酸ピリドキシン1mg及びフェノールレッド5mgを水に溶かし，硫酸カナマイシン溶液(3→50)1mLを加えた後，水を加えて1000mLとし，121℃で15分間，高圧蒸気滅菌する．冷後，L－グルタミン溶液(3→100)10mL及び7%炭酸水素ナトリウム注射液20mLを加えて混和する．4℃で保存する．

(±)－プラエルプトリンA，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_7$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長320～324nmに吸収の極大を示す．

融点〈*2.60*〉　152～156℃

純度試験　類縁物質　本品2mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，「ゼンコ」の確認試験(1)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

ブラジキニン　$C_{50}H_{73}N_{15}O_{11}$　白色の粉末で，水又は酢酸(31)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－80～－90°(15mg，水，5mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品2.0mgに水0.2mLを加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを，薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(31)混液(15：12：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，60℃で薄層板を乾燥する．これにニンヒドリンの1－ブタノール溶液(1→1000)を均等に噴霧した後，60℃で30～60分間加熱するとき，ブラジキニンに由来する主スポット以外のスポットを認めない．

プラゼパム，定量用　$C_{19}H_{17}ClN_2O$　[医薬品各条，「プラゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，プラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$)99.0%以上を含むもの]

プラバスタチンナトリウム　$C_{23}H_{35}NaO_7$　[医薬品各条]

ブリリアントグリン　$C_{27}H_{34}N_2O_4S$　微細な光沢ある黄色の結晶で，水又はエタノール(95)に溶ける．極大吸収波長623nm.

フルオシノロンアセトニド　$C_{24}H_{30}F_2O_6$　[医薬品各条]

フルオレセイン　$C_{20}H_{12}O_5$　帯黄赤色の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1597cm^{-1}，1466cm^{-1}，1389cm^{-1}，1317cm^{-1}，1264cm^{-1}，1247cm^{-1}，1213cm^{-1}，1114cm^{-1}及び849cm^{-1}付近に吸収を認める．

フルオレセインナトリウム　$C_{20}H_{10}Na_2O_5$　[医薬品各条]

フルオレセインナトリウム試液　フルオレセインナトリウム0.2gを水に溶かし，100mLとする．

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

4－フルオロ安息香酸　$C_7H_5FO_2$　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1684cm^{-1}，1606cm^{-1}及び1231cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　182～188℃

1－フルオロ－2,4－ジニトロベンゼン　$C_6H_3(NO_2)_2F$　淡黄色の液体又は結晶性の塊である．融点：約25℃

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行うとき，波数3110cm^{-1}，1617cm^{-1}，1538cm^{-1}，1345cm^{-1}，1262cm^{-1}及び743cm^{-1}付近に吸収を認める．

貯法　遮光した気密容器．

7－フルオロ－4－ニトロベンゾ－2－オキサ－1,3－ジアゾール　$C_6H_2FN_3O_3$　生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

ブルシン　ブルシン*n*水和物　を見よ．

ブルシン二水和物　ブルシン*n*水和物　を見よ．

ブルシン*n*水和物　$C_{23}H_{26}N_2O_4 \cdot nH_2O$　[K 8832，特級]

ブルーテトラゾリウム　$C_{40}H_{32}Cl_2N_8O_2$　淡黄色の結晶で，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水に溶けにくく，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約245℃(分解)．

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$(252nm)：826以上(メタノール)．

ブルーテトラゾリウム試液，アルカリ性　ブルーテトラゾリウムのメタノール溶液(1→200)1容量に，水酸化ナトリウムのメタノール溶液(3→25)3容量を加える．用時製する．

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

フルフラール　$C_5H_4O_2$　無色澄明の液体である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.160～1.165

蒸留試験〈*2.57*〉　160～163℃，95vol%以上．

フルラゼパム，定量用　$C_{21}H_{23}ClFN_3O$　[医薬品各条，「フルラゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，フルラゼパム($C_{21}H_{23}ClFN_3O$)99.3%以上を含むもの]

プルラナーゼ　*Klebsiella pneumoniae*　から得たもので，白色の結晶である．本品1mgは30単位以上を含む．ただし，本品の1単位はプルランを基質にして，pH5.0，30℃で1分間に1μmolのマルトトリオースを生成する酵素量とする．

プルラナーゼ試液　プルラナーゼを水に溶かし，その活性を1mL当たり10単位とする．

フレカイニド酢酸塩　$C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$　[医薬品各条]

フレカイニド酢酸塩，定量用　$C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$　[医薬品各条，「フレカイニド酢酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$)99.0%以上を含み，純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，試料溶液の標準溶液から得たスポットに対応する位置にスポットを認めない．また，純度試験(4)を準用し，試験を行うとき，試料溶液のフレカイニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレカイニドのピーク面積より大きくない．]

プレドニゾロン　$C_{21}H_{28}O_5$　[医薬品各条]

プレドニゾロン酢酸エステル　$C_{23}H_{30}O_6$　[医薬品各条]

プレドニゾン　$C_{21}H_{26}O_5$　白色の結晶性の粉末で，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋167～＋175°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間)．

含量　96.0～104.0%．　**定量法**　本品を乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，238nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

$$\text{プレドニゾン}(C_{21}H_{26}O_5)\text{の量(mg)} = \frac{A}{440} \times 20000$$

フロイント完全アジュバント　鉱物油85容にアラセルA 15容の混合物10mLに結核菌*Corynebacterium butyricum*のミコバクテリアの加熱死菌5mgを浮遊させたもの．

プロカイン塩酸塩　$C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$　[医薬品各条]

プロカイン塩酸塩，定量用　プロカイン塩酸塩　を見よ．

プロカインアミド塩酸塩　$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$　[医薬品各条]

プロカインアミド塩酸塩，定量用　$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$　[医薬品各条，「プロカインアミド塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

プロカテロール塩酸塩水和物　$C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$　[医薬品各条]

プロゲステロン　$C_{21}H_{30}O_2$　[医薬品各条]

プロスタグランジンA_1　$C_{20}H_{32}O_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末．エタノール(95)又は酢酸エチルに極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

純度試験　類縁物質　本品5mgをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロスタグランジンA_1以外のピークの合計面積は標準溶液のプロスタグランジンA_1のピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は「アルプロスタジルアルファデクス」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液10μLから得たプロスタグランジンA_1のピーク高さがフルスケールの5～10%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロスタグランジンA_1の保持時間の約2倍の範囲

ブロッキング剤　ウシ由来の乳たん白質を主成分とした粉末．免疫研究用．

ブロック緩衝液　ブロッキング剤4gを水100mLに溶かし，pH7.4の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液100 mLを加える．

V8プロテアーゼ　*Staphylococus aureus*株から得たプロテアーゼ．pH7.8，37℃において1分間に1μmolの*N*－*t*－ブトキシカルボニル－L－グルタミン酸－α－フェニルエステルを加水分解する酵素量を1単位とするとき，本品1mgは500～1000単位を含む．

V8プロテアーゼ酵素試液　V8プロテアーゼを水に溶かし，1mg/mLとする．冷所に保存し，調製後6日以内に使用する．

1－プロパノール　$CH_3CH_2CH_2OH$　[K 8838，特級]

2－プロパノール　$(CH_3)_2CHOH$　[K 8839，特級]

2－プロパノール，液体クロマトグラフィー用　$(CH_3)_2CHOH$　無色澄明，揮発性の液で特異な臭いがある．水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．沸点：約82℃

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.376～1.378

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.785～0.788

純度試験

（1）　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，吸光度は230nmで0.2以下，250nmで0.03以下，280～400nmで0.01以下である．

（2）　過酸化物　本品20gに，あらかじめ水100mL及び希硫酸25mLを混和した液にヨウ化カリウム溶液(1→10)25mLを加えた液を加える．これを密栓して振り混ぜた後，15分間暗所に放置する．この液を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する(0.0005%以下)．

2－プロパノール，ビタミンA定量用　$(CH_3)_2CHOH$　[K 8839，特級．ただし，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長300nmにおける吸光度は0.05以下，波長320～350nmにおける吸光度は0.01以下である．必要ならば蒸留して精製する]

***n*－プロパノール**　1－プロパノール　を見よ．

プロパノール，イソ　2－プロパノール　を見よ．

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

プロパンテリン臭化物　$C_{23}H_{30}BrNO_3$　[医薬品各条]

プロピオン酸　CH_3CH_2COOH　無色の液体である．

純度試験　溶状　本品1.0gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.998～1.004

蒸留試験〈*2.57*〉　139～143℃，95vol%以上．

プロピオン酸エチル　$CH_3CH_2COOC_2H_5$　無色澄明な液である．

比重〈*2.56*〉　d_{4}^{20}：0.890～0.892

プロピオン酸ジョサマイシン　ジョサマイシンプロピオン酸エステル　を見よ．

プロピオン酸テストステロン　テストステロンプロピオン酸エステル　を見よ．

プロピオン酸ベクロメタゾン　ベクロメタゾンプロピオン酸エステル　を見よ．

プロピルアミン，イソ　$(CH_3)_2CHNH_2$　無色の液で，アミン様の特異なにおいがある．水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.374～1.376

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.685～0.690

蒸留試験〈*2.57*〉　31～33℃，95vol%以上．

プロピルエーテル，イソ　$(CH_3)_2CHOCH(CH_3)_2$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．水と混和しない．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.368～1.369

比重〈*2.56*〉　d_{4}^{20}：0.723～0.725

プロピルチオウラシル，定量用　$C_7H_{10}N_2OS$　[医薬品各条，「プロピルチオウラシル」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)99.0%以上を含むもの]

プロピレングリコール　$CH_3CH(OH)CH_2OH$　[K 8837，特級]

プロプラノロール塩酸塩，定量用　$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl　[医薬品各条，「プロプラノロール塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)99.5%以上を含むもの]

フロプロピオン　$C_9H_{10}O_4$　[医薬品各条]

フロプロピオン，定量用　$C_9H_{10}O_4$　[医薬品各条，「フロプロピオン」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，フロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)99.0%以上を含むもの]

プロベネシド　$C_{13}H_{19}NO_4S$　[医薬品各条]

ブロムクレゾールグリン　ブロモクレゾールグリーン　を見よ．

ブロムクレゾールグリン試液　ブロモクレゾールグリーン試液　を見よ．

ブロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液　ブロモクレゾールグリーン・クリスタルバイオレット試液　を見よ．

ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液　を見よ．

ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液　を見よ．

ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液　ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液　を見よ．

ブロムクレゾールパープル　ブロモクレゾールパープル　を見よ．

ブロムクレゾールパープル試液　ブロモクレゾールパープル試液　を見よ．

ブロムクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液　ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液　を見よ．

ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素カリウム・クエン酸試液　ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液　を見よ．

***N*―ブロムサクシンイミド**　*N*―ブロモスクシンイミド　を見よ．

***N*―ブロムサクシンイミド試液**　*N*―ブロモスクシンイミド試液　を見よ．

ブロムチモールブルー　ブロモチモールブルー　を見よ．

ブロムチモールブルー試液　ブロモチモールブルー試液　を見よ．

ブロムチモールブルー・水酸化ナトリウム試液　ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液　を見よ．

ブロムフェノールブルー　ブロモフェノールブルー　を見よ．

ブロムフェノールブルー試液　ブロモフェノールブルー試液　を見よ．

ブロムフェノールブルー試液，pH7.0　ブロモフェノールブルー試液，pH7.0　を見よ．

ブロムフェノールブルー試液，希　ブロモフェノールブルー試液，希　を見よ．

ブロムフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液　ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液　を見よ．

ブロムワレリル尿素　ブロモバレリル尿素　を見よ．

ブロモクレゾールグリン　ブロモクレゾールグリーン　を見よ．

ブロモクレゾールグリン試液　ブロモクレゾールグリーン試液　を見よ．

ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液　ブロモクレゾールグリーン・クリスタルバイオレット試液　を見よ．

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液　を見よ．

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液　を見よ．

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液　を見よ．

ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液　ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液　を見よ．

ブロモクレゾールグリーン　$C_{21}H_{14}Br_4O_5S$　[K 8840，特級]

ブロモクレゾールグリーン試液　ブロモクレゾールグリーン50mgをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールグリーン・クリスタルバイオレット試液　ブロモクレゾールグリーン0.3g及びクリスタルバイオレット75mgをエタノール(95)2mLに溶かし，アセトンを加えて100mLとする．

ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン0.2gに0.1mol/L水酸化ナトリウム液2.8mLを加え，乳鉢中で研和し，水を加えて200mLとし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液　ブロモクレゾールグリーン50mgに0.1mol/L水酸化ナト

リウム液0.72mL及びエタノール(95)20mLを加えて溶かし，水を加えて100mLとする．

ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液　ブロモクレゾールグリーン0.25gに水15mL及び希水酸化ナトリウム試液5mLを加え，更に少量のpH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加え，振り混ぜながら溶かした後，pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて500mLとする．この液250mLをジクロロメタン100mLずつで2回洗う．必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液　ブロモクレゾールグリーン0.15g及びメチルレッド0.1gをエタノール(99.5)180mLに溶かし，水を加えて200mLとする．

ブロモクレゾールパープル　$C_{21}H_{16}Br_2O_5S$　[K 8841，特級]

ブロモクレゾールパープル試液　ブロモクレゾールパープル50mgをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液　ブロモクレゾールパープル0.4gに希水酸化ナトリウム試液6.3mLを加え，乳鉢中で研和し，水を加えて250mLとし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液　ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液30mLにpH5.3のリン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液30mLを加え，クロロホルム60mLずつで3回洗う．

***N*－ブロモスクシンイミド**　$C_4H_4BrNO_2$　[K 9553，特級]

***N*－ブロモスクシンイミド試液**　*N*－ブロモスクシンイミド1gを水1000mLに溶かす．

ブロモチモールブルー　$C_{27}H_{28}Br_2O_5S$　[K 8842，特級]

ブロモチモールブルー試液　ブロモチモールブルー0.1gを希エタノール100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモチモールブルー・エタノール性水酸化ナトリウム試液　ブロモチモールブルー50mgを薄めた0.2mol/L水酸化ナトリウム試液(1→10)4mLとエタノール(95)20mLに溶かした後，水を加えて100mLとする．

ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液　ブロモチモールブルーを粉末とし，その0.2gに希水酸化ナトリウム試液5mLを加え，更に少量の水を加え，50℃の水浴中で振り混ぜながら溶かした後，水を加えて100mLとする．

ブロモバレリル尿素　$C_6H_{11}BrN_2O_2$　[医薬品各条]

ブロモフェノールブルー　$C_{19}H_{10}Br_4O_5S$　[K 8844，特級]

ブロモフェノールブルー試液　ブロモフェノールブルー0.1gを希エタノール100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモフェノールブルー試液，pH7.0　ブロモフェノールブルー試液10mLにエタノール(95)10mLを加える．この液に薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→10)を加えてpH7.0に調整する．

ブロモフェノールブルー試液，希　ブロモフェノールブルー50mgをエタノール(99.5)100mLに溶かす．用時製する．

0.05%ブロモフェノールブルー試液　ブロモフェノールブルー10mgを水に溶かし，20mLとする．

ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液　ブロモフェノールブルー0.1gをpH4.6のフタル酸水素カリウム緩衝液に溶かし，100mLとする．

L－プロリン　$C_5H_9NO_2$　[K 9107，L(－)－プロリン特級]

フロログルシノール二水和物　$C_6H_3(OH)_3 \cdot 2H_2O$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　215～219℃(乾燥後)．

乾燥減量〈2.41〉　18.0～24.0%(1g，105℃，1時間)．

フロログルシン　フロログルシノール二水和物　を見よ．

フロログルシン二水和物　フロログルシノール二水和物　を見よ．

分子量測定用低分子量ヘパリン　低分子量ヘパリン，分子量測定用　を見よ．

分子量測定用マーカーたん白質　マーカーたん白質，セルモロイキン分子量測定用　を見よ．

分子量マーカー，テセロイキン用　リゾチーム，大豆トリプシンインヒビター，炭酸脱水酵素，卵白アルブミン，ウシ血清アルブミン及びホスホリラーゼbをそれぞれ0.4mgずつ薄めたグリセリン(1→2)200μLに溶かす．

噴霧試液用チモール　チモール，噴霧試液用　を見よ．

噴霧用塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液　塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用塩化*p*－ニトロベンゼンジアゾニウム試液　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液　希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用*p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液　チモール・硫酸・メタノール試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用ドラーゲンドルフ試液　ドラーゲンドルフ試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用*p*－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液　4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　を見よ．

噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液　バニリン・硫酸・エタノール試液，噴霧用　を見よ．

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

分離ゲル，セルモロイキン用　pH8.8のトリス緩衝液中でアクリルアミド濃度13.5%及びラウリル硫酸ナトリウム濃度0.1%となるようペルオキソ二硫酸アンモニウム及び*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミンを用いて調製する．

ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{23}H_{28}O_{11} \cdot xH_2O$　無色の粉末で，においはない．水又はメタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：123～125℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液20μLにつき，「シャクヤク」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

ペオノール，成分含量測定用　ペオノール，定量用　を見よ．

ペオノール，定量用　$C_9H_{10}O_3$　ペオノール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(274nm)：853～934(5mg，メタノール，1000mL)．ただし，デシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で1時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品5.0mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペオノール以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のペオノールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ボタンピ」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)10μLから得たペオノールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)10μLから得たペオノールのピーク高さがフルスケールの約20%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペオノールの保持時間の約3倍の範囲

ペオノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_9H_{10}O_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．融点：約50℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かした液10μLにつき，「ボタンピ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

ベカナマイシン硫酸塩　$C_{18}H_{37}N_5O_{10}$・xH_2SO_4　[医薬品各条]

ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸六水和物　H_2PtCl_6・$6H_2O$　[K 8153，特級]

ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液　ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸六水和物2.6gを水に溶かし，20mLとする(0.125mol/L)．

ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液　ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液3mLに水97mL及びヨウ化カリウム溶液(3→50)100mLを加える．用時製する．

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム三水和物　$K_4Fe(CN)_6$・$3H_2O$　[K 8802，特級]

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液　ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム三水和物1gを水に溶かし，10mLとする．用時製する(0.25mol/L)．

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム　$K_3Fe(CN)_6$　[K 8801，特級]

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム1gを水に溶かし，10mLとする．用時製する(0.3mol/L)．

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，アルカリ性　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム1.65g及び無水炭酸ナトリウム10.6gを水に溶かし，1000mLとする．遮光して保存する．

ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム　$Na_3Co(NO_2)_6$　[K 8347，特級]

ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム試液　ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム10gを水に溶かして50mLとし，必要ならばろ過する．用時製する．

ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム　ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム四水和物　を見よ．

ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム四水和物　$K_2H_2Sb_2O_7$・$4H_2O$　白色の粒又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品1gに水100mLを加え，加温して溶かした液20mLに，塩化ナトリウム試液0.2mLを加えるとき，白い結晶性の沈殿を生じる．なお，沈殿生成を促すため，ガラス棒で試験管の内壁をこする．

ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム試液　ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム2gに水100mLを加え，約5分間煮沸した後，速やかに冷却する．この液に水酸化カリウム溶液(3→20)10mLを加え，1日放置した後，ろ過する．

ヘキサミン　ヘキサメチレンテトラミン　を見よ．

ヘキサメチレンテトラミン　$(CH_2)_6N_4$　[K 8847，特級]

ヘキサメチレンテトラミン試液　ヘキサメチレンテトラミン2.5gを水25mLに溶かす．

ヘキサン　C_6H_{14}　[K 8848，特級]

ヘキサン，液体クロマトグラフィー用　C_6H_{14}　無色澄明の液で，エタノール(95)，クロロホルム，ジエチルエーテル又はベンゼンと混和する．沸点：約69℃

純度試験

（1）　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸光度を測定するとき，波長210nmで0.3以下，250～400nmで0.01以下である．

（2）　過酸化物　あらかじめ水100mL及び希硫酸25mLを混和した液にヨウ化カリウム溶液(1→10)25mL及び本品20gを加える．これを密栓して振り混ぜた後，15分間暗所に放置する．この液をよく振り混ぜながら0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する(0.0005%以下)．

ヘキサン，吸収スペクトル用　C_6H_{14}　[K 8848，ヘキサン，特級]　ただし，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸光度を測定するとき，波長220nmで0.10以下，260nmで0.02以下である．また波長260～350nmにおいて，吸収を認めない．

ヘキサン，生薬純度試験用　C_6H_{14}　[K 8848，ヘキサン，特級]　ただし，ヘキサン300.0mLを量り，減圧，40℃以下で濃縮し，ヘキサンを加えて正確に1mLとし，試料溶液とする．別にγ－BHC2.0mgをヘキサンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に100mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のγ－BHCのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の純度試験(2)の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，ヘキサンを

加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)1μLから得たγ－BHCのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)1μLから得たγ－BHCのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からγ－BHCの保持時間の約3倍の範囲

***n*－ヘキサン，液体クロマトグラフィー用**　ヘキサン，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

***n*－ヘキサン，吸収スペクトル用**　ヘキサン，吸収スペクトル用　を見よ．

1－ヘキサンスルホン酸ナトリウム　$C_6H_{13}NaO_3S$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，2時間)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水25mLに溶かし，カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(246～833μm，H型)15～20mLを内径約11mm，高さ約500mmのクロマトグラフィー管に充てんしたカラムに入れ，1分間5～10mLの速度で流す．次にカラムを水50mLずつで1分間5～10mLの速度で5回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝18.82mg $C_6H_{13}NaO_3S$

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル　$C_{28}H_{37}ClO_7$　[医薬品各条]

ベザフィブラート，定量用　$C_{19}H_{20}ClNO_4$　[医薬品各条，「ベザフィブラート」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)99.0%以上を含むもの]

ヘスペリジン，成分含量測定用　ヘスペリジン，定量用　を見よ．

ヘスペリジン，定量用　$C_{28}H_{34}O_{15}$　ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－100～－120°(5mg，メタノール，50mL，100mm)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品2mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヘスペリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヘスペリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「補中益気湯エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ヘスペリジンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「補中益気湯エキス」の定量法(1)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たヘスペリジンのピーク面積が，標準溶液10μLから得たヘスペリジンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{28}H_{34}O_{15}$　白色～淡褐黄色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約245℃(分解)．

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$(284nm)：310～340(8mg，メタノール，500mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール2mLに溶かした液20μLにつき，「補中益気湯エキス」の確認試験(6)を準用し，試験するとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

ベタヒスチンメシル酸塩　$C_8H_{12}N_2・2CH_4O_3S$　[医薬品各条]

ベタヒスチンメシル酸塩，定量用　$C_8H_{12}N_2・2CH_4O_3S$　[医薬品各条，「ベタヒスチンメシル酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2・2CH_4O_3S$)99.0%以上を含むもの]

ペチジン塩酸塩，定量用　$C_{15}H_{21}NO_2・HCl$　[医薬品各条，「ペチジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ペチジン塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2・HCl$)99.0%以上を含むもの]

ベニジピン塩酸塩　$C_{28}H_{31}N_3O_6・HCl$　[医薬品各条]

ベニジピン塩酸塩，定量用　$C_{28}H_{31}N_3O_6・HCl$　[医薬品各条，「ベニジピン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6・HCl$)99.5%以上を含むもの]

ヘパリンナトリウム　[医薬品各条]

ペプシン，含糖　含糖ペプシン　を見よ．

ヘプタン　$CH_3(CH_2)_5CH_3$　[K 9701，特級]

ヘプタン，液体クロマトグラフィー用　C_7H_{16}　無色澄明の液である．

1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム　$C_7H_{15}NaO_3S$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，3時間)．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(425～600μm，H型)10mLを内径9mm，高さ160mmのクロマトグラフィー管に充てんしたカラムに入れ，1分間約4mLの速度で流す．次にカラムを水150mLを用いて1分間約4mLの速度で洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液10滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝20.23mg $C_7H_{15}NaO_3S$

ペプトン　微生物試験用に製造したもの．

ペプトン，カゼイン製　灰黄色の粉末で，特異なにおいがあるが腐敗臭はない．水に溶けるが，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けない．

乾燥減量〈*2.41*〉　7%以下(0.5g，105℃，恒量)．

強熱残分〈*2.44*〉　15%以下(0.5g)．

消化度　本品1gを水10mLに溶かし，試料溶液とし，次の試

験を行う．

（１）　試料溶液1mLをとり，希エタノール10mLに酢酸(100)1mLを加えた液0.5mLを層積するとき，境界面に輪帯又は沈殿を生じない．また，この液を振り混ぜるとき混濁しない．

（２）　試料溶液1mLに硫酸亜鉛七水和物飽和溶液4mLを加えるとき，少量の沈殿を生じる(プロテオース)．

（３）　(2)の混液をろ過し，ろ液1mLに水3mL及び臭素試液4滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

窒素含量〈*1.08*〉　10%以上(105℃，恒量，乾燥後)．

ペプトン，ゼラチン製　微生物試験用に製造したもの．

ペプトン，ダイズ製　微生物試験用に製造したもの．

ペプトン，肉製　微生物試験用に製造したもの．

ヘペス緩衝液，pH7.5　*N*－2－ヒドロキシエチルピペラジン－*N*′－2－エタンスルホン酸2.38gを水90mLに溶かし，薄めた6mol/L水酸化ナトリウム試液(5→6)を加えてpHを7.5に調整した後，水を加えて100mLとする．

ベヘン酸メチル　$C_{23}H_{46}O_2$　白色のりん片状結晶又は粉末で，におい及び味はない．アセトン，クロロホルム又はジエチルエーテルに溶ける．

融点〈*2.60*〉　54℃

けん化価〈*1.13*〉　155.5～158.5

ヘマトキシリン　$C_{16}H_{14}O_6 \cdot xH_2O$　白色又は淡黄色～帯褐色の結晶又は結晶性の粉末で，温水又はエタノール(95)にやや溶けやすく，冷水に溶けにくい．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

ヘマトキシリン試液　ヘマトキシリン1gをエタノール(99.5)12mLに溶かす．別に硫酸カリウムアルミニウム十二水和物20gを温湯200mLに溶かし，冷後，ろ過する．両液を調製24時間後に合わせ，広口瓶に入れ，開栓のまま8時間放置後，ろ過する．

ベラパミル塩酸塩，定量用　$C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$　[医薬品各条，「ベラパミル塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

ベラプロストナトリウム　$C_{24}H_{29}NaO_5$　[医薬品各条]

ベラプロストナトリウム，定量用　$C_{24}H_{29}NaO_5$　[医薬品各条，「ベラプロストナトリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)99.0%以上を含むもの]

ヘリウム　He　99.995vol%以上．

ペリルアルデヒド，成分含量測定用　ペリルアルデヒド，定量用　を見よ．

ペリルアルデヒド，定量用　ペリルアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(230nm)：850～950(10mg，メタノール，2000mL)．

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール250mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペリルアルデヒド以外のピークの合計面積は，標準溶液のペリルアルデヒドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ソヨウ」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペリルアルデヒドの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ソヨウ」の定量法のシステム適合性を準用する．

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

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

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

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

ペルオキシダーゼ　西洋ワサビから得たもので，赤褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすい．本品1mgは約250単位を含む．ただし，本品の1単位はピロガロールと過酸化水素を基質にして，pH6.0，20℃において20秒に1mgのプルプロガリンを生成する酵素量とする．

ペルオキシダーゼ測定用基質液　過酸化水素(30)0.195mL，リン酸水素二ナトリウム十二水和物8.38g及びクエン酸一水和物1.41gを水に溶かし，300mLとする．用時，この液15mLに*o*－フェニレンジアミン二塩酸塩13mgを溶かす．

ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体Fab′試液　大腸菌由来たん白質基準品(たん白質として約1mg相当量)　1容量とフロイントの完全アジュバント1容量を混合してウサギの背部皮下及び大腿筋肉内へ2週間隔で5回免疫し，最終免疫後10日目に採血し，ウサギ抗血清を得る．大腸菌由来たん白質基準品をアガロースゲルに結合させた固定化大腸菌由来たん白質カラムを調製し，アフィニティーカラムクロマトグラフィーにより精製を行って得たウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体をペプシン消化により$F(ab')_2$とし，更に，2－アミノエタンチオール塩酸塩と反応させてウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体Fab′とする．

一方，西洋ワサビペルオキシダーゼを4－(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸－*N*－ヒドロキシコハク酸イミドエステルと反応させてマレイミド化ペルオキシダーゼとする．ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体Fab′とマレイミド化ペルオキシダーゼを4℃で混合することによりカップリング反応を行い，ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体Fab′を調製する．ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大

腸菌由来たん白質抗体Fab′の一定量をとり，ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を加え，定量性のある良好な検量線が得られる濃度に希釈したもの．

性状　無色澄明の液

確認試験　本品100μLを平底マイクロテストプレートにとり，セルモロイキン用基質緩衝液100μLを加えるとき，直ちに暗紫色を呈し，徐々に黄赤色に変化する．

ペルオキシダーゼ標識抗体原液　ペルオキシダーゼを結合させた抗体フラグメント(Fab′)を含む1w/v%ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液．

ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン　西洋ワサビ由来ペルオキシダーゼを結合したブラジキニンをpH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かした，無色～淡褐色澄明の液である．

ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液　ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン0.08mL，四ホウ酸ナトリウム十水和物8mg，ウシ血清アルブミン8mg及びpH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液0.8mLに水を加えて8mLとした溶液の凍結乾燥品に，水8mLを加えて溶かす．用時製する．

ペルオキソ二硫酸アンモニウム　$(NH_4)_2S_2O_8$　[K 8252，特級]

10%ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液　ペルオキソ二硫酸アンモニウム1gを水に溶かし，10 mLとする．

ペルオキソ二硫酸カリウム　$K_2S_2O_8$　[K 8253，特級]

ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{14}H_{16}O_9 \cdot xH_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール(99.5)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

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

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

ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用　$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$　[医薬品各条，「ペルフェナジンマレイン酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの]

ベルベリン塩化物水和物　$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条]

ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条，「ベルベリン塩化物水和物」ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「オウバク」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.3の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

ベンザルコニウム塩化物　[医薬品各条]

ベンザルフタリド　$C_{15}H_{10}O_2$　本品は黄色の結晶性の粉末である．融点：99～102℃

ベンジルアルコール　$C_6H_5CH_2OH$　無色澄明の液体で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.045～1.050

貯法　遮光した気密容器．

***p*－ベンジルフェノール**　$C_6H_5CH_2C_6H_4OH$　白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　80～85℃

ベンジルペニシリンカリウム　$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$　[医薬品各条]

ベンジルペニシリンベンザチン　ベンジルペニシリンベンザチン水和物　を見よ．

ベンジルペニシリンベンザチン水和物　$(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$　[医薬品各条]

ベンズアルデヒド　C_6H_5CHO　[K 8857，特級]

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

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

純度試験　類縁物質　本品3.0mgをメタノールに溶かし，100mLとし，試料溶液とする．この液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ベンズ[*a*]アントラセン以外のピークの合計量は，2.0%以下である．

試験条件

検出器：質量分析計(EI)

走査質量範囲：15.00～300.00

測定時間：12～30分

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

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

注入口温度：250℃付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

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

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

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

ベンゼトニウム塩化物，定量用　$C_{27}H_{42}ClNO_2$　[医薬品各条，「ベンゼトニウム塩化物」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベンゼトニウム塩化物($C_{27}H_{42}ClNO_2$)99.0%以上を含むもの]

ベンゼン　C_6H_6　[K 8858，特級]

N－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル塩酸塩　$C_{15}H_{22}N_4O_3$・HCl　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－15.5～－17.0°(2.5g，水，50mL，100mm).

融点〈2.60〉　129～133℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gに水20mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品0.10gをとり，水6mLに溶かし，塩酸4mLを加え，沸騰水浴中で5分間加熱分解し，試料溶液とする．この液につき，ろ紙クロマトグラフィーにより試験を行う．試料溶液5μLをろ紙上にスポットする．次に水／酢酸(100)／1－ブタノール混液(5：4：1)を展開溶媒とし，約30cm展開した後，ろ紙を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，90℃で10分間加熱するとき，紫色の単一のスポットを認める．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約0.6gを精密に量り，水50mLに溶かし，必要ならば0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和し，ジクロロフルオレセイン試液4滴を加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝34.28mg $C_{15}H_{22}N_4O_3$・HCl

N－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル試液　N－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル塩酸塩70mgに新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし，正確に10mLとする．

N－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド塩酸塩　$C_{19}H_{22}N_6O_4$・HCl　淡黄色の結晶性の粉末である．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋45.5～＋48.0°(乾燥後，0.5g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，25mL，100mm).

純度試験　類縁物質　本品0.20gを*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素で発色するとき，単一のスポットを認める．

N－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド試液　N－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド塩酸塩0.1 gを水に溶かし，100mLとする．

N－ベンゾイル－L－イソロイシル－L－グルタミル(γ－OR)－グリシル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリド塩酸塩　RがHの成分とCH_3の成分の等量混合物であり，白色の粉末で，水に溶けにくい．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(316nm)：166～184(10mg，水，300mL).

ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用　$C_{31}H_{43}NO_9$・HCl・xH_2O　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．融点：約230℃(分解).

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

純度試験

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

（2）　類縁物質　本品5.0mgを移動相5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンゾイルヒパコニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

面積測定範囲：ベンゾイルヒパコニンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たベンゾイルヒパコニンのピーク面積が，標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

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

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

ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用　ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験　類縁物質　本品5.0mgを移動相5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンゾイルメサコニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

面積測定範囲：ベンゾイルメサコニンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加

えて正確に20mLとする．この液20μLから得たベンゾイルメサコニンのピーク面積が，標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

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

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

ベンゾイルメサコニン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用　$C_{31}H_{43}NO_{10}$・HCl・xH_2O　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくい．融点：約250℃(分解).

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

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

ベンゾイン　$C_6H_5CH(OH)COC_6H_5$　本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉　132～137℃

***p*－ベンゾキノン**　$C_6H_4O_2$　黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，刺激性のにおいがある．エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．本品は光により徐々に黒褐色に変化する．

融点〈2.60〉　111～116℃

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.1gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水25mL及び薄めた硫酸(1→15)25mLを正確に加え，ヨウ化カリウム3gを加えて振り混ぜて溶かし，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝5.405mg $C_6H_4O_2$

***p*－ベンゾキノン試液**　*p*－ベンゾキノン1gを酢酸(100)5mLに溶かし，エタノール(95)を加えて100mLとする．

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

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

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

試験条件

検出器：質量分析計(EI)

走査質量範囲：15.00～300.00

測定時間：12～30分

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

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

注入口温度：250℃付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ベンゾ[*a*]ピレンの保持時間が約22分となるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

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

ベンゾフェノン　$C_6H_5COC_6H_5$　無色の結晶で，特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　48～50℃

ペンタシアノアンミン鉄(Ⅱ)酸ナトリウム*n*水和物　$Na_3[Fe(CN)_5NH_3]$・xH_2O　淡黄色～淡緑黄色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1)　本品0.2gをとり，水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→10)2mLを加えて加熱するとき，アンモニアを発生し，褐色の沈殿を生じる．

(2)　本品0.25gをとり，水20mLに溶かす．この液1mLを量り，硫酸鉄(Ⅱ)試液0.2mLを加えるとき，液は緑青色を呈する．更に薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液(2→5)2滴及び酢酸(100)0.2mLを加えるとき，液は深青色を呈する．

ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物　$Na_2[Fe(CN)_5(NO)]$・$2H_2O$　[K 8722，特級]

ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物1gを水に溶かし，20mLとする．用時製する．

ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物溶液(1→10)，ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(1→10)及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)を等量ずつ混和し，30分間放置し，液の色が暗赤色から黄色に変わった後，使用する．用時製する．

ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，希　ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物溶液(3→50)5mL，ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(13→200)5mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)2.5mLに水を加えて25mLとし，混和し，液の色が暗赤色から淡黄色に変わった後，使用する．用時製する．

ペンタン　$CH_3(CH_2)_3CH_3$　無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.620～0.630

蒸留試験〈2.57〉　35.5～37℃，98vol%以上.

1－ペンタンスルホン酸ナトリウム　$C_5H_{11}NaO_3S$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない.

純度試験　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

水分〈2.48〉　3.0%以下(0.2g).

含量　換算した脱水物に対し，99.0%以上.　**定量法**　本品約0.3gを精密に量り，水50mLに溶かし，カラム(425～600μmのカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)10mLを内径約9mm，高さ約160mmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，1分間約4mLの速度で流出する．次に水50mLを用いて1分間約4mLの速度でカラムを洗い，更に水100mLで同様にしてカラムを洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液10滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝17.42mg $C_5H_{11}NaO_3S$

変法チオグリコール酸培地　無菌試験法〈4.06〉　変法チオグリコール酸培地　を見よ.

崩壊試験第1液　溶出試験第1液　を見よ.

崩壊試験第2液　0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液250mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液118mL及び水を加えて1000mLとする．この液は無色澄明で，そのpHは約6.8である.

ホウ砂　四ホウ酸ナトリウム十水和物　を見よ.

ホウ酸　H_3BO_3　[K 8863，ほう酸，特級]

0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液，緩衝液用　ホウ酸12.376g及び塩化カリウム14.911gを水に溶かし，1000mLとする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH9.0　緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液21.30mL及び水を加えて200mLとする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH9.2　緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液26.70mL及び水を加えて200mLとする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH9.6　緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液36.85mL及び水を加えて200mLとする.

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH10.0　緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液43.90mL及び水を加えて200mLとする.

ホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液，pH9.0　ホウ酸3.1gを希水酸化ナトリウム試液210mLに溶かし，塩化マグネシウム六水和物溶液(1→50)10mL及び水を加えて1000mLとする．必要ならばpH9.0に調整する.

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液，pH8.4　ホウ酸24.736gを0.1mol/L水酸化ナトリウム液に溶かし，正確に1000mLとする.

ホウ酸・メタノール緩衝液　ホウ酸2.1gを正確に量り，水酸化ナトリウム試液28mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液1容量とメタノール1容量を混和し，振り混ぜる.

ホウ酸塩・塩酸緩衝液，pH9.0　四ホウ酸ナトリウム十水和物19.0gを水900mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpHを正確に9.0に調整した後，水を加えて1000mLとする.

ホウ酸ナトリウム　四ホウ酸ナトリウム十水和物　を見よ.

ホウ酸ナトリウム，pH測定用　四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH測定用　を見よ.

抱水クロラール　$C_2H_3Cl_3O_2$　[医薬品各条]

抱水クロラール試液　抱水クロラール5gを水3mLに溶かす.

抱水ヒドラジン　ヒドラジン一水和物　を見よ.

飽和ヨウ化カリウム試液　ヨウ化カリウム試液，飽和　を見よ.

ボグリボース，定量用　$C_{10}H_{21}NO_7$　[医薬品各条，「ボグリボース」]

ホスファターゼ，アルカリ性　ウシ小腸から得たもので，白色～灰白色又は黄褐色の凍結乾燥した粉末である.

本品1mgは1単位以上を含み，塩類は含まない．ただし，本品の1単位とは，4－ニトロフェニルリン酸エステルを基質にして，pH9.8で37℃，1分間に1μmolの4－ニトロフェノールを生成する酵素量とする.

ホスファターゼ試液，アルカリ性　アルカリ性ホスファターゼ0.1gをpH9.0のホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液10mLに溶かす．用時製する.

ホスフィン酸　H_3PO_2　無色～微黄色の粘性の液である.

確認試験

（1）　本品0.5mLに過酸化水素(30)0.5mL及び薄めた硫酸(1→6)0.5mLを加え，水浴上でほとんど蒸発乾固し，冷後，水10mL及びアンモニア試液5mLを加え，マグネシア試液5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる.

（2）　本品1mLに，ヨウ素試液1mLに水20mLを加えた液を加えるとき，液のヨウ素の色は消える.

含量　30.0～32.0%.　**定量法**　本品約1.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとする．この液25mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，0.05mol/L臭素液50mLを正確に加える．更に水100mL及び薄めた硫酸(1→6)10mLを加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜた後，3時間放置する．次にヨウ化カリウム試液20mLを加え，直ちに密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/L臭素液1mL＝1.650mg H_3PO_2

ポテトエキス　微生物試験用に製造したもの.

ホノキオール　$C_{18}H_{18}O_2 \cdot xH_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

純度試験　本品1mgを量り，移動相に溶かして10mLとし，試料溶液とする．この液10μLにつき，「コウボク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりマグノロールの保持時間の2倍まで試験を行う．試料溶液のホノキオール以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除い

た全ピーク面積の1／10より大きくない．

ホマトロピン臭化水素酸塩 $C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$ [医薬品各条]

ボラン－ピリジン錯体 C_5H_8BN

含量 80％以上． **定量法** 本品30mgを精密に量り，0.05mol/Lヨウ素溶液40mLに溶かし，薄めた硫酸(1→6)10mLを加え，0.1moL/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1moL/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.549mg C_5H_8BN

ポリアクリル酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの

ポリアルキレングリコール，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアルキレングリコールモノエーテル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール20M，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール400，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール600，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール1500，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール6000，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコールエステル化物，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール15000－ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

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

ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル $C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_nOH$ 本品は白色の塊である．融点：約40℃

ポリオキシエチレン(40)オクチルフェニルエーテル オクチルフェノールに酸化エチレンを付加重合して得られる．無色又は白色～微黄色の液，ワセリン様又はろう状の物質で，わずかに特異なにおいがある．

ｐＨ〈2.54〉 7.0～9.5(5w/v%，25℃)

比重〈2.56〉 d_4^{25}：1.10～1.11

純度試験 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は透明である．

ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油60 ヒマシ油に水素を添加して得た硬化油に，酸化エチレンを付加重合させて得た非イオン性界面活性剤で，酸化エチレンの平均付加モル数は約60である．白色～微黄色のワセリン様又はろう様の物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦い．酢酸エチル又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１） 本品0.5gに水10mL及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液5mLを加えてよく振り混ぜ，更にクロロホルム5mLを加え，振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（２） 本品0.2gに硫酸水素カリウム0.5gを加えて加熱するとき，アクロレイン様の刺激臭を発する．

（３） 本品0.5gに水10mLを加えて振り混ぜ，臭素試液5滴を加えるとき，試液の色は消えない．

凝固点〈2.42〉 30～34℃

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gに水20mLを加え，加温して溶かした液のpHは3.6～6.0である．

酸価〈1.13〉 1.0以下．

けん化価〈1.13〉 41～51

水酸基価〈1.13〉 39～49

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈2.48〉 2.0％以下(1g)．

強熱残分〈2.44〉 0.1％以下(1g)．

貯法 気密容器．

ポリソルベート20 主としてモノラウリン酸ソルビタンに酸化エチレンを付加重合して得られる．微黄色～黄色の液で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験

（１） 本品0.5gに水10mL及び水酸化ナトリウム試液10mLを加え，5分間煮沸した後，希塩酸を加えて酸性にするとき，油分を分離する．

（２） 本品0.5gに水10mLを加えて振り混ぜ，臭素試液5滴を加えるとき，試液の赤色は，消えない．

（３） 本品5gをとり，けん化価測定法に準じてけん化した後，エタノールを十分に留去する．これを水50mLに溶かした後，塩酸酸性(メチルオレンジ)とし，ジエチルエーテル30mLで2回抽出する．ジエチルエーテル層を合わせ，水20mLずつで洗液が中性となるまで洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去し，残留物の酸価を測定するとき275～285である．ただし，けん化には0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液50mLを用いる．

酸価〈1.13〉 4.0以下．

けん化価〈1.13〉 43～55

乾燥減量〈2.41〉 3.0％以下(5g，105℃，1時間)．

強熱残分 本品約3gを精密に量り，初めは弱く加熱し，徐々に赤熱(800～1200℃)して完全に灰化する．炭化物が残るときは，熱湯を加えて浸出し，定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し，残留物をろ紙と共に赤熱する．これにろ液を加えた後，蒸発乾固し，炭化物がなくなるまで注意しながら赤熱する．なお，炭化物が残るときは，エタノール(95)15mLを加え，ガラス棒で炭化物を砕き，エタノールを燃焼させ，更に注意しながら赤熱する．これをデシケーター(シリカゲル)中で放冷した後，質量を精密に量るとき，残分は1.0％以下である．

ポリソルベート80　[医薬品各条]

ポリビニルアルコール　$(-CH_2CHOH-)_n$　[K 9550，特級]

ポリビニルアルコールⅠ　無色～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，味はない．エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．本品に水を加えて加熱するとき，澄明な粘性の液となる．本品は吸湿性である．

粘度〈2.53〉　25.0～31.0mm²/s　本品を乾燥し，その4.000gを量り，水95mLを加え，30分間放置した後，冷却器を付け水浴上で2時間かき混ぜながら加熱して溶かす．冷後，水を加えて100.0gとし，混和する．静置して泡を除き，20±0.1℃で粘度測定法第1法によって試験を行う．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水25mLに溶かした液のpHは5.0～8.0である．

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに加え，よくかき混ぜて分散させた後，60～80℃で2時間加温し，冷却するとき，液は無色澄明である．

けん化度　98.0～99.0mol%　本品を乾燥し，その約3.0gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，水100mLを加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，密栓して2時間放置する．次に0.05mol/L硫酸30mLを正確に加えてよく振り混ぜた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．ただし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量が25mL以上の場合は，試料約2.0gをとる．

$$\text{けん化度(mol\%)} = 100 - \frac{44.05A}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{0.6005 \times (a-b)f}{\text{試料の秤取量(g)}}$$

a：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
b：空試験における0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
f：0.1mol/L水酸化ナトリウム液のファクター

ポリビニルアルコールⅡ　無色～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，味はない．エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．本品に水を加えて加温するとき，澄明な粘性の液となる．本品は吸湿性である．

粘度〈2.53〉　4.6～5.4mm²/s　本品を乾燥し，その4.000gを量り，水95mLを加え，30分間放置した後，60～80℃で2時間かき混ぜて溶かす．冷後，水を加えて100.0gとし，混和する．静置して泡を除き，20±0.1℃で粘度測定法第1法によって試験を行う．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水25mLに溶かした液のpHは5.0～8.0である．

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに加え，よくかき混ぜて分散させた後，水浴上で2時間加熱し，冷却するとき，液は無色澄明である．

けん化度　86.5～89.5mol%　本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，水100mLを加え，2時間かき混ぜながら加温する．冷後，0.5mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，密栓して2時間放置する．次に0.25mol/L硫酸30mLを正確に加えてよく振り混ぜた後，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

$$\text{けん化度(mol\%)} = 100 - \frac{44.05A}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{3.0025 \times (a-b)f}{\text{試料の秤取量(g)}}$$

a：0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
b：空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
f：0.5mol/L水酸化ナトリウム液のファクター

ポリビニルアルコール試液　ポリビニルアルコール0.50gを正確に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．

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

ホルマリン　ホルムアルデヒド液　を見よ．

ホルマリン試液　ホルムアルデヒド液試液　を見よ．

ホルマリン・硫酸試液　ホルムアルデヒド液・硫酸試液　を見よ．

2－ホルミル安息香酸　$CHOC_6H_4COOH$　本品は白色の結晶である．融点：97～99℃

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し(減圧，酸化リン(V)，3時間)，その約0.3gを精密に量り，新たに煮沸し，冷却した水50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールレッド試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝15.01mg $C_8H_6O_3$

ホルムアミド　$HCONH_2$　[K 8873，特級]

ホルムアミド，水分測定用　$HCONH_2$　[K 8873，ホルムアミド，特級，ただし，本品1g中の水分は1mg以下とする]

ホルムアルデヒド液　HCHO　[K 8872，特級]

ホルムアルデヒド液試液　ホルムアルデヒド液0.5mLに水を加えて100mLとする．

ホルムアルデヒド液・硫酸試液　ホルムアルデヒド液1滴を硫酸1mLに加える．用時製する．

マイクロプレート　ポリスチレン製のプレートで，1枚に内径7(上端)～6.4(下端)mm，深さ11.3mmで，底面の平らな逆円錐台形のウェル96個を有するもの．

マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，マイクロプレート洗浄用　を見よ．

前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル　アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用　を見よ．

前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル　オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用　を見よ．

マーカーたん白質，セルモロイキン分子量測定用　分子量既知のマーカーたん白質で，分子量測定用に調整したもの[6成分：ホスホリラーゼb，ウシ血清アルブミン，オボアルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター，リゾチーム]10μLに1mL当たり2mgを含むよう調製したチトクロムcを10μL加え，セルモロイキン用試料用緩衝液で10倍に薄め

る．

マグネシア試液　塩化マグネシウム六水和物5.5g及び塩化アンモニウム7gを水65mLに溶かし，アンモニア試液35mLを加え，瓶に入れて密栓し数日間放置してろ過する．液が澄明でないときは使用前にろ過する．

マグネシウム　Mg　[K 8875，特級]

マグネシウム粉末　Mg　[K 8876，特級]

マグネシウム末　マグネシウム粉末　を見よ．

マグノロール，成分含量測定用　マグノロール，定量用　を見よ．

マグノロール，定量用　$C_{18}H_{18}O_2$　マグノロール，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(290nm)：270～293(10mg，メタノール，500mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品5.0mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマグノロール以外のピークの合計面積は標準溶液のマグノロールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，「コウボク」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：マグノロールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「コウボク」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たマグノロールのピーク面積が，標準溶液のマグノロールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

マグノロール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{18}O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約102℃

確認試験　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長287～291nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン／酢酸(100)混液(20：15：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

マクロゴール600　$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$，$n$＝11～13　無色澄明の粘性の液又は白色ワセリン様の固体で，わずかに特異なにおいがある．水，エタノール(95)，アセトン又はマクロゴール400に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，石油ベンジンにほとんど溶けない．凝固点：18～23℃

平均分子量：「マクロゴール400」の平均分子量試験を準用し，試験を行うとき，平均分子量は570～630である．

麻酔用エーテル　エーテル，麻酔用　を見よ．

マラカイトグリーン　マラカイトグリーンシュウ酸塩　を見よ．

マラカイトグリーンシュウ酸塩　$C_{52}H_{54}N_4O_{12}$　[K 8878，マラカイトグリーン(しゅう酸塩)，特級]

マルトース　マルトース水和物　を見よ．

マルトース水和物　$C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$　[医薬品各条]

マルトトリオース　$C_{18}H_{32}O_{16}$　白色の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数3420cm^{-1}，1420cm^{-1}，1153cm^{-1}及び1024cm^{-1}付近に吸収を認める．

4－(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸－*N*－ヒドロキシコハク酸イミドエステル　$C_{16}H_{18}N_2O_6$　無色結晶，酸及びアルカリにより分解される．

マレイン酸　$C_4H_4O_4$　白色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数1706cm^{-1}，1637cm^{-1}，1587cm^{-1}，1567cm^{-1}，1436cm^{-1}，1263cm^{-1}，876cm^{-1}及び786cm^{-1}付近に吸収を認める．

マレイン酸イルソグラジン　イルソグラジンマレイン酸塩　を見よ．

マレイン酸イルソグラジン，定量用　イルソグラジンマレイン酸塩，定量用　を見よ．

マレイン酸エナラプリル　エナラプリルマレイン酸塩　を見よ．

マレイン酸クロルフェニラミン　クロルフェニラミンマレイン酸塩　を見よ．

マレイン酸ペルフェナジン，定量用　ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用　を見よ．

マレイン酸メチルエルゴメトリン，定量用　メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用　を見よ．

マロン酸ジメチル　$C_5H_8O_4$　無色～微黄色澄明な液体．

比重〈2.56〉　d^{20}_4：1.152～1.162

水分〈2.48〉　0.3%以下．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下．

D－マンニトール　$C_6H_{14}O_6$　[医薬品各条]

D－マンノサミン塩酸塩　$C_6H_{13}NO_5\cdot HCl$　白色の粉末である．融点：約168℃(分解)．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_D$：－4.2～－3.2°(0.4g，水，20mL，100mm)．

D－マンノース　$C_6H_{12}O_6$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に極めて溶けやすい．融点：約132℃(分解)．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_D$：＋13.7～＋14.7°(4g，薄めたアンモニア試液(1→200)，20mL，100mm)．

ミオグロビン　ウマ心筋より得られたヘムたん白質で，白色の結晶性の粉末であり，ミオグロビンは総たん白質の95%以上である．

ミコナゾール硝酸塩　$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O\cdot HNO_3$　[医薬品各条]

ミツロウ　[医薬品各条]

ミノサイクリン塩酸塩　$C_{23}H_{27}N_3O_7\cdot HCl$　[医薬品各条]

ミリスチシン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{11}H_{12}O_3$　無色の澄明な液で，特異なにおいがある．エタノール(95)に混和し，水にほとんど溶けない．

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

純度試験　類縁物質　本品20mgをエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，「ニクズク」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

ミリスチン酸イソプロピル　$C_{17}H_{34}O_2$　無色澄明の油状液体で，においはない．約5℃で凝固する．90%アルコールに溶け，多くの有機溶媒及び固形油に混じりやすく，水，グリセリン及びプロピレングリコールには溶けない．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.432～1.436

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.846～0.854

酸価〈1.13〉　1以下．

けん化価〈1.13〉　202～212

ヨウ素価〈1.13〉　1以下．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用　$C_{17}H_{34}O_2$　ミリスチン酸イソプロピル100mLを遠心沈殿管に入れ，2回蒸留した水100mLを加え，10分間激しく振り混ぜる．次に毎分1800回転で20分間遠心分離し，上澄液(ミリスチン酸イソプロピル層)を分取する．残りの水層のpHが5.5以上のとき，上澄液を次のように処理する．20mm×20cmのガラス製カラムに活性アルミナを15cmの高さまで入れ，このカラムにpH試験に適合したミリスチン酸イソプロピル500mLを通す．この際，その通過を適度に保つためにわずかに陽圧にして流した後，更にそのミリスチン酸イソプロピルをろ過滅菌により製する．

無アルデヒドエタノール　エタノール，無アルデヒド　を見よ．

無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅰ　液状チオグリコール酸培地　を見よ．

無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅱ　変法チオグリコール酸培地　を見よ．

無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　を見よ．

無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル　ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用　を見よ．

無水亜硫酸ナトリウム　亜硫酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水エタノール　エタノール(99.5)　を見よ．

無水エーテル　ジエチルエーテル，無水　を見よ．

無水塩化第二鉄・ピリジン試液　塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液，無水　を見よ．

無水塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液　塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液，無水　を見よ．

無水カフェイン　カフェイン，無水　を見よ．

無水コハク酸　$C_4H_4O_3$　白色～微黄白色の結晶又はフレーク状で，においはない．水にやや溶けやすく，熱湯に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　0.005%以下．

（2）　鉄〈1.10〉　0.001%以下．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約1gを精密に量り，水50mLを加え，加温して溶かす．冷後，1mol/L水酸化ナトリウム液で適定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝50.04mg $C_4H_4O_3$

無水酢酸　$(CH_3CO)_2O$　[K 8886，特級]

無水酢酸・ピリジン試液　無水酢酸25gを100mLのメスフラスコに入れ，ピリジンを加えて100mLとする．よく混ぜ，外気に触れないようにして，遮光して保存する．この液は保存中に着色するが使用に差し支えない．

無水酢酸ナトリウム　酢酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水ジエチルエーテル　ジエチルエーテル，無水　を見よ．

無水炭酸カリウム　炭酸カリウム　を見よ．

無水炭酸ナトリウム　炭酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水トリフルオロ酢酸，ガスクロマトグラフィー用　$(CF_3CO)_2O$　無色澄明の刺激臭のある液体である．

沸点〈2.57〉　40～45℃

無水乳糖　$C_{12}H_{22}O_{11}$　[医薬品各条]

無水ヒドラジン，アミノ酸分析用　アミノ酸分析用に製造したもの．

無水ピリジン　ピリジン，無水　を見よ．

無水フタル酸　$C_8H_4O_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　131～134℃

無水メタノール　メタノール，無水　を見よ．

無水硫酸銅　硫酸銅(Ⅱ)　を見よ．

無水硫酸ナトリウム　硫酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水リン酸一水素ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，無水　を見よ．

無水リン酸一水素ナトリウム，pH測定用　リン酸水素二ナトリウム，pH測定用　を見よ．

無水リン酸水素二ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，無水　を見よ．

無水リン酸二水素ナトリウム　リン酸二水素ナトリウム，無水　を見よ．

無ヒ素亜鉛　亜鉛，ヒ素分析用　を見よ．

ムレキシド　$C_8H_8N_6O_6$　赤紫色の粉末で，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　溶状　本品10mgを水100mLに溶かすとき，液は澄明である．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

鋭敏度　本品10mgをpH10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mL及び水を加えて溶かし，100mLとし，試料溶液とする．別に，薄めたカルシウム標準液(1→10)5mLにpH10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mL及び水を加えて25mLとし，水酸化ナトリウム試液でpH11.3に調整する．この液に試料溶液2mLを加え，水を加えて50mLとするとき，液の色は赤紫色を呈する．

ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬　ムレキシド0.1gと塩化ナトリウム10gを混ぜ，均質になるまですりつぶして製する．

貯法　遮光して保存する．

メグルミン　$C_7H_{17}NO_5$　[医薬品各条]

メサコニチン，純度試験用　$C_{33}H_{45}NO_{11}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリル又はエタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約190℃(分解).

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3510cm^{-1}，1713cm^{-1}，1277cm^{-1}，1116cm^{-1}，1098cm^{-1}及び717cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(230nm)：211～247(5mg，エタノール(99.5)，200mL)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品5.0mgをアセトニトリル2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品5.0mgをアセトニトリル5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のメサコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメサコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(9：1)

流量：メサコニチンの保持時間が約19分になるように調整する．

面積測定範囲：メサコニチンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たメサコニチンのピーク面積が標準溶液10μLから得たメサコニチンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ1mg並びに純度試験用ジェサコニチン8mgをアセトニトリル200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

水分〈2.48〉　1.0%以下(5mg，電量滴定法)．ただし，デシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，40℃)で12時間以上乾燥したもの．

メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン，薄層クロマトグラフィー用　ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

メシル酸ベタヒスチン　ベタヒスチンメシル酸塩　を見よ．

メシル酸ベタヒスチン，定量用　ベタヒスチンメシル酸塩，定量用　を見よ．

メタクレゾールパープル　$C_{21}H_{18}O_5S$　[K 8889，特級]

メタクレゾールパープル試液　メタクレゾールパープル0.10gを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液13mLに溶かし，水を加えて100 mLとする．

メタサイクリン塩酸塩　$C_{22}H_{22}N_2O_8$・HCl　黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」の純度試験(2)を準用し，試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，メタサイクリン以外のピークの合計量は10%以下である．

メタ重亜硫酸ナトリウム　二亜硫酸ナトリウム　を見よ．

メタ重亜硫酸ナトリウム試液　二亜硫酸ナトリウム試液　を見よ．

メタニルイエロー　$C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$　黄褐色の粉末で，水にやや溶けにくく，エタノール(95)又は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けにくい．

メタニルイエロー試液　メタニルイエロー0.1gを*N,N*－ジメチルホルムアミド200mLに溶かす．

メタノール　CH_3OH　[K 8891，特級]

メタノール，液体クロマトグラフィー用　CH_3OH　無色澄明の液で，水と混和する．

純度試験　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長210nm，220nm，230nm，240nm及び254nmにおける吸光度はそれぞれ0.70，0.30，0.15，0.07及び0.02以下である．

メタノール，水分測定用　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

メタノール，精製　メタノールを新たに蒸留する．

メタノール，無水　CH_4O　メタノール1000mLにマグネシウム粉末5gを加えて製する．必要ならば，塩化水銀(Ⅱ)試液0.1mLを加えて反応を開始する．ガスの発生が止んだ後，この液を蒸留し，留出液を湿気を避けて保存する．本品1mL中の水分は0.3mg以下とする．

メタノール不含エタノール　エタノール(95)，メタノール不含　を見よ．

メタノール不含エタノール(95)　エタノール(95)，メタノール不含　を見よ．

メタリン酸　HPO_3　無色の棒状又は塊状であり，潮解性がある．

確認試験

（1）　本品1gをとり，水50mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLを量り，アンモニア試液0.2mLを加え，硝酸銀試液1mLを加えるとき，帯黄白色の沈殿を生じる．

（２）　(1)の試料溶液10mLを量り，アルブミン試液10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

メタリン酸・酢酸試液　メタリン酸15gに酢酸(100)40mL及び水を加えて溶かし，500mLとする．冷所に保存する．2日以内に使用する．

メタンスルホン酸　CH_3SO_3H　無色澄明の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，特異なにおいがある．水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

凝固点〈*2.42*〉　15～20℃

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：1.483～1.488

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約2gを精密に量り，水40mLに溶かし，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液2滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝96.11mg CH_3SO_3H

メタンスルホン酸試液　メタンスルホン酸35mLに酢酸(100)20mL及び水を加えて，500mLとする．

メタンスルホン酸試液，0.1mol/L　メタンスルホン酸4.8gに水を加えて，500mLとする．

メタンスルホン酸カリウム　CH_3SO_3K　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色透明である．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品約0.1gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸20mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝13.42mg CH_3SO_3K

メチオニン　L－メチオニン　を見よ．

L－メチオニン　$C_5H_{11}NO_2S$　[医薬品各条]

2－メチルアミノピリジン　$C_6H_8N_2$淡黄色の液体である．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：1.050～1.065

沸点〈*2.57*〉　200～202℃

水分〈*2.48*〉　本品1g中，水分は1mg以下である．

2－メチルアミノピリジン，水分測定用　水分測定法〈*2.48*〉を見よ．

4－メチルアミノフェノール硫酸塩　$(HOC_6H_4NHCH_3)_2 \cdot H_2SO_4$　白色～わずかにうすい黄色又はごくうすい灰色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約260℃(分解).

4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液　4－メチルアミノフェノール硫酸塩0.35g及び亜硫酸水素ナトリウム20gを水に溶かし，100mLとする．用時製する．

メチルイエロー　メチルエロー　を見よ．

メチルイエロー試液　メチルエロー試液　を見よ．

メチルイソブチルケトン　4－メチル－2－ペンタノン　を見よ．

メチルエチルケトン　2－ブタノン　を見よ．

***dl*－メチルエフェドリン塩酸塩**　$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$　[医薬品各条]

***dl*－メチルエフェドリン塩酸塩，定量用**　*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩　を見よ．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用　$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$　[医薬品各条，「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの]

メチルエロー　$C_{14}H_{15}N_3$　[K 8494，特級]

メチルエロー試液　メチルエロー0.1gをエタノール(95)200mLに溶かす．

メチルオレンジ　$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$　[K 8893，特級]

メチルオレンジ試液　メチルオレンジ0.1gを水100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

メチルオレンジ・キシレンシアノールFF試液　メチルオレンジ1g及びキシレンシアノールFF1.4gを希エタノール500mLに溶かす．

メチルオレンジ・ホウ酸試液　メチルオレンジ0.5g及びホウ酸5.2gに水500mLを加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，クロロホルム50mLずつで3回洗う．

メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

メチルセロソルブ　2－メトキシエタノール　を見よ．

メチルチモールブルー　$C_{37}H_{43}N_2NaO_{13}S$　[K 9552，特級]

メチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬　メチルチモールブルー0.25gと塩化ナトリウム10gを混ぜ，均質になるまですりつぶし，製する．

メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬　メチルチモールブルー0.1gと硝酸カリウム9.9gを混ぜ，均質になるまで注意してすりつぶし，製する．

鋭敏度　本品20mgを0.02mol/L水酸化ナトリウム液100mLに溶かすとき，液の色はわずかに青色である．次にこの液に0.01mol/L塩化バリウム液0.05mLを加えるとき，青色を呈し，更に0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液0.1mLを加えるとき，液は無色となる．

メチルテストステロン　$C_{20}H_{30}O_2$　[医薬品各条]

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオラートナトリウム　1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオラートナトリウム二水和物　を見よ．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオラートナトリウム二水和物　$C_2H_3N_4NaS \cdot 2H_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　90～94℃

純度試験　類縁物質　本品10mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／酢酸(100)混液(10：2：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール　$C_2H_4N_4S$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長222～226nmに吸収の極大を示す．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波

数3060cm^{-1}，2920cm^{-1}，2780cm^{-1}，1500cm^{-1}，1430cm^{-1}及び1410cm^{-1}付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉　125～129℃

純度試験　類縁物質　本品0.10gをとり，水100mLを正確に加えて溶かした液1μLにつき，「セフメタゾールナトリウム」の純度試験(4)を準用して試験を行うとき，R_f値約0.77の主スポット以外のスポットを認めない．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール，液体クロマトグラフィー用　$C_2H_4N_4S$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

融点〈2.60〉　123～127℃

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，2時間)．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド80mLに溶かし，0.1mol/Lナトリウムメトキシド液で滴定〈2.50〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液1mL＝11.61mg $C_2H_4N_4S$

メチルドパ　メチルドパ水和物　を見よ．

メチルドパ，定量用　メチルドパ水和物，定量用　を見よ．

メチルドパ水和物　$C_{10}H_{13}NO_4$・$1\frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条]

メチルドパ水和物，定量用　$C_{10}H_{13}NO_4$・$1\frac{1}{2}H_2O$　[医薬品各条，「メチルドパ水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)99.0%以上を含むもの]

2－メチル－5－ニトロイミダゾール，薄層クロマトグラフィー用　$C_4H_5N_3O_2$　白色の結晶性の粉末で，水又はアセトンに溶けにくい．融点：約253℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品40mgをアセトン8mLに溶かし，試料溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，「メトロニダゾール」の純度試験(2)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

***N*－メチルピロリジン**　$C_5H_{11}N$　無色澄明の液体で特異なにおいがある．

確認試験　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(2→25)につき，核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.3ppm付近に強度の大きいシグナルを示す．

含量　95%以上．　**定量法**　ビーカーに水30mLを入れ，質量を精密に量る．本品約0.15gを滴下し，再び質量を精密に量り，0.05mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L硫酸1mL＝8.515mg $C_5H_{11}N$

3－メチル－1－フェニル－5－ピラゾロン　$C_{10}H_{10}N_2O$　[K 9548，特級]

3－メチル－1－ブタノール　$C_5H_{12}O$　[K 8051，特級]

メチルプレドニゾロン　$C_{22}H_{30}O_5$　[医薬品各条]

2－メチル－1－プロパノール　$(CH_3)_2CHCH_2OH$　[K 8811，特級]

D－(＋)－α－メチルベンジルアミン　$C_6H_5CH(CH_3)NH_2$　アミン臭のある無色～微黄色澄明の液体で，エタノール(95)及びアセトンに極めて溶けやすく，水に溶けにくい．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.524～1.529

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋37～＋41°(50mm)．

純度試験　本品0.6μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりD－(＋)－α－メチルベンジルアミンの量を求めるとき，98.0%以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20M及び水酸化カリウムを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ10%及び5%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：140℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：D－(＋)－α－メチルベンジルアミンの保持時間が約5分となるように調整する．

カラムの選定：本品5mLにピリジン1mLを加え，この液0.6μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピリジン，D－(＋)－α－メチルベンジルアミンの順に流出し，その分離度が3以上のものを用いる．

検出感度：本品0.6μLから得たD－(＋)－α－メチルベンジルアミンのピーク高さがフルスケールの約90%となるように調整する．

面積測定範囲：D－(＋)－α－メチルベンジルアミンの保持時間の約3倍の範囲

4－メチル－2－ペンタノン　$CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$　[K 8903，特級]

4－メチルペンタン－2－オール　$C_6H_{14}O$　無色澄明で，揮発性の液である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：約1.411

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：約0.802

沸点〈2.57〉　約132℃

3－*O*－メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{11}H_{15}NO_4$

純度試験　類縁物質　本品5mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとした液20μLにつき，「メチルドパ水和物」の純度試験(5)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.7の主スポット以外のスポットを認めない．

メチルレッド　$C_{15}H_{15}N_3O_2$　[K 8896，特級]

メチルレッド試液　メチルレッド0.1gをエタノール(95)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．

メチルレッド試液，酸又はアルカリ試験用　メチルレッド0.1gに0.05mol/L水酸化ナトリウム液7.4mL，又は0.1mol/L水酸化ナトリウム液3.7mLを加え，乳ばちですり混ぜて溶かした後，新たに煮沸して冷却した水を加えて200mLとする．

貯法　遮光した共栓瓶に保存する．

メチルレッド試液，希　メチルレッド25mgをエタノール(99.5)100mLに溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

メチルレッド・メチレンブルー試液　メチルレッド0.1g及びメチレンブルー0.1gをエタノール(95)に溶かし，100mLとする．

必要ならばろ過する．

貯法　遮光して保存する．

***N,N′*－メチレンビスアクリルアミド**　$CH_2(NHCOCHCH_2)_2$

白色の結晶性の粉末である．

含量　97.0%以上．

メチレンブルー　$C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$　[K 8897，特級]

メチレンブルー試液　メチレンブルー0.1gを水に溶かし，100mLとする．必要ならばろ過する．

メチレンブルー・硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液　メチレンブルー溶液(1→1000)30mLに水500mL，硫酸6.8mL及びリン酸二水素ナトリウム二水和物50gを加えて溶かし，更に水を加えて1000mLとする．

滅菌精製水　精製水，滅菌　を見よ．

メテノロンエナント酸エステル　$C_{27}H_{42}O_3$　[医薬品各条]

メテノロンエナント酸エステル，定量用　$C_{27}H_{42}O_3$　メテノロンエナント酸エステル1gに水30mLを加え，加温しながらメタノール70mLを徐々に加えて溶かす．熱時ろ過し，ろ液を水浴上で30分間放置する．冷所に一夜放置後，析出した結晶をろ取し，薄めたメタノール(1→3)少量で洗う．同様の操作を行って再結晶し，得られた結晶をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥する．本品は白色の結晶で，においはない．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(242nm)：321～328(1mg，メタノール，100mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋40～＋42°(0.2g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　69～72℃

純度試験　類縁物質　本品50mgをクロロホルムに溶かし，正確に10mLとした液10μLにつき，「メテノロンエナント酸エステル」の純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

2－メトキシエタノール　$CH_3OCH_2CH_2OH$　[K 8895，特級]

(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{10}H_{10}O_2$　白色～黄色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：44～50℃

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長282～286nm及び331～335nmに吸収の極大を示す．

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

純度試験　類縁物質　本品10mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，「牛車腎気丸エキス」の確認試験(5)(ⅱ)を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.4の主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

1－メトキシ－2－プロパノール　$C_4H_{10}O_2$　無色澄明な液体である．

屈折率〈*2.45*〉　n^{20}_{D}：1.402～1.405

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{4}：0.920～0.925

純度試験　溶状　本品5mLに水20mLを加え，かき混ぜるとき，液は澄明である．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(5g)．

含量　98.0%以上(ガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉)．定量法は，補正面積百分率法を用いる．

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分20mL

4－メトキシベンズアルデヒド　$C_8H_8O_2$　無色～淡黄色澄明の液で，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和し，水にはほとんど溶けない．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{4}：1.123～1.129

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品約0.8gを精密に量り，ヒドロキシルアミン試液7.5mLを正確に加え，よく振り混ぜて，30分間放置した後，0.5mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモフェノールブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L塩酸1mL＝68.08mg $C_8H_8O_2$

4－メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液　4－メトキシベンズアルデヒド0.5mLに酢酸(100)を加えて100mLとする．

4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液　エタノール(95)9mLに4－メトキシベンズアルデヒド0.5mL及び硫酸0.5mLを加え，よく混和する．

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

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

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

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

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

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

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

注入口温度：200℃

検出器温度：250℃

キャリヤーガス：ヘリウム

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

スプリット比：1：50

システム適合性

システムの性能：本品60mgをメタノールに溶かし，100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，2－メトキシー4－メチルフェノールのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

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

メトクロプラミド，定量用 $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ [医薬品各条，「メトクロプラミド」ただし，乾燥したものを定量するとき，メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)99.0%以上を含むもの]

メトトレキサート $C_{20}H_{22}N_8O_5$ [医薬品各条]

メトプロロール酒石酸塩，定量用 $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$ [医薬品各条，「メトプロロール酒石酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メトプロロール酒石酸塩{$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$}99.5%以上を含むもの]

メトホルミン塩酸塩，定量用 $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ [医薬品各条，「メトホルミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

メトロニダゾール $C_6H_9N_3O_3$ [医薬品各条]

メトロニダゾール，定量用 $C_6H_9N_3O_3$ [医薬品各条，「メトロニダゾール」ただし，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品25mgを水／メタノール混液(4：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水／メタノール混液(4：1)を加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，水／メタノール混液(4：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメトロニダゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のメトロニダゾールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「メトロニダゾール錠」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メトロニダゾールの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／メタノール混液(4：1)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たメトロニダゾールのピーク面積が標準溶液のメトロニダゾールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトロニダゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトロニダゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

メピバカイン塩酸塩，定量用 $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$ [医薬品各条，「メピバカイン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メピバカイン塩酸塩($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

メフルシド，定量用 $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ [医薬品各条，「メフルシド」ただし，乾燥したものを定量するとき，メフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)99.0%以上を含むもの]

メフロキン塩酸塩 $C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$ [医薬品各条]

メベンダゾール $C_{16}H_{13}N_3O_3$ 本品は白色の粉末で，水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

2－メルカプトエタノール $HSCH_2CH_2OH$ 本品は無色澄明の液である．

比重〈2.56〉 d_4^{20}：1.112～1.117

含量 97.0%以上． **定量法** 本品0.6μLにつき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたガスクロマトグラムにつき，自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$含量(\%)=\frac{2-メルカプトエタノールのピーク面積}{それぞれの成分のピーク面積の総和}\times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニルーメチルシリコーンポリマーをシラン処理した177～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約50mLの一定量で2－メルカプトエタノールの保持時間が3～4分になるように調整する．

面積測定範囲：2－メルカプトエタノールの保持時間の7倍の範囲．

メルカプトエタンスルホン酸 $C_2H_6O_3S_2$ 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

メルカプト酢酸 $HSCH_2COOH$ [K 8630，特級] アンプルに入れ，冷暗所に保存する．長時間の保存に耐えない．

メルカプトプリン メルカプトプリン水和物 を見よ．

メルカプトプリン水和物 $C_5H_4N_4S \cdot H_2O$ [医薬品各条]

綿実油 *Gossypium hirsutum* Linné (*Gossypium*)又はその他同属植物の産生する種子から得た不揮発性の脂肪油を精製したものである．微黄色の油状の液体で，においはない．クロロホルム，ジエチルエーテル，ヘキサン又は二硫化炭素と混和する．エタノール(95)に溶けにくい．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.472～1.474

比重〈*2.56*〉　d_{25}^{25}：0.915～0.921

酸価〈*1.13*〉　0.5以下.

けん化価〈*1.13*〉　190～198

ヨウ素価〈*1.13*〉　103～116

メントール　$C_{10}H_{20}O$　[医薬品各条，「*dl*－メントール」又は「*l*－メントール」]

***l*－メントール，定量用**　$C_{10}H_{20}O$　[医薬品各条，「*l*－メントール」ただし，定量するとき，*l*－メントール($C_{10}H_{20}O$)99.0%以上を含むほか，次の試験に適合するもの]

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－48.0～－51.0°　(2.5g，エタノール(95)，25mL，100mm).

純度試験　類縁物質　本品0.10gを，ジクロロメタン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)5μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の*l*－メントール以外のピークの合計面積は標準溶液(1)の*l*－メントールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ハッカ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液(1)1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)5μLから得た*l*－メントールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)5μLから得た*l*－メントールのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から*l*－メントールの保持時間の約2倍の範囲

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

没食子酸　没食子酸一水和物　を見よ.

没食子酸一水和物　$C_6H_2(OH)_3COOH$・H_2O　白色～微黄白色の結晶又は粉末である．融点：約260℃(分解).

モノエタノールアミン　2－アミノエタノール　を見よ.

モリブデン酸アンモニウム　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物　を見よ.

モリブデン酸アンモニウム試液　七モリブデン酸六アンモニウム試液　を見よ.

モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液　七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液　を見よ.

モリブデン酸ナトリウム　モリブデン(Ⅵ)酸二ナトリウム二水和物　を見よ.

モリブデン(Ⅵ)酸二ナトリウム二水和物　Na_2MoO_4・$2H_2O$　[K 8906，特級]

モルヒネ塩酸塩水和物　$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$　[医薬品各条]

モルヒネ塩酸塩水和物，定量用　$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$　[医薬品各条，「モルヒネ塩酸塩水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対しモルヒネ塩酸塩($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl)99.0%以上を含むもの]

3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸　$C_7H_{15}NO_4S$　白色の結晶性粉末で，水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

融点〈*2.60*〉　275～280℃

3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，0.02mol/L，pH7.0　3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸4.2gを水900mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を用いてpH7.0に調整した後，水を加えて1000mLとする.

3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，0.02mol/L，pH8.0　3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸4.2gを水700mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液を用いてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする.

3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，0.1mol/L，pH7.0　3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸20.92gを水900mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を用いてpH7.0に調整した後，水を加えて1000mLとする.

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体　大腸菌由来たん白質基準品(たん白質として約1mg相当量)1容量とフロイントの完全アジュバント1容量を混合してヤギの背部皮下へ2週間隔で5回免疫し，最終免疫後10日目に採血し，ヤギ抗血清を得る．大腸菌由来たん白質基準品をセファロース4Bに結合させた固定化大腸菌由来たん白質カラムを調製し，アフィニティーカラムクロマトグラフィーにより精製を行う.

性状　無色澄明の液.

確認試験　非還元条件下でラウリル硫酸ナトリウム加ポリアクリルアミド・ゲル電気泳動を行うとき，主泳動帯の分子量は，1.30×10^5～1.70×10^5の範囲内にある.

たん白質含量　「セルモロイキン(遺伝子組換え)」の定量法(1)により，たん白質含量を求めるとき，1mL当たりのたん白質含量は0.2～1.0mgである.

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体試液　1mL当たりヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体をたん白質含量として50μgを含む液となるようにpH9.6の0.1mol/L炭酸塩緩衝液を加えて，調整する.

ユビキノン－9　本品は黄色～だいだい色の結晶性の粉末で，におい及び味はない.

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$(275nm)：163～190　(エタノール(99.5)).

融点〈*2.60*〉　約44℃

ヨウ化亜鉛デンプン試液　水100mLを煮沸し，これにヨウ化カリウム0.75gを水5mLに溶かした液及び塩化亜鉛2gを水10mLに溶かした液を加え，液が沸騰している間にデンプン5gを水30mLに均質に懸濁した液をかき混ぜながら加え，2分間煮沸した後，冷却する.

感度　0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL，水500mL及び塩酸10mLの混液に浸したガラス棒を本液に接するとき，明らかに青色を呈する.

貯法　密栓して冷所に保存する.

溶解アセチレン　C_2H_2　[K 1902]

ヨウ化イソプロピル，定量用　C_3H_7I　無色澄明の液で，光によりヨウ素を遊離して褐色となる．エタノール(95)，ジエチルエーテル又は石油ベンジンと混和し，水と混和しない.

蒸留して89.0～89.5℃の留分を用いる.

比重〈2.56〉 d_4^{20}：1.700～1.710

純度試験 本品1μLにつき，「ヒプロメロース」の定量法の条件で，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりヨウ化イソプロピルの量を求めるとき，99.8%以上である．ただし，検出感度は本品1μLから得たヨウ化イソプロピルのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する．

含量 98.0%以上． **定量法** 褐色メスフラスコにエタノール(95)10mLを入れ，その質量を精密に量り，これに本品1mLを加え再び精密に量る．次にエタノール(95)を加えて正確に100mLとし，その20mLを褐色メスフラスコに正確に量り，0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加え，更に硝酸2mLを加えて栓をし，2時間暗所で時々振り混ぜた後，暗所で一夜放置する．次に2時間時々振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液50mLを正確に量り，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝17.00mg C_3H_7I

ヨウ化エチル ヨードエタン を見よ．

ヨウ化カリウム KI [K 8913，よう化カリウム，特級]

ヨウ化カリウム，定量用 KI [医薬品各条，「ヨウ化カリウム」]

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム16.5gを水に溶かし，100mLとする．遮光して保存する．用時製する(1mol/L)．

ヨウ化カリウム試液，濃 ヨウ化カリウム30gに水70mLを加えて溶かす．用時製する．

貯法 遮光して保存する．

ヨウ化カリウム試液，飽和 ヨウ化カリウム20gを新たに煮沸して冷却した水10mLに飽和する．用時製する．

ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液 ヨウ化カリウム5g，硫酸亜鉛七水和物10g及び塩化ナトリウム50gを溶かし，200mLとする．

ヨウ化カリウムデンプン試液 ヨウ化カリウム0.5gを新たに製したデンプン試液100mLに溶かす．用時製する．

ヨウ化水素酸 HI [K 8917，よう化水素酸，特級]

ヨウ化ビスマスカリウム試液 L－酒石酸10gを水40mLに溶かし，これに次硝酸ビスマス0.85gを加えて1時間振り混ぜ，ヨウ化カリウム溶液(2→5)20mLを加え，よく振り混ぜ，24時間放置した後，ろ過し，A液とする．L－酒石酸10gを水50mLに溶かした液にA液5mLを加え，遮光した共栓瓶に保存する．

ヨウ化メチル ヨードメタン を見よ．

ヨウ化メチル，定量用 ヨードメタン，定量用 を見よ．

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

葉酸 $C_{19}H_{19}N_7O_6$ [医薬品各条]

溶出試験第1液 塩化ナトリウム2.0gを塩酸7.0mL及び水に溶かして1000mLとする．この液は無色澄明で，そのpHは約1.2である．

溶出試験第2液 pH6.8のリン酸塩緩衝液1容量に水1容量を加える．

溶性デンプン デンプン，溶性 を見よ．

溶性デンプン試液 溶性デンプン1gを冷水10mLとよくすり混ぜ，これを熱湯90mL中に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み，3分間穏やかに煮沸し，冷却する．用時製する．

ヨウ素 I [K 8920，よう素，特級]

ヨウ素，定量用 I [医薬品各条，「ヨウ素」]

ヨウ素試液 ヨウ素14gをヨウ化カリウム溶液(2→5)100mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて1000mLとする(0.05mol/L)．

貯法 遮光して保存する．

ヨウ素試液，0.0002mol/L 0.5mol/Lヨウ素試液1mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとした液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．用時製する．

ヨウ素試液，0.5mol/L ヨウ素12.7g及びヨウ化カリウム25gに水10mLを加えてよくすり混ぜた後，水を加えて100mLとする．

ヨウ素試液，希 ヨウ素試液1容量に水4容量を加える．

ヨウ素・デンプン試液 デンプン試液100mLに希ヨウ素試液3mLを加える．

ヨウ素酸カリウム KIO_3 [K 8922，よう素酸カリウム，特級]

ヨウ素酸カリウム(標準試薬) KIO_3 [K 8005，よう素酸カリウム，容量分析用標準物質]

容量分析用硫酸亜鉛 硫酸亜鉛七水和物 を見よ．

5－ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用 $C_4H_3IN_2O_2$ 白色の結晶性の粉末である．融点：約275℃(分解)．

純度試験 本品3mgを薄めたメタノール(1→25)に溶かし，10mLとする．この液10μLにつき，「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の試験条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約2倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により5－ヨードウラシルの量を求めるとき，98.5%以上である．

含量 98.5%以上． **定量法** 本品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約5mgを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，282nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

$$5\text{－ヨードウラシル}(C_4H_3IN_2O_2)\text{の量(mg)}=\frac{A}{265}\times 2500$$

ヨードエタン C_2H_5I 無色～暗褐色の澄明な液体で，ジエチルエーテルようのにおいがある．

蒸留試験〈2.57〉 71.0～72.5℃，94vol%以上．

ヨードメタン CH_3I [K 8919，特級]

ヨードメタン，定量用 CH_3I 無色～暗褐色澄明の液で，光によりヨウ素を遊離して褐色となる．エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和し，水にやや溶けにくい．蒸留して42.2～42.6℃の留分を用いる．

比重〈2.56〉　d_{25}^{25}：2.27～2.28

純度試験　本品1μLにつき，「ヒプロメロース」の定量法の条件で，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりヨードメタンの量を求めるとき，99.8%以上である．ただし，検出感度は本品1μLから得たヨードメタンのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する．

含量　98.0%以上．　**定量法**　定量用ヨウ化イソプロピルの定量法と同様に操作し，試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝14.19mg CH_3I

四シュウ酸カリウム，pH測定用　二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH測定用　を見よ．

四ホウ酸ナトリウム十水和物　$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$　[K 8866，四ほう酸ナトリウム十水和物，特級]

四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH測定用　[K 8866，四ほう酸ナトリウム十水和物，pH標準液用]

四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液，pH8.0　四ホウ酸ナトリウム十水和物0.572g及び塩化カルシウム二水和物2.94gを新たに煮沸し冷却した水800mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpH8.0に調整し，水を加えて1000mLとする．

四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液　四ホウ酸ナトリウム十水和物9.5gに精製硫酸1000mLを加え，一晩かき混ぜて溶かす．

ライセート試液　ライセート試薬をエンドトキシン試験用水又は適当な緩衝液を用いて，穏やかにかき混ぜて溶かす．

ライセート試薬　本品はカブトガニ(*Limulus polyphemus*又は*Tachypleus tridentatus*)の血球抽出成分から調製された凍結乾燥品である．本試薬にはβ－グルカンに反応するG因子を除去，又はG因子系の反応を抑制したものもある．

ライネッケ塩　ライネッケ塩一水和物　を見よ．

ライネッケ塩一水和物　$NH_4[Cr(NH_3)_2(SCN)_4] \cdot H_2O$　暗赤色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数3310cm^{-1}，2130cm^{-1}，1633cm^{-1}，1400cm^{-1}，1261cm^{-1}及び711cm^{-1}付近に吸収を認める．

ライネッケ塩試液　ライネッケ塩一水和物0.5gに水20mLを加えて1時間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．48時間以内に使用する．

ラウリル硫酸ナトリウム　[医薬品各条]

ラウリル硫酸ナトリウム試液　ラウリル硫酸ナトリウム100gを水900mLに溶かし，1mol/L塩酸試液10mL及び水を加えて1000mLとする．

ラウリル硫酸ナトリウム試液，0.2%　ラウリル硫酸ナトリウム0.1gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸ナトリウム緩衝液に溶かし，50mLとする．

ラウロマクロゴール　[医薬品各条]

α－ラクトアルブミン　白色の粉末．牛乳由来．分子量約14200.

β－ラクトグロブリン　牛乳より製する．白色～淡黄色の粉末である．

窒素含量〈1.08〉　14%以上(乾燥物).

ラクトビオン酸　$C_{12}H_{22}O_{12}$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　113～118℃

純度試験　本品0.10gをメタノール／水混液(3：2)10mLに溶かした液10μLにつき，「エリスロマイシンラクトビオン酸塩」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

ラッカセイ油　[医薬品各条]

ラニチジンジアミン　$(C_{10}H_{18}N_2OS)_2 \cdot C_4H_4O_4$　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により測定するとき，波数2780cm^{-1}，1637cm^{-1}，1015cm^{-1}及び788cm^{-1}付近に吸収を認める．

含量　95%以上．　**定量法**　本品約0.1gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液)．ただし，滴定の終点は，液の紫色が青色を経て，緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝13.62mg $(C_{10}H_{18}N_2OS)_2 \cdot C_4H_4O_4$

ラニーニッケル，触媒用　本品は灰黒色の粉末で，ニッケル40～50%及びアルミニウム50～60%を含む合金である．

ラベタロール塩酸塩　$C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$　[医薬品各条]

ラベタロール塩酸塩，定量用　$C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$　[医薬品各条，「ラベタロール塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの]

L－ラムノース一水和物　$C_6H_{12}O \cdot H_2O$　白色の結晶性の粉末で，味は甘い．水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋7.8～＋8.3°(1g，水20mL，アンモニア試液2滴，100mm).

融点〈2.60〉　87～91℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgを水1mLに溶かし，メタノールを加えて正確に10mLとした液20μLにつき，「アラビアゴム」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない．

LAL試液　ライセート試液　を見よ．

LAL試薬　ライセート試薬　を見よ．

ランタン－アリザリンコンプレキソン試液　アンモニア水(28)1mLに水10mLを加えた液4mLに酢酸アンモニウム溶液(1→5)4mLを加える．この液にアリザリンコンプレキソン192mgを溶かし，アリザリンコンプレキソン原液とする．酢酸ナトリウム三水和物41gを水400mLに溶かし，酢酸(100)24mLを加えた液に，アリザリンコンプレキソン原液全量を加え，アセトン400mLを加えてアリザリンコンプレキソン溶液とする．別に塩酸2mLに水10mLを加えた液10mLに酸化ランタン(Ⅲ)163mgを加え，加熱して溶かし，酸化ランタン溶液とする．アリザリンコンプレキソン溶液に酸化ランタン溶液を加えてかき混ぜ，放冷後，酢酸(100)又はアンモニア水(28)を用いてpH約4.7に調整し，水を加えて1000mLとする．用時調製する．

リオチロニンナトリウム　$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$　[医薬品各条]

リオチロニンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$　[医薬品各条，「リオチロニンナトリウム」ただし，「リオチロニンナトリウム錠」の確認試験(1)

を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3～0.4の主スポット以外のスポットを認めないもの]

力価測定用培地，テセロイキン用　浮遊培養用培地1000mLに，ウシ胎児血清100mLを加える．4℃で保存する．

リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_9 \cdot xH_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約210℃(分解).

確認試験　本品の薄めたメタノール(1→2)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長215～219nm及び275～279nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かした液1μLにつき，「葛根湯エキス」の確認試験(5)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない.

(*Z*)－リグスチリド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{12}H_{14}O_2$　黄褐色の澄明な液であり，特異なにおいがある．メタノール又はエタノール(99.5)に混和し，水にほとんど溶けない.

確認試験　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長320～324nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本品1mgをメタノール10mLに溶かした液1μLにつき，「補中益気湯エキス」の確認試験(5)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.6の主スポット以外のスポットを認めない.

リシノプリル　リシノプリル水和物　を見よ.

リシノプリル，定量用　リシノプリル水和物，定量用　を見よ.

リシノプリル水和物　$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$　[医薬品各条]

リシノプリル水和物，定量用　$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$　[医薬品各条，「リシノプリル水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，リシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49)99.5%以上を含むもの]

リジルエンドペプチダーゼ　白色の粉末又は塊．*Achromobacter*属菌の産生する菌体外毒素．分子量27500.

L－リシン塩酸塩　$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$　[医薬品各条]

L－リジン塩酸塩　L－リシン塩酸塩　を見よ.

リスペリドン，定量用　$C_{23}H_{27}FN_4O_2$　[医薬品各条，「リスペリドン」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)99.5%以上を含むもの]

リゾチーム塩酸塩用基質試液　基質試液，リゾチーム塩酸塩用を見よ.

リドカイン，定量用　$C_{14}H_{22}N_2O$　[医薬品各条，「リドカイン」]

リトコール酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{40}O_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール(95)，酢酸(100)又はアセトンにやや溶けやすく，クロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約186℃

純度試験　類縁物質　本品25mgをとり，クロロホルム／エタノール(95)混液(9：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液1.0mLにクロロホルム／エタノール(95)混液(9：1)を加えて正確に100mLとする．この液10μLにつき，「ウルソデオキシコール酸」の純度試験(4)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.7の主スポット以外のスポットを認めない.

含量　98.0%.　**定量法**　本品を80℃で4時間減圧乾燥(酸化リン(V))し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLに溶かす．次にフェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定〈2.50〉する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝37.66mg $C_{24}H_{40}O_3$

リトドリン塩酸塩　$C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$　[医薬品各条]

リボフラビン　$C_{17}H_{20}N_4O_6$　[医薬品各条]

リボフラビンリン酸エステルナトリウム　$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$　[医薬品各条]

リモニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{26}H_{30}O_8$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又は酢酸エチルに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．融点：約290℃

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1759cm^{-1}，1709cm^{-1}，1166cm^{-1}，798cm^{-1}及び601cm^{-1}付近に吸収を認める.

純度試験　類縁物質　本品1mgを酢酸エチル1mLに溶かした液1μLにつき，「黄連解毒湯エキス」の確認試験(2)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない.

リモネン　$C_{10}H_{16}$　無色澄明の液で特異な芳香があり，味はやや苦い.

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.472～1.474

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.841～0.846

融点〈2.60〉　176～177℃

純度試験　類縁物質　本品0.1gをヘキサン25mLに溶かし，試料溶液とする．この液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりリモネンの量を求めるとき，97.0%以上である.

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ユーカリ油」の定量法の操作条件を準用する.

検出感度：試料溶液1mLを量り，ヘキサンを加えて100mLとする．この液2μLから得たリモネンのピーク高さがフルスケールの40～60%となるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリモネンの保持時間の約3倍の範囲

硫化アンモニウム試液　$(NH_4)_2S$　[K 8943，硫化アンモニウム溶液(無色)，1級]　遮光した小瓶に全満して保存する.

硫化水素　H_2S　無色の有毒ガスで空気より重く，水に溶ける．硫化鉄(Ⅱ)に希硫酸又は希塩酸を作用させて製する．希酸を作用させるとき，硫化水素を発生するものであれば，硫化鉄(Ⅱ)以外の硫化物を代用してもよい.

硫化水素試液　硫化水素の飽和溶液である．冷水に硫化水素を通じて製する.

貯法　遮光した瓶にほとんど全満して冷暗所に保存する.

硫化鉄　硫化鉄(Ⅱ)　を見よ.

硫化鉄(Ⅱ)　FeS　[K 8948，硫化水素発生用]

硫化ナトリウム　硫化ナトリウム九水和物　を見よ．

硫化ナトリウム九水和物　$Na_2S・9H_2O$　[K 8949，特級]

硫化ナトリウム試液　硫化ナトリウム九水和物5gを水10mL及びグリセリン30mLの混液に溶かす．又は水酸化ナトリウム5gを水30mL及びグリセリン90mLの混液に溶かし，その半容量に冷時硫化水素を飽和し，それに残りの半容量を混和する．遮光した瓶にほとんど全満して保存する．調製後3箇月以内に用いる．

硫酸　H_2SO_4　[K 8951，特級]

硫酸，希　硫酸5.7mLを水10mLに注意しながら加え，冷後，水を加えて100mLとする(10%).

硫酸，精製　硫酸をビーカーに入れ，白煙を生じるまで加熱し，更に3分間注意して穏やかに加熱し，冷後，使用する．

硫酸，発煙　$H_2SO_4・nSO_3$　[K 8741，発煙硫酸，特級]

硫酸，硫酸呈色物用　あらかじめ，次の方法で含量を測定した硫酸に注意して水を加え，硫酸(H_2SO_4)94.5～95.5%に調整する．保存中，水分を吸収して濃度が変わったときは新たに製する．

定量法　硫酸約2gを共栓フラスコ中に速やかに精密に量り，水30mLを加え，冷後，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液2～3滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝49.04mg H_2SO_4

硫酸試液　硫酸1容を水2容に注意しながら加え，水浴上で加温しながら液の微赤色が消えずに残るまで過マンガン酸カリウム試液を滴加する．

硫酸試液，0.05mol/L　0.5mol/L硫酸試液100mLに水を加えて1000mLとする．

硫酸試液，0.25mol/L　硫酸15mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸試液，0.5mol/L　硫酸30mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸試液，1mol/L　硫酸60mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸試液，2mol/L　硫酸120mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸試液，5mol/L　硫酸300mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸・エタノール試液　硫酸3mLをエタノール(99.5)1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸・水酸化ナトリウム試液　A液：硫酸120mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

B液：水酸化ナトリウム88.0gを新たに煮沸して冷却した水1000mLに溶かす．A液及びB液を等容量混ぜる．

硫酸・ヘキサン・メタノール試液　メタノール／ヘキサン混液(3：1)230mLに硫酸2mLを注意して加える．

硫酸・メタノール試液　メタノール40mLに硫酸60mLを注意しながら加える．

硫酸・メタノール試液，0.05mol/L　硫酸3mLをメタノール1000mLにかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液　硫酸6.8mLを水500mLに加え，これにリン酸二水素ナトリウム二水和物50gを溶かし，水を加えて1000mLとする．

硫酸亜鉛　硫酸亜鉛七水和物　を見よ．

硫酸亜鉛，容量分析用　硫酸亜鉛七水和物　を見よ．

硫酸亜鉛七水和物　$ZnSO_4・7H_2O$　[K 8953，特級]

硫酸亜鉛試液　硫酸亜鉛七水和物10gを水に溶かし，100mLとする．

硫酸アトロピン　アトロピン硫酸塩水和物　を見よ．

硫酸アトロピン，定量用　アトロピン硫酸塩水和物，定量用　を見よ．

硫酸アトロピン，薄層クロマトグラフィー用　アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

硫酸4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン　4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩一水和物　を見よ．

硫酸4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン試液　4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩試液　を見よ．

硫酸アルミニウムカリウム　硫酸カリウムアルミニウム十二水和物　を見よ．

硫酸アンモニウム　$(NH_4)_2SO_4$　[K 8960，特級]

硫酸アンモニウム緩衝液　硫酸アンモニウム264gを水1000mLに溶かし，0.5mol/L硫酸試液1000mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．この液のpHは約1である．

硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物　$FeSO_4(NH_4)_2SO_4・6H_2O$　[K 8979，特級]

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物　$FeNH_4(SO_4)_2・12H_2O$　[K 8982，硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)・12水，特級]

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物8gを水に溶かし，100mLとする．

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，希　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mLに1mol/L塩酸試液1mL及び水を加えて100mLとする．

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，酸性　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物20gを水に溶かし，硫酸9.4mLを加え，更に水を加えて100mLとする．

硫酸カナマイシン　カナマイシン硫酸塩　を見よ．

硫酸カリウム　K_2SO_4　[K 8962，特級]

硫酸カリウムアルミニウム十二水和物　$AlK(SO_4)_2・12H_2O$　[K 8255，硫酸カリウムアルミニウム・12水，特級]

硫酸カリウム試液　硫酸カリウム1gを水に溶かし，100mLとする．

硫酸キニジン　キニジン硫酸塩水和物　を見よ．

硫酸キニーネ　キニーネ硫酸塩水和物　を見よ．

硫酸ジベカシン　ジベカシン硫酸塩　を見よ．

硫酸水素カリウム　$KHSO_4$　[K 8972，特級]

硫酸水素テトラブチルアンモニウム　テトラブチルアンモニウム硫酸水素塩　を見よ．

硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物　$Ce(SO_4)_2・4H_2O$　[K 8976，特級]

硫酸第一鉄　硫酸鉄(Ⅱ)七水和物　を見よ．

硫酸第一鉄試液　硫酸鉄(Ⅱ)試液　を見よ．

硫酸第一鉄アンモニウム　硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物　を見よ．

硫酸第二セリウムアンモニウム　硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物　を見よ．

硫酸第二セリウムアンモニウム試液　硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液　を見よ．

硫酸第二セリウムアンモニウム・リン酸試液　硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)・リン酸試液　を見よ．

硫酸第二鉄　硫酸鉄(Ⅲ)*n*水和物　を見よ．

硫酸第二鉄試液　硫酸鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

硫酸第二鉄アンモニウム　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物　を見よ．

硫酸第二鉄アンモニウム試液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液　を見よ．

硫酸第二鉄アンモニウム試液，希　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，希　を見よ．

硫酸呈色物用硫酸　硫酸，硫酸呈色物用　を見よ．

硫酸鉄(Ⅱ)七水和物　$FeSO_4 \cdot 7H_2O$　[K 8978，特級]

硫酸鉄(Ⅱ)試液　硫酸鉄(Ⅱ)七水和物8gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かす．用時製する．

硫酸鉄(Ⅲ)*n*水和物　$Fe_2(SO_4)_3 \cdot xH_2O$　[K 8981，特級]

硫酸鉄(Ⅲ)試液　硫酸鉄(Ⅲ)*n*水和物50gを過量の水に溶かし，硫酸200mL及び水を加えて1000mLとする．

硫酸銅　硫酸銅(Ⅱ)五水和物　を見よ．

硫酸銅，無水　硫酸銅(Ⅱ)　を見よ．

硫酸銅試液　硫酸銅(Ⅱ)試液　を見よ．

硫酸銅試液，アルカリ性　硫酸銅(Ⅱ)試液，アルカリ性　を見よ．

硫酸銅・ピリジン試液　硫酸銅(Ⅱ)・ピリジン試液　を見よ．

硫酸銅(Ⅱ)　$CuSO_4$　[K 8984，1級]

硫酸銅(Ⅱ)五水和物　$CuSO_4 \cdot 5H_2O$　[K 8983，特級]

硫酸銅(Ⅱ)試液　硫酸銅(Ⅱ)五水和物12.5gを水に溶かし，100mLとする(0.5mol/L).

硫酸銅(Ⅱ)試液，アルカリ性　炭酸水素カリウム150g，炭酸カリウム101.4g及び硫酸銅(Ⅱ)五水和物6.93gを水に溶かし，1000mLとする．

硫酸銅(Ⅱ)・ピリジン試液　硫酸銅(Ⅱ)五水和物4gを水90mLに溶かし，ピリジン30mLを加える．用時製する．

硫酸ナトリウム　硫酸ナトリウム十水和物　を見よ．

硫酸ナトリウム，無水　Na_2SO_4　[K 8987，硫酸ナトリウム，特級]

硫酸ナトリウム十水和物　$Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$　[K 8986，特級]

硫酸ニッケルアンモニウム　硫酸ニッケル(Ⅱ)アンモニウム六水和物　を見よ．

硫酸ニッケル(Ⅱ)アンモニウム六水和物　$(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$　緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品1gをとり，水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLに塩化バリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の試料溶液5mLに8mol/L水酸化ナトリウム試液5mLを加えるとき，緑色の沈殿を生じ，加熱するときアンモニアを発生する．

（3）　(1)の試料溶液5mLにアンモニア試液及びジメチルグリオキシム試液1mLを加えるとき，赤色の沈殿を生ずる．

含量　99.0%以上．　**定量法**　本品約1gを精密に量り，水100mL及び塩化アンモニウム試液5mLを加えた後，0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液20mLを正確に加え，50～60℃に加温した後，薄めたアンモニア水(28)(1→2)10mLを加え，0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する(指示薬：ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬50mg)．ただし，滴定の終点は，液の緑色が青紫に変わるときとする．

0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝39.50mg $(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

硫酸バメタン　バメタン硫酸塩　を見よ．

硫酸ヒドラジニウム　$N_2H_6SO_4$　[K 8992，特級]

硫酸ヒドラジニウム試液　硫酸ヒドラジニウム1.0gを水に溶かして100mLとする．

硫酸ヒドラジン　硫酸ヒドラジニウム　を見よ．

硫酸ビンクリスチン　ビンクリスチン硫酸塩　を見よ．

硫酸ビンブラスチン　ビンブラスチン硫酸塩　を見よ．

硫酸ベカナマイシン　ベカナマイシン硫酸塩　を見よ．

硫酸マグネシウム　硫酸マグネシウム七水和物　を見よ．

硫酸マグネシウム七水和物　$MgSO_4 \cdot 7H_2O$　[K 8995，特級]

硫酸マグネシウム試液　硫酸マグネシウム七水和物12gを水に溶かし，100mLとする(0.5mol/L).

硫酸4－メチルアミノフェノール　4－メチルアミノフェノール硫酸塩　を見よ．

硫酸*p*－メチルアミノフェノール　4－メチルアミノフェノール硫酸塩　を見よ．

硫酸4－メチルアミノフェノール試液　4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液　を見よ．

硫酸*p*－メチルアミノフェノール試液　4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液　を見よ．

硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物　$Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)_2SO_4 \cdot 2H_2O$　[K 8977，特級]

硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液　硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物6.8gを薄めた硫酸(3→100)に溶かし，100mLとする．

硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)・リン酸試液　硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物0.1gを薄めたリン酸(4→5)に溶かし，100mLとする．

硫酸リチウム　硫酸リチウム一水和物　を見よ．

硫酸リチウム一水和物　$Li_2SO_4 \cdot H_2O$　[K 8994，特級]

流動パラフィン　パラフィン，流動　を見よ．

両性担体液，pH3～10用　ごくうすい黄色の液体．多種類の分子からなる混合物で，緩衝能は0.35mmol/pH・mL．ポリアクリルアミドゲルに混入し，電場をかけるとき，pH3～10の範囲でpH勾配を形成するもの．

両性担体液，pH6～9用　ポリアクリルアミドゲルに混入し，電場をかけるとき，pH6～9の範囲でpH勾配を形成する，緩衝能0.35mmol/pH・mLの液を，水で約20倍に薄めた，ほとんど無色の液．

両性担体液，pH8～10.5用　ごくうすい黄色の液体．多種類の分子からなる混合物で，緩衝能は0.35mmol/pH・mL．ポリアクリルアミドゲルに混入し，電場をかけるとき，pH8～10.5の範囲でpH勾配を形成するもの．

リンコフィリン，成分含量測定用　リンコフィリン，定量用　を見よ．

リンコフィリン，定量用　$C_{22}H_{28}N_2O_4$　リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(245nm)：473～502　[5mg，メタノール／希酢酸混液(7：3)，500mL]．ただし，デシケーター(シ

リカゲル)で24時間乾燥したもの.

純度試験　類縁物質　本品5mgをメタノール／希酢酸混液(7：3)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリンコフィリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリンコフィリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「チョウトウコウ」の定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリンコフィリンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「チョウトウコウ」の定量法のシステムの適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たリンコフィリンのピーク面積が，標準溶液のリンコフィリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する.

リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{22}H_{28}N_2O_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール(99.5)又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：205～209℃

確認試験　本品のメタノール／希酢酸混液(7：3)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長242～246nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをアセトン1mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値約0.5の主スポット以外のスポットを認めない.

リン酸　H_3PO_4　[K 9005，りん酸，特級]

リン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液，pH2.0　リン酸6.77mL，酢酸(100)5.72mL及びホウ酸6.18gを水に溶かし，1000mLとする．この液に0.5mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.0に調整する.

リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液，pH2.3　無水硫酸ナトリウム28.4gを水1000mLに溶かし，更にリン酸2.7mLを加える．必要ならば2－アミノエタノールを加えてpH2.3に調整する.

リン酸一水素カリウム　リン酸水素二カリウム　を見よ.

リン酸一水素カリウム試液，1mol/L，緩衝液用　リン酸水素二カリウム試液，1mol/L，緩衝液用　を見よ.

リン酸一水素カリウム・クエン酸緩衝液，pH5.3　リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液，pH5.3　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム十二水和物を見よ.

リン酸一水素ナトリウム，無水　リン酸水素二ナトリウム，無水　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム，無水，pH測定用　リン酸水素二ナトリウム，pH測定用　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム試液　リン酸水素二ナトリウム試液を見よ.

リン酸一水素ナトリウム試液，0.05mol/L　リン酸水素二ナトリウム試液，0.05mol/L　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム試液，0.5mol/L　リン酸水素二ナトリウム試液，0.5mol/L　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH4.5　リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH4.5　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.0　リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.0　を見よ.

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH5.4　リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH5.4　を見よ.

リン酸塩緩衝液，サイコ成分含量測定用　リン酸塩緩衝液，サイコ定量用　を見よ.

リン酸塩緩衝液，サイコ定量用　0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液100mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液59mLを加える.

リン酸塩緩衝液，パンクレアチン用　無水リン酸水素二ナトリウム3.3g，リン酸二水素カリウム1.4g及び塩化ナトリウム0.33gを水に溶かし，100mLとする.

リン酸塩緩衝液，ブシ用　リン酸水素二ナトリウム十二水和物19.3gを水3660mLに溶かし，リン酸12.7gを加える.

リン酸塩緩衝液，マイクロプレート洗浄用　リン酸二水素ナトリウム二水和物0.62g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物9.48g．塩化ナトリウム52.6g，ポリソルベート80　3.0g及びポリオキシエチレン(40)オクチルフェニルエーテル1.8gを水に溶かし，600mLとする．用時，この液1容に水9容を加える.

リン酸塩緩衝液，0.01mol/L，pH6.8　リン酸二水素カリウム1.36gを水900mLに溶かし，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH6.8に調整した後，水を加えて1000mLとする.

リン酸塩緩衝液，0.02mol/L，pH3.0　リン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を用いてpH3.0に調整する.

リン酸塩緩衝液，0.02mol/L，pH3.5　リン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を用いてpH3.5に調整する.

リン酸塩緩衝液，0.02mol/L，pH8.0　0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに水300mLを加え，水酸化ナトリウム試液でpH8.0に調整し，水を加えて500mLとする.

リン酸塩緩衝液，0.03mol/L，pH7.5　リン酸二水素カリウム4.083gを水800mLに溶かし，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.5に調整した後，水を加えて1000mLとする.

リン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH3.5　0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液1000mLに，薄めたリン酸(49→10000)を加えてpH3.5に調整する.

リン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH6.0　緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液5.70mL及び水を加えて200mLとする.

リン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH7.0　リン酸水素二カリウム

4.83g及びリン酸二水素カリウム3.02gを水1000mLに溶かし，リン酸又は水酸化カリウム試液を加えてpH7.0に調整する．

リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH4.5 リン酸二水素カリウム13.61gを水750mLに溶かし，水酸化カリウム試液を加えてpH4.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH5.3 リン酸水素二ナトリウム十二水和物0.44g及びリン酸二水素カリウム13.32gを水750mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液又はリン酸を加えてpH5.3に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH6.8 リン酸二水素カリウム6.4g及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物18.9gを水750mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH6.8に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.9gを水に溶かし，500mLとした液に，リン酸二水素カリウム6.8gを水に溶かし，500mLとした液をpH7.0になるまで加える(容量比約2：1)．

リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0 無水リン酸水素二ナトリウム13.2g及びリン酸二水素カリウム0.91gを水約750mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0，抗生物質用 リン酸水素二カリウム16.73g及びリン酸二水素カリウム0.523gを水750mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，0.2mol/L，pH10.5 リン酸水素二カリウム34.8gを水750mLに溶かし，8mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH10.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，1/15mol/L，pH5.6 リン酸二水素カリウム9.07gを水約750mLに溶かし，水酸化カリウム試液を加えてpH5.6に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH3.0 リン酸二水素カリウム136gを水に溶かし，1000mLとする．この液にリン酸を滴加し，pH3.0に調整する．

リン酸塩緩衝液，pH3.1 リン酸二水素カリウム136.1gを水500mLに溶かし，リン酸6.3mLを加えた後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH5.9 リン酸二水素カリウム6.8gを水800mLに溶かし，薄めた水酸化カリウム試液(1→10)を加えてpH5.9に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH6.0 リン酸二水素カリウム8.63g及び無水リン酸水素二ナトリウム1.37gを水750mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸(1→15)を加えてpH6.0に調整した後，水を加えて1000mLにする．

リン酸塩緩衝液，pH6.2 リン酸二水素カリウム9.08gを水1000mLに溶かす．この液800mLに，無水リン酸水素二ナトリウム9.46gを水1000mLに溶かした液200mLを加える．必要ならば，更にいずれかの液を加えてpH6.2に調整する．

リン酸塩緩衝液，pH6.5 緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液15.20mL及び水を加えて200mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH6.5，抗生物質用 リン酸水素二ナトリウム十二水和物10.5g及びリン酸二水素カリウム5.8gを水750mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH6.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH6.8 リン酸二水素カリウム3.40g及び無水リン酸水素二ナトリウム3.55gを水に溶かし，1000mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH7.0 緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液29.54mL及び水を加えて200mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH7.2 緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液34.7mL及び水を加えて200mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH7.4 緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液39.50mL及び水を加えて200mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH8.0 緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液46.1mL及び水を加えて200mLとする．

リン酸塩緩衝液，pH12 無水リン酸水素二ナトリウム5.44gをとり，水酸化ナトリウム試液36.5mLを加えた後，水約40mLを加えてよく振り混ぜて溶かし，水を加えて100mLとする．

リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液，0.01mol/L，pH7.4 リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.93g，リン酸二水素カリウム0.25g及び塩化ナトリウム9gを水に溶かし，1000mLとする．

リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 塩化ナトリウム8.0g，塩化カリウム0.2g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.9g及びリン酸二水素カリウム0.2gに水を加えて溶かし，1000mLとする．

リン酸塩試液 リン酸水素二カリウム2.0g及びリン酸二水素カリウム8.0gを水に溶かし，1000mLとする．

リン酸コデイン，定量用 コデインリン酸塩水和物，定量用を見よ．

リン酸三ナトリウム十二水和物 $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ [K 9012，りん酸三ナトリウム・12水，特級]

リン酸ジヒドロコデイン，定量用 ジヒドロコデインリン酸塩，定量用 を見よ．

リン酸水素アンモニウムナトリウム リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 を見よ．

リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 $NaNH_4HPO_4 \cdot 4H_2O$ [K 9013，りん酸水素アンモニウムナトリウム四水和物，特級]

リン酸水素二アンモニウム $(NH_4)_2HPO_4$ [K 9016，りん酸水素二アンモニウム，特級]

リン酸水素二カリウム K_2HPO_4 [K 9017，りん酸水素二カリウム，特級]

リン酸水素二カリウム試液，1mol/L，緩衝液用 リン酸水素二カリウム174.18gを水に溶かし，1000mLとする．

リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液，pH5.3 緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液100mLに緩衝液用1mol/Lクエン酸試液38mL及び水を加えて200mLとする．

リン酸水素二ナトリウム，pH測定用 Na_2HPO_4 [K 9020，りん酸水素二ナトリウム，pH標準液用]

リン酸水素二ナトリウム，無水 Na_2HPO_4 [K 9020，りん酸水素二ナトリウム，特級]

リン酸水素二ナトリウム十二水和物　$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$　[K 9019，りん酸水素二ナトリウム・12水，特級]

リン酸水素二ナトリウム試液　リン酸水素二ナトリウム十二水和物12gを水に溶かし，100mLとする(0.3mol/L).

リン酸水素二ナトリウム試液，0.05mol/L　無水リン酸水素二ナトリウム7.098gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸水素二ナトリウム試液，0.5mol/L　無水リン酸水素二ナトリウム70.982gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用，pH4.5　リン酸水素二ナトリウム十二水和物71.6gを水に溶かし，1000mLとする．この液に，クエン酸一水和物21.0gを水に溶かして1000mLとした液をpH4.5になるまで加える(容積比約44：56).

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，0.05mol/L，pH6.0　0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液1000mLに，クエン酸一水和物5.25gを水に溶かして1000mLとした液を加え，pH6.0に調整する.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH3.0　リン酸水素二ナトリウム十二水和物35.8gを水に溶かし，500mLとする．この液に，クエン酸一水和物42.0gを水に溶かして2000mLとした液を，pH3.0になるまで加える.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH4.5　クエン酸一水和物21.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物35.82gを水に溶かして1000mLとした液をpH4.5になるまで加える.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH5.0　無水リン酸水素二ナトリウム7.1gを水に溶かし，1000mLとする．この液にクエン酸一水和物5.25gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH5.0に調整する.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH5.4　クエン酸一水和物1.05g及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物2.92gを水200mLに溶かし，必要ならばリン酸又は水酸化ナトリウム試液を加えてpH5.4に調整する.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.0　リン酸水素二ナトリウム十二水和物71.6gを水に溶かし，1000mLとする．この液に，クエン酸一水和物21.0gを水に溶かして1000mLとした液をpH6.0になるまで加える(容量比約63：37).

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH7.2　無水リン酸水素二ナトリウム7.1gを水に溶かし，1000mLとする．この液に，クエン酸一水和物5.3gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH7.2に調整する.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH7.5　0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液1000mLに，クエン酸一水和物5.25gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH7.5に調整する.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH3.0　リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH3.0　を見よ.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH5.4　リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH5.4　を見よ.

リン酸テトラブチルアンモニウム　テトラブチルアンモニウムリン酸二水素塩　を見よ.

リン酸トリス(4－*t*－ブチルフェニル)　$[(CH_3)_3CC_6H_4O]_3PO$　白色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点〈*2.60*〉　100～104℃

リン酸ナトリウム　リン酸三ナトリウム十二水和物　を見よ.

リン酸ナトリウム緩衝液，0.1mol/L，pH7.0　リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.9gを水に溶かし，500mLとした液に，リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水に溶かし，500mLとした液をpH7.0になるまで加える.

リン酸ナトリウム試液　無水リン酸水素二ナトリウム5.68g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物6.24gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素アンモニウム　$NH_4H_2PO_4$　[K 9006，りん酸二水素アンモニウム，特級]

リン酸二水素アンモニウム試液，0.02mol/L　リン酸二水素アンモニウム2.30gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素カリウム　KH_2PO_4　[K 9007，りん酸二水素カリウム，特級]

リン酸二水素カリウム，pH測定用　KH_2PO_4　[K 9007，りん酸二水素カリウム，pH標準液用]

リン酸二水素カリウム試液，0.01mol/L，pH4.0　リン酸二水素カリウム1.4gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH4.0に調整する.

リン酸二水素カリウム試液，0.02mol/L　リン酸二水素カリウム2.72gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.05mol/L　リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.05mol/L，pH3.0　0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH3.0に調整する.

リン酸二水素カリウム試液，0.05mol/L，pH4.7　リン酸二水素カリウム6.80gを水900mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液でpHを正確に4.7に調整し，水を加えて1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.1mol/L　リン酸二水素カリウム13.61gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.1mol/L，pH2.0　リン酸二水素カリウム13.6gを水に溶かし，1000mLとする．この液にリン酸を加えてpH2.0に調整する.

リン酸二水素カリウム試液，0.25mol/L，pH3.5　リン酸二水素カリウム34gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.2mol/L　リン酸二水素カリウム27.22gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.2mol/L，緩衝液用　pH測定用リン酸二水素カリウム27.218gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素カリウム試液，0.33mol/L　リン酸二水素カリウム4.491gを水に溶かし，100mLとする.

リン酸二水素ナトリウム　リン酸二水素ナトリウム二水和物を見よ.

リン酸二水素ナトリウム，無水　NaH_2PO_4　白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．吸湿性がある.

　本品の水溶液は，酸性である.

リン酸二水素ナトリウム二水和物　$NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$　[K 9009，りん酸二水素ナトリウム二水和物，特級]

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05mol/L　リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水に溶かし，1000mLとする.

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05mol/L，pH2.6　リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.6に調整し，水を加えて1000mLとする．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05mol/L，pH3.0　リン酸二水素ナトリウム二水和物3.45gを水500mLに溶かし，リン酸2.45gを水で500mLとした液を加えて，pH3.0に調整する．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.1mol/L　リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水450mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpHを正確に5.8に調整し，水を加えて500mLとする．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.1mol/L，pH3.0　リン酸二水素ナトリウム二水和物15.60gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整し，水を加えて1000mLとする．

リン酸二水素ナトリウム試液，2mol/L　リン酸二水素ナトリウム二水和物312.02gを水に溶かし，1000mLとする．

リン酸二水素ナトリウム試液，pH2.2　リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56gを水800mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.2に調整した後，水を加えて1000mLとする．

リン酸二水素ナトリウム試液，pH2.5　リン酸二水素ナトリウム二水和物2.7gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

リン酸リボフラビンナトリウム　リボフラビンリン酸エステルナトリウム　を見よ．

リンタングステン酸　リンタングステン酸*n*水和物　を見よ．

リンタングステン酸*n*水和物　$P_2O_5 \cdot 24WO_3 \cdot xH_2O$　白色～帯黄緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品の水溶液(1→10)5mLに，酸性塩化スズ(Ⅱ)試液1mLを加え，加熱するとき，青色の沈殿を生じる．

リンタングステン酸試液　リンタングステン酸*n*水和物1gを水に溶かし，100mLとする．

リンモリブデン酸　リンモリブデン酸*n*水和物　を見よ．

リンモリブデン酸*n*水和物　$P_2O_5 \cdot 24MoO_3 \cdot xH_2O$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10)10mLに，アンモニア試液0.5mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じ，アンモニア試液2mLを加えるとき，沈殿は溶ける．更に硝酸(1→2)5mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→10)5mLに，アンモニア試液1mL及びマグネシア試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{10}O_6$　淡黄色～黄褐色の結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約310℃(分解)．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール1mLに溶かした液10μLにつき，「キクカ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.7の主スポット以外のスポットを認めない．

レイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_8O_6$　黄色の粉末である．アセトンに極めて溶けにくく，水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．融点：約320℃(分解)．

確認試験　本品のメタノール溶液(3→500000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm，255～259nm及び429～433nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをアセトン10mLに溶かした液2μLにつき，「大黄甘草湯エキス」の確認試験(1)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.3の主スポット以外のスポットを認めない．

レザズリン　$C_{12}H_6NNaO_4$　帯褐紫色の結晶性粉末で，水に溶けて紫色を呈する．

強熱残分〈2.44〉　28.5%以下(1g)．

レジブフォゲニン，成分含量測定用　レジブフォゲニン，定量用　を見よ．

レジブフォゲニン，定量用　$C_{24}H_{32}O_4 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(300nm)：131～145(10mg，メタノール，250mL)．ただし，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品40mgを精密に量り，以下定量用ブファリンの純度試験を準用する．

含量　98.0%以上．　**定量法**　本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりレジブフォゲニンの量を求める．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：レジブフォゲニンの保持時間が約9分になるように調整する．

カラムの選定：本品，定量用ブファリン及び定量用シノブファギン10mgずつをメタノールに溶かして200mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．この溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．標準溶液(2)20μLから得たレジブフォゲニンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液(1)20μLから得たレジブフォゲニンのピーク高さがフルスケールの20%前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からレジブフォゲニンの保持時間の約2倍の範囲

レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{32}O_4 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．メタノール又はアセトンに溶けやすい．

純度試験　類縁物質　本品5.0mgにアセトン5mLを正確に加えて溶かした液5μLにつき，「センソ」の確認試験を準用し，

試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

レソルシノール　$C_6H_4(OH)_2$　[K 9032，特級]

レソルシノール試液　レソルシノール0.1gを塩酸10mLに溶かす，用時製する．

レソルシノール・硫酸試液　レソルシノール0.1gを薄めた硫酸(1→10)10mLに溶かす．

レゾルシン　レソルシノール　を見よ．

レゾルシン試液　レソルシノール試液　を見よ．

レゾルシン硫酸試液　レソルシノール・硫酸試液　を見よ．

レバミピド，定量用　$C_{19}H_{15}ClN_2O_4$　[医薬品各条，「レバミピド」ただし，乾燥したものを定量するとき，レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)99.5%以上を含むもの]

レバロルファン酒石酸塩，定量用　$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$　[医薬品各条，「レバロルファン酒石酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，レバロルファン酒石酸塩($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$)99.0%以上を含むもの]

レボチロキシンナトリウム　レボチロキシンナトリウム水和物を見よ．

レボチロキシンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用を見よ．

レボチロキシンナトリウム水和物　$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条]

レボチロキシンナトリウム水和物，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$　[医薬品各条，「レボチロキシンナトリウム水和物」ただし，「レボチロキシンナトリウム水和物」の純度試験(3)を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.26の主スポット以外のスポットを認めないもの]

L－ロイシン　$C_6H_{13}NO_2$　[医薬品各条]

L－ロイシン，定量用　$C_6H_{13}NO_2$　[医薬品各条，「L－ロイシン」ただし，乾燥したものを定量するとき，L－ロイシン($C_6H_{13}NO_2$)99.0%以上を含むもの]

ロガニン，成分含量測定用　ロガニン，定量用　を見よ．

ロガニン，定量用　ロガニン，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(235nm)：275～303(デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥後，5mg，メタノール，500mL)．

純度試験　類縁物質　本品2mgを移動相5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロガニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のロガニンのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

面積測定範囲：ロガニンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

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

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たロガニンのピーク面積が，標準溶液のロガニンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

ロガニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{26}O_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．融点：221～227℃

純度試験　類縁物質　本品1.0mgをメタノール2mLに溶かした液10μLにつき，「サンシュユ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩　$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$　[医薬品各条]

ローズベンガル　生薬の微生物限度試験法〈*5.02*〉　を見よ．

ローズベンガル試液　生薬の微生物限度試験法〈*5.02*〉　を見よ．

ロスマリン酸，成分含量測定用　ロスマリン酸，定量用　を見よ．

ロスマリン酸，定量用　ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(325nm)：502～534(5mg，水，500mL)．

純度試験　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品5mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロスマリン酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のロスマリン酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(800：200：1)

流量：ロスマリン酸の保持時間が約14分になるように調整する．

面積測定範囲：ロスマリン酸の保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得られたロスマリン酸のピーク面積が，標準溶液10μLから得たロスマリン酸のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロスマリン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロスマリン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{16}O_8$　白色

～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール(99.5)に溶けやすく，水に溶けにくい．融点：約170℃(分解).

確認試験　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長215～219nm及び322～326nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品10mgをエタノール(99.5)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，「半夏厚朴湯エキス」の確認試験(2)を準用して試験を行うとき，試料溶液から得たR_f値約0.5の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

ロック・リンゲル試液

塩化ナトリウム	9.0g
塩化カリウム	0.42g
塩化カルシウム二水和物	0.24g
塩化マグネシウム六水和物	0.2g
炭酸水素ナトリウム	0.5g
ブドウ糖	0.5g
硬質フラスコで新たに蒸留した水	適量
全量	1000mL

用時製する．ただし，ブドウ糖，炭酸水素ナトリウム以外の成分は濃厚な原液として冷所に保存し，用時薄めて用いてもよい.

ロバスタチン　$C_{24}H_{36}O_5$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリル又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

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

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

ワセリン　[医薬品各条，「黄色ワセリン」又は「白色ワセリン」]

ワルファリンカリウム，定量用　$C_{19}H_{15}KO_4$　[医薬品各条，「ワルファリンカリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)99.0%以上を含むもの]

9.42　クロマトグラフィー用担体／充てん剤

アミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

4級アルキルアミノ化スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲル　アミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用4級アルキルアミノ化スチレン－ジビニルベンゼン共重合体　4級アルキルアミノ化スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル　オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリカゲル　オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリガゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー　オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル　オクチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲル　カルバモイル基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂　強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲル　強酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲル　グリコールエーテル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度6%）　ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度6%)，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度8%）　ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度8%)，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲル　シアノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子　ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ジオールシリカゲル　ジオールシリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼン－メタクリラート共重合体　ジビニルベンゼン－メタクリラート共重合体，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル　ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂　弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲル　弱酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用シリカゲル　シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲル　親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体　スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグ

ラフィー用　を見よ.

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

液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲル　多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体　多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲル　トリメチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル　ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲル　フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲル　フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲル　フルオロシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲル　ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ　ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用に製造したもの.

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）　薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルに蛍光剤を加えたもの.

オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ.

オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

オクチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

ガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボン　グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土　ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用シリカゲル　シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径0.5nm）　ゼオライト(孔径0.5nm)，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリルージビニルベンゼン共重合体（孔径0.06～0.08μm，100～200m^2/g）　多孔性アクリロニトリルージビニルベンゼン共重合体(孔径0.06～0.08μm，100～200m^2/g)，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体　多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径0.0075μm，500～600m^2/g）　多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0075μm，500～600m^2/g)，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g）　多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g)，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズ　多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用テフロン　テフロン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用テレフタル酸　テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

ガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマー　四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂　強塩基性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂　強酸性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム　合成ケイ酸マグネシウム，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用ジエチルアミノエチルセルロース　ジエチルアミノエチルセルロース，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体　ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用中性アルミナ　中性アルミナ，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カラムクロマトグラフィー用ポリアミド　ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用　を見よ.

カルバモイル基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

強塩基性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの.

強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

強酸性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの.

強酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロ

マトグラフィー用に製造したもの.

グリコールエーテル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用シリカゲルにグリコール基を結合したもの.

クロマトグラフィー用ケイソウ土　ケイソウ土，クロマトグラフィー用　を見よ.

クロマトグラフィー用中性アルミナ　中性アルミナ，クロマトグラフィー用　を見よ.

ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

ケイソウ土，クロマトグラフィー用　クロマトグラフィー用に製造したもの.

ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度6%)，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度8%)，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

合成ケイ酸マグネシウム，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの(粒度150～250μm).

シアノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，液体クロマトグラフィー用　親水性合成高分子にジエチルアミノエチル基を結合して液体クロマトグラフィー用に製造したもの．交換容量は約0.1mg当量/cm^3.

ジエチルアミノエチルセルロース，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの.

ジオールシリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの.

ジビニルベンゼン－メタクリラート共重合体，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲルに蛍光剤を加えたもの.

弱塩基性DEAE－架橋デキストラン陰イオン交換体(Cl型)　DEAE－架橋デキストラン陰イオン交換体(Cl型)，弱塩基性を見よ.

弱酸性CM－架橋セルロース陽イオン交換体(H型)　多孔性を有する真球状セルロースを架橋して強度を持たせ，カルボキシルメチル基を導入した弱酸性陽イオン交換体.

弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

弱酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用に製造したもの.

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに蛍光剤を加えたもの.

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(混合蛍光剤入り)　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに混合蛍光剤を加えたもの.

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(粒径5～7μm，蛍光剤入り)　高性能薄層クロマトグラフィー用に製造したもの.

親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造した多孔性ジオール化シリカゲルで，粒子径5～10μmのもの.

スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

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

ゼオライト(孔径0.5nm)，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

セルロース，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用に製造したもの.

セルロース，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　薄層クロマトグラフィー用セルロースに蛍光剤を加えたもの.

多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

多孔性アクリロニトリル－ジビニルベンゼン共重合体(孔径0.06～0.08μm，100～200m^2/g)，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0075μm，500～600m^2/g)，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．平均孔径は0.0075μm，表面積は1gにつき500～600m^2である.

多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g)，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．平均孔径は0.0085μm，表面積は1gにつき300～400m^2である.

多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

中性アルミナ，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの.

中性アルミナ，クロマトグラフィー用　クロマトグラフィー用に製造したもの(粒度75～180μm).

DEAE－架橋デキストラン陰イオン交換体(Cl型)，弱塩基性　ゲルろ過担体架橋デキストランにジエチルアミノエチル基を導入した弱塩基性陰イオン交換体.

テフロン，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_6H_4(COOH)_2$　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

トリメチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの.

薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル　オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）　オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)　ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(混合蛍光剤入り)　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5～7μm，蛍光剤入り)　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(粒径5～7μm，蛍光剤入り)　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用セルロース　セルロース，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用セルロース(蛍光剤入り)　セルロース，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ポリアミド　ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ポリアミド(蛍光剤入り)　ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　を見よ．

ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

フルオロシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)　薄層クロマトグラフィー用ポリアミドに蛍光剤を加えたもの．

四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

9.43　ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，るつぼ等

ガラスウール　[K 8251，特級]

ガラス繊維　ガラスウール　を見よ．

ガラスろ過器　[R 3503，化学分析用ガラス器具，ブフナー漏斗形ガラスろ過器]

G3：ろ過板の細孔径が20～30μmのもの，

G4：ろ過板の細孔径が5～10μmのもの．

クルクマ紙　*Curcuma longa* Linnéの乾燥した根茎の粉末20gを冷水100mLずつで4回浸出し，毎回静置して上澄液を傾斜して除く．残留物を100℃を超えない温度で乾燥する．これにエタノール(95)100mLを加えて数日間浸出した後，ろ過する．このエタノール(95)浸出液にろ紙を浸し，清浄な空気中で自然に乾燥させて製する．

鋭敏度　塩酸1mL及び水4mLの混液にホウ酸1mgを溶かす．この液に長さ約1.5cmの本品を浸し，1分後取り出し，風乾するとき，その黄色は褐色に変わり，これをアンモニア試液で潤すとき，緑黒色に変わる．

コンゴーレッド紙　ろ紙をコンゴーレッド試液に浸した後，風乾して製する．

酢酸鉛紙　酢酸鉛(Ⅱ)紙　を見よ．

酢酸鉛(Ⅱ)紙　通例6×8cmのろ紙を酢酸鉛(Ⅱ)試液に浸し，過量の液を除いた後，金属に触れないようにして100℃で乾燥する．

磁製るつぼ　[R 1301，化学分析用磁製るつぼ]

青色リトマス紙　リトマス紙，青色　を見よ．

赤色リトマス紙　リトマス紙，赤色　を見よ．

定量分析用ろ紙　ろ紙，定量分析用　を見よ．

ホスゲン紙　4－ジメチルアミノベンズアルデヒド5g及びジフェニルアミン5gをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液に幅5cmのろ紙を浸し，暗所で清浄な空気中につり下げて自然乾燥する．紙片の上下端5cmずつを切り捨て，残部を長さ7.5cmずつの紙片に切って製する．

貯法　遮光した気密容器に保存する．黄変したものは用いない．

ヨウ化亜鉛デンプン紙　新たに製したヨウ化亜鉛デンプン試液に定量分析用ろ紙を浸し，清浄な室で乾燥して製する．

貯法　共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する．

ヨウ化カリウムデンプン紙　新たに製したヨウ化カリウムデンプン試液にろ紙を浸し，清浄な室で乾燥して製する．共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する．

ヨウ素酸カリウムデンプン紙　ヨウ素酸カリウム溶液(1→20)と新たに製したデンプン試液の等容量混液にろ紙を浸して清浄な室で乾燥して製する．

貯法　共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する．

リトマス紙，青色　[K 9071，リトマス紙，青色リトマス紙]

リトマス紙，赤色　[K 9071，リトマス紙，赤色リトマス紙]

ろ紙　[P 3801，ろ紙(化学分析用)，定性分析用ろ紙]

1種：粗大ゼラチン状沈殿用，2種：中位の大きさの沈殿用，3種：微細沈殿用，4種：微細沈殿用の硬質ろ紙

ろ紙，定量分析用　[P 3801，ろ紙(化学分析用)，定量分析用ろ紙]

5種A：粗大ゼラチン状沈殿用，5種B：中位の大きさの沈殿用，5種C：微細沈殿用，6種：微細沈殿用の薄いろ紙

9.44　標準粒子等

α－アルミナ，熱分析用　α－Al_2O_3　熱分析用に製造したもの．

α－アルミナ，比表面積測定用　α－Al_2O_3　比表面積測定用に製造したもの．

インジウム，熱分析用　熱分析用に製造したもの．ただし，純度99.99%以上のものを用いる．

校正球，粒子密度測定用　粒子密度測定用に製した，体積既知の装置校正用の球．なお，校正球の体積は小数第3位(0.001 cm^3)まで，正確に求められている必要がある．

スズ，熱分析用　[K 8580，すず，特級．ただし，純度99.99%以上のもの]

ニッケル，熱分析用　[K 9062，ニッケル，特級．ただし，純度99.99%以上のもの]

熱分析用α－アルミナ　α－アルミナ，熱分析用　を見よ．

熱分析用インジウム　インジウム，熱分析用　を見よ．

熱分析用スズ　スズ，熱分析用　を見よ．

熱分析用ニッケル　ニッケル，熱分析用　を見よ．

光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子　標準粒子，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用　を見よ．

比表面積測定用α－アルミナ　α－アルミナ，比表面積測定用　を見よ．

標準粒子，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用　プラスチック製の球状の粒子で，大きさ及び数が既知のもの．

粒子密度測定用校正球　校正球，粒子密度測定用　を見よ．

計量器・用器，温度計等

9.61　波長及び透過率校正用光学フィルター

波長校正用光学フィルター及び透過率校正用光学フィルターは，それぞれ表9.61－1及び表9.61－2に示すものを用いる．なお，透過率校正用光学フィルターは，吸光度の校正にも用いる．

表9.61－1　波長校正用光学フィルター

フィルターの種類	波長校正範囲(nm)	品名
波長校正用ネオジム光学フィルター	400～750	JCRM 001
波長校正用ホルミウム光学フィルター	250～600	JCRM 002

表9.61－2　透過率校正用光学フィルター

フィルターの種類	校正透過率(%)	品名
透過率用可視域光学フィルター	1	JCRM 101
	10	JCRM 110
	20	JCRM 120
	30	JCRM 130
	40	JCRM 140
	50	JCRM 150
透過率用紫外域光学フィルター	10	JCRM 210 A
	50	JCRM 250 A
透過率用近紫外域光学フィルター	10	JCRM 310
	30	JCRM 330
	50	JCRM 350

9.62　計量器・用器

計量器は日本薬局方における試験において，計量に用いる器具又は機械である．

用器は日本薬局方における試験において，その条件をなるべく一定にするために定めた器具である．

一酸化炭素測定用検知管　[検知管式ガス測定器　K 0804]ただし，一酸化炭素検出用充てん剤を充てんしたもの．

化学用体積計　全量フラスコ(メスフラスコ)，全量ピペット，プッシュボタン式液体用微量体積計，ビュレット及びメスシリンダーは日本工業規格に適合したものを用いる．

カシアフラスコ　硬質ガラス製，首部に容量目盛り線のある共栓付きフラスコで，図9.62－1に示すものを用いる．

混合ガス調製器　硬質ガラス製で図9.62－3に示すものを用いる．

二酸化炭素測定用検知管　[検知管式ガス測定器　K 0804]ただし，二酸化炭素検出用充てん剤を充てんしたもの．

ネスラー管　無色，厚さ1.0～1.5mmの硬質ガラス製，共栓付き円筒で，図9.62－2に示すものを用いる．ただし，それぞれの管の50mL目盛り線の高さの差が2mm以下のものを用いる．

はかり及び分銅

（1）　化学はかり　0.1mgまで読み取れるものを用いる．

（2）　セミミクロ化学はかり　10μgまで読み取れるものを用いる．

（3）　ミクロ化学はかり　1μgまで読み取れるものを用いる．

（4）　分銅　器差試験を行ったものを用いる．

ふるい　表9.62－1に示す規格のものを用いる．それぞれの名称はふるい番号又は呼び寸法(μm)とする．

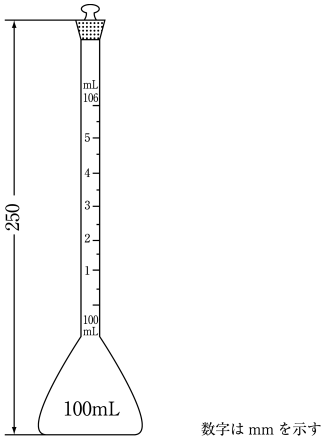


図9.62－1

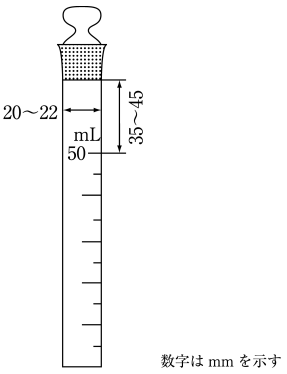
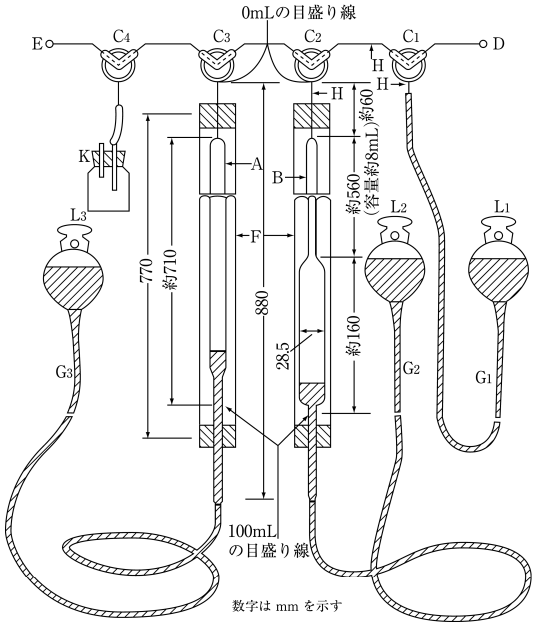


図9.62－2



A：ガスビュレット(容量100mL，内径は約13.7mmで0.2mL目盛り．ただし，下部の細い部分は0.1mL目盛り)
B：ガスビュレット(容量100mL，上部の内径は約4.2mmで0.02mL目盛り．下部の内径は約28.5mmで1mL目盛り)
C：(C_1，C_2，C_3及びC_4)：三方コック
D：試料取口(前方に20mmの長さに曲げる．)
E：混合ガス導入口(前方に20mmの長さに曲げる．)
F：外筒(長さ約770mm，外径約40mm，室温の水をほとんど全満する．)
G：内径約4mmの肉厚ゴム管(G_1の長さは約80cm，G_2及びG_3は約120cm)
H：肉厚毛細管(内径約1mm)
K：受瓶
L：水準球(水銀をL_1には約50mL，L_2及びL_3には約150mL入れる．)

図9.62－3

表9.62－1　ふるいの規格

ふるい番号	呼び寸法 (μm)	公称目開き (mm)	目開きの許容差(mm)		金属線の線径(mm)		
			平均目開き	最大目開き	推奨線径	最大線径	最小線径
3.5	5600	5.60	±0.18	0.47	1.60	1.90	1.30
4	4750	4.75	±0.15	0.41	1.60	1.90	1.30
4.7	4000	4.00	±0.13	0.37	1.40	1.70	1.20
5.5	3350	3.35	±0.11	0.32	1.25	1.50	1.06
6.5	2800	2.80	±0.09	0.29	1.12	1.30	0.95
7.5	2360	2.36	±0.08	0.25	1.00	1.15	0.85
8.6	2000	2.00	±0.07	0.23	0.90	1.04	0.77
10	1700	1.70	±0.06	0.20	0.80	0.92	0.68
12	1400	1.40	±0.05	0.18	0.71	0.82	0.60
14	1180	1.18	±0.04	0.16	0.63	0.72	0.54
16	1000	1.00	±0.03	0.14	0.56	0.64	0.48
18	850	0.850	±0.029	0.127	0.500	0.580	0.430
22	710	0.710	±0.025	0.112	0.450	0.520	0.380
26	600	0.600	±0.021	0.101	0.400	0.460	0.340
30	500	0.500	±0.018	0.089	0.315	0.360	0.270
36	425	0.425	±0.016	0.081	0.280	0.320	0.240
42	355	0.355	±0.013	0.072	0.224	0.260	0.190
50	300	0.300	±0.012	0.065	0.200	0.230	0.170
60	250	0.250	±0.0099	0.058	0.160	0.190	0.130
70	212	0.212	±0.0087	0.052	0.140	0.170	0.120
83	180	0.180	±0.0076	0.047	0.125	0.150	0.106
100	150	0.150	±0.0066	0.043	0.100	0.115	0.085
119	125	0.125	±0.0058	0.038	0.090	0.104	0.077
140	106	0.106	±0.0052	0.035	0.071	0.082	0.060
166	90	0.090	±0.0046	0.032	0.063	0.072	0.054
200	75	0.075	±0.0041	0.029	0.050	0.058	0.043
235	63	0.063	±0.0037	0.026	0.045	0.052	0.038
282	53	0.053	±0.0034	0.024	0.036	0.041	0.031
330	45	0.045	±0.0031	0.022	0.032	0.037	0.027
391	38	0.038	±0.0029	0.020	0.030	0.035	0.024

9.63　温度計

温度計　通例，浸線付温度計(棒状)又は日本工業規格の全没式水銀温度計(棒状)の器差試験を行ったものを用いる．ただし，凝固点測定法，融点測定法(第1法)，沸点測定法及び蒸留試験法には浸線付温度計(棒状)を用いる．(表9.63－1)

表9.63－1　浸線付温度計

	1号	2号	3号	4号	5号	6号
液体	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀
液上に満たす気体	窒素又は アルゴン	窒素又は アルゴン	窒素又は アルゴン	窒素又は アルゴン	窒素又は アルゴン	窒素又は アルゴン
温度範囲	－17～50℃	40～100℃	90～150℃	140～200℃	190～250℃	240～320℃
最小目盛り	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃
長目盛線	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと
目盛数字	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと
全長(mm)	280～300	280～300	280～300	280～300	280～300	280～300
幹の直径(mm)	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3
水銀球の長さ(mm)	12～18	12～18	12～18	12～18	12～18	12～18
水銀球の下端から最低目盛線までの距離(mm)	75～90	75～90	75～90	75～90	75～90	75～90
温度計の上端から最高目盛線までの距離(mm)	35～65	35～65	35～65	35～65	35～65	35～65
水銀球の下端から浸線までの距離(mm)	58～62	58～62	58～62	58～62	58～62	58～62
頂部形状	環状	環状	環状	環状	環状	環状
検査温度	－15℃, 15℃, 45℃	45℃, 70℃, 95℃	95℃, 120℃, 145℃	145℃, 170℃, 195℃	195℃, 220℃, 245℃	245℃, 280℃, 315℃
許容誤差	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	195℃：0.2℃ 220℃：0.3℃ 245℃：0.3℃	245℃：0.3℃ 280℃：0.4℃ 315℃：0.5℃

医薬品各条

亜鉛華デンプン

Zinc Oxide Starch Powder
酸化亜鉛デンプン

製法

酸化亜鉛	500g
デンプン	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は白色の粉末である．

確認試験

（1）　本品1gをるつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

（2）　本品1gに水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ紙上の残留物に水10mLを加えて煮沸し，放冷した後，ヨウ素試液1滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する(デンプン).

貯法　容器　密閉容器.

亜鉛華軟膏

Zinc Oxide Ointment
酸化亜鉛軟膏

本品は定量するとき，酸化亜鉛(ZnO：81.38)18.5～21.5%を含む.

製法

酸化亜鉛	200g
流動パラフィン	30g
白色軟膏	適量
全量	1000g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．ただし，「白色軟膏」の代わりに対応量の「サラシミツロウ」，「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」及び「白色ワセリン」を用いて製することができる．

性状　本品は白色である．

確認試験　本品1gをるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

純度試験　カルシウム，マグネシウム及びその他の異物　本品2.0gをるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，希塩酸6mLを加え，水浴上で5～10分間加熱するとき，液は無色澄明である．この液をろ過し，ろ液に水10mLを加え，次に初め生じた沈殿が消失するまでアンモニア試液を加える．更にシュウ酸アンモニウム試液及びリン酸水素二ナトリウム試液2mLずつを加えるとき，液は変化しないか，又は5分間以内に混濁することがあってもわずかである．

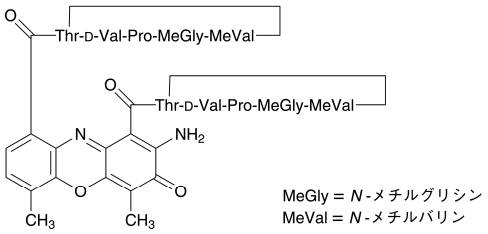
定量法　本品約2gを精密に量り，るつぼに入れ，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水1mL及び塩酸1.5mLを加えて溶かした後，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水80mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→50)を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加えた後，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g).

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝4.069mg ZnO

貯法　容器　気密容器.

アクチノマイシンD

Actinomycin D
ダクチノマイシン



$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$：1255.42
[*50-76-0*]

本品は，*Streptomyces parvulus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するペプチド系の化合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1mg当たり950～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アクチノマイシンD($C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品はだいだい赤色～赤色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアクチノマイシンD標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強

度の吸収を認める．

（２）　本品及びアクチノマイシンD標準品0.1gずつをアセトン10mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／メタノール混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－292～－317°(乾燥後，10mg，メタノール，10mL，100mm)．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　本品及びアクチノマイシンD標準品を乾燥し，その約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアクチノマイシンDのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アクチノマイシンD($C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：アクチノマイシンD標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02mol/L酢酸・酢酸ナトリウム試液／アセトニトリル混液(25：23)

流量：アクチノマイシンDの保持時間が約23分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，アクチノマイシンDのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，アクチノマイシンDのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

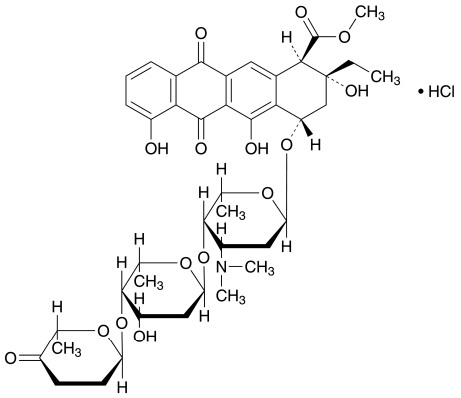
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アクラルビシン塩酸塩

Aclarubicin Hydrochloride

塩酸アクラルビシン



$C_{42}H_{53}NO_{15}$・HCl：848.33

Methyl (1*R*,2*R*,4*S*)-4-{2,6-dideoxy-4-*O*-[(2*R*,6*S*)-6-methyl-5-oxo-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]-α-L-*lyxo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,3,6-trideoxy-3-dimethylamino-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy}-2-ethyl-2,5,7-trihydroxy-6,11-dioxo-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-1-carboxylate monohydrochloride

[*75443-99-1*]

本品は，*Streptomyces galilaeus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アクラルビシン($C_{42}H_{53}NO_{15}$：811.87)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色～微だいだい黄色の粉末である．

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品の薄めたメタノール(4→5)溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品のメタノール溶液(1→200)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－146～－162°(脱水物に換算したもの50mg，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.05gを水10mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は黄色～微だいだい黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，アクラルビシンに対する相対保持時間が約0.6のアクラビノンは0.2%以下，アクラルビシンに対する相対保持時間が約0.75のアクラシノマイシンL1は0.5%以下，アクラルビシンに対する相対保持時間が約1.7の1−デオキシピロマイシンは1.5%以下，及びアクラルビシンに対する相対保持時間が約2.3のアクラシノマイシンS1は0.5%以下である．また，アクラルビシン及び上記の物質のピーク以外のピークの合計面積はアクラルビシンのピーク面積の1.0%以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：436nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：クロロホルム／メタノール／酢酸(100)／水／トリエチルアミン混液(6800：2000：1000：200：1)

流量：アクラルビシンの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクラルビシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たアクラルビシンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のアクラルビシンのピーク面積の7〜13%になることを確認する．

システムの性能：本品5mgを0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，60分放置する．この液1.0mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液1.0mL，pH8.0のリン酸塩緩衝液1.0mL及びクロロホルム1.0mLを加えて激しくかき混ぜた後，クロロホルム層を分取する．このクロロホルム溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アクラルビシン，1−デオキシピロマイシンの順に溶出し，その分離度は3.0以上である．

システムの再現性：試料溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，アクラルビシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　3.5%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール(4→5)に溶かし，正確に100mLとする．この液15mLを正確に量り，薄めたメタノール(4→5)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にアクラルビシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸(1→250)0.6mL及び薄めたメタノール(4→5)を加えて溶かした後，薄めたメタノール(4→5)を加えて正確に100mLとする．この液15mLを正確に量り，薄めたメタノール(4→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長433nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アクラルビシン($C_{42}H_{53}NO_{15}$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：アクラルビシン標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法

保存条件　遮光して5℃以下で保存する．

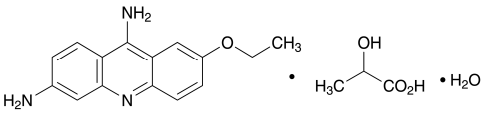
容器　気密容器.

アクリノール水和物

Acrinol Hydrate

アクリノール

乳酸エタクリジン



$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$：361.39

2-Ethoxy-6,9-diaminoacridine monolactate monohydrate

[*1837-57-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アクリノール($C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$：343.38)98.5〜101.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品1gを水100mLに溶かした液のpHは5.5〜7.0である．

融点：約245℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)5mLに希硫酸5mLを加えてよく振り混ぜ，室温で約10分間放置した後，ろ過するとき，ろ液は乳酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gに水80mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水酸化ナトリウム試液10mL及び水を加えて100mLとし，よく振り混ぜ30分間放置した後，ろ過し，ろ液40mLをとり，希硝酸7mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L

塩酸0.30mLに水酸化ナトリウム試液4mL，希硝酸7mL及び水を加えて50mLとする(0.026%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 揮発性脂肪酸 本品0.5gに水20mL及び希硫酸5mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液を加温するとき，揮発性脂肪酸のにおいを発しない.

（4） 類縁物質 本品10mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとした液を標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアクリノール以外のピーク面積は，標準溶液(2)のアクリノールのピーク面積の3倍より大きくない．また，試料溶液のアクリノール以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のアクリノールのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム7.8gを水900mLに溶かし，リン酸でpH2.8に調整し，水を加えて1000mLとする．この液700mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300mLを加えた液に1−オクタンスルホン酸ナトリウム1.0gを溶解する.

流量：アクリノールの保持時間が約15分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクリノールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(2)10μLから得たアクリノールのピーク面積が，標準溶液(1)のアクリノールのピーク面積の7〜13%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液(1)10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アクリノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である.

システムの再現性：標準溶液(1)10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アクリノールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

水分〈2.48〉 4.5〜5.5%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.27gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かした後，無水酢酸／酢酸(100)混液(1：1)60mLを加え，直ちに0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.34mg $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

アクリノール・亜鉛華軟膏

Acrinol and Zinc Oxide Ointment

アクリノール酸化亜鉛軟膏

製法

アクリノール，微末	10g
亜鉛華軟膏	990g
全量	1000g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する.

性状 本品は黄色である.

確認試験

（1） 本品0.5gにジエチルエーテル5mL，希塩酸5mL及び亜硝酸ナトリウム試液2〜3滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，水層は暗赤色を呈する(アクリノール).

（2） 本品0.5gを強熱して灰化し，残留物を希塩酸5mLに溶かした液は亜鉛塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

（3） 本品0.5gにジエチルエーテル5mL，酢酸(100)1mL及び水5mLを加えて振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．別にアクリノール5mgを酢酸(100)1mL及び水5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／エタノール(95)／酢酸(100)混液(40：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，青色の蛍光を発し，それらのR_f値は等しい.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

アクリノール・チンク油

Acrinol and Zinc Oxide Oil

製法

アクリノール，微末	10g
チンク油	990g
全量	1000g

以上をとり，研和して製する.

性状 本品は黄白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の一部を分離する.

確認試験

（1） 本品1gにジエチルエーテル10mL，酢酸(100)2mL及び水10mLを加えてよく振り混ぜ，水層を分取する．これに塩酸5mL及び亜硝酸ナトリウム試液2〜3滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，液は暗赤色を呈する(アクリノール).

（２）　本品1gをるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

（３）　本品0.2gにエタノール(95)20mL及び酢酸(100)1mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアクリノール5mgをエタノール(95)50mL及び酢酸(100)2.5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－プロパノール／酢酸(100)混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，青色の蛍光を発し，それらのR_f値は等しい．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

複方アクリノール・チンク油

Compound Acrinol and Zinc Oxide Oil

製法

アクリノール，微末	10g
チンク油	650g
アミノ安息香酸エチル，細末	50g
サラシミツロウ	20g
親水ワセリン	270g
全量	1000g

以上をとり，研和して製する．

性状　本品は淡黄色～黄色である．長く静置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験

（１）　本品1gにジエチルエーテル10mL，酢酸(100)2mL及び水10mLを加えてよく振り混ぜ，水層を分取する．これに塩酸5mL及び亜硝酸ナトリウム試液2～3滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，液は暗赤色を呈する(アクリノール).

（２）　本品1gをるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

（３）　本品0.2gにエタノール(95)20mL及び酢酸(100)1mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアクリノール5mg及びアミノ安息香酸エチル25mgをそれぞれエタノール(95)50mL及び酢酸(100)2.5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－プロパノール／酢酸(100)混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液(1)から得たスポットは青色の蛍光を発し，それらのR_f値は等しい．また，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液(2)から得たスポットは，紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

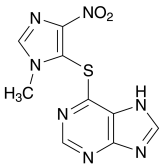
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アザチオプリン

Azathioprine



$C_9H_7N_7O_2S$：277.26

6-(1-Methyl-4-nitro-1*H*-imidazol-5-ylthio)purine

[*446-86-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジン又は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約240℃(分解).

確認試験

（１）　本品0.01gに水50mLを加え，加温して溶かす．この液5mLに希塩酸1mL及び亜鉛粉末0.01gを加え，5分間放置するとき，液は黄色を呈する．この液をろ過して得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液は赤色を呈する．

（２）　本品0.01gに水50mLを加え，加温して溶かす．この液1mLにリンタングステン酸試液0.5mL及び希塩酸0.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（３）　本品0.03gをとり，水20mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

（４）　本品0.01gを2mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液5mLに水を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアザチオプリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品0.5gを*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ 本品2.0gに水100mLを加え，15分間よく振り混ぜ，毎分10000回転で5分間遠心分離した後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液40mLにメチルレッド試液2滴を加え，試料溶液とする．

（ⅰ） 試料溶液20mLに0.02mol/L塩酸0.10mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（ⅱ） 試料溶液20mLに0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 (2)のろ液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下).

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（6） 類縁物質 本品10mgに移動相80mLを加え，加温して溶かし，冷後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアザチオプリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアザチオプリンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：296nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液(1→2)に薄めたリン酸(3→2000)を加えてpH2.5に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．

流量：アザチオプリンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアザチオプリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たアザチオプリンのピーク面積が，標準溶液のアザチオプリンの面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品10mgに水80mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて100mLとする．この液2mLをとり，別に安息香酸0.06gをメタノール3mLに溶かし，水を加えて10mLとした液2mLを加えた後，移動相を加えて25mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アザチオプリン，安息香酸の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アザチオプリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，105℃，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド80mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝27.73mg $C_9H_7N_7O_2S$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

アザチオプリン錠

Azathioprine Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$：277.26)を含む．

製法 本品は「アザチオプリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「アザチオプリン」0.01gに対応する量をとり，水50mLを加え，加温してよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにつき，「アザチオプリン」の確認試験(1)を準用する．

（2） (1)のろ液1mLにつき，「アザチオプリン」の確認試験(2)を準用する．

（3） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

（4） 本品を粉末とし，表示量に従い「アザチオプリン」0.1gに対応する量をとり，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→10)10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアザチオプリン標準品0.1gをアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→10)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→10)／ギ酸*n*－ブチル／1,2－ジクロロエタン混液(15：10：5：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，アザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$)5mg当たり

吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド1mLを加え，よく振り混ぜた後，1mL中にアザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$)約0.2mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

アザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：アザチオプリン標準品の秤取量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド20mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に500mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にアザチオプリン標準品を105℃で5時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド20mLに溶かし，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に500mLとする．この液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アザチオプリン($C_9H_7N_7O_2S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：アザチオプリン標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

亜酸化窒素
Nitrous Oxide

N_2O：44.01

本品は定量するとき，亜酸化窒素(N_2O)97.0vol%以上を含む．

性状　本品は室温，大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品1mLは温度20℃，気圧101.3kPaで，水1.5mL又はエタノール(95)0.4mLに溶け，ジエチルエーテル又は脂肪油にやや溶けやすい．

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで約1.96gである．

確認試験

（1）　本品に木片の燃えさしを入れるとき，木片は直ちに燃える．

（2）　本品及び亜酸化窒素1mLずつを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，定量法の操作条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピークの保持時間は，亜酸化窒素の保持時間に一致する．

純度試験　本品の採取量はその容器を試験前6時間以上，18～22℃に保った後，20℃で，気圧101.3kPaの容量に換算したものとする．

（1）　酸又はアルカリ　新たに煮沸して冷却した水400mLにメチルレッド試液0.3mL及びブロモチモールブルー試液0.3mLを加え，5分間煮沸する．その50mLずつを3本のネスラー管A，B及びCに入れる．更にA管には0.01mol/L塩酸0.10mLを，B管には0.01mol/L塩酸0.20mLを加え，密栓して冷却する．次に口径約1mmのガス導入管の先端を管底から2mmに位置し，15分間で本品1000mLをA管中に通じるとき，液の色はB管中の液のだいだい赤色又はC管中の液の黄緑色より濃くない．

（2）　二酸化炭素　水酸化バリウム試液50mLをネスラー管に入れ，本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水酸化バリウム試液50mLをネスラー管に入れ，炭酸水素ナトリウム0.1gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液1mLを加える．

（3）　酸化性物質　ヨウ化カリウムデンプン試液15mLずつを2本のネスラー管A及びBにとり，これに酢酸(100)1滴ずつを加えて混和し，A液及びB液とする．A液に本品2000mLを(1)と同様の方法で30分間で通じるとき，A液の色は密栓して放置したB液の色と同じである．

（4）　過マンガン酸カリウム還元性物質　2本のネスラー管A及びBにそれぞれ水50mLをとり，これに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLずつを加え，A液及びB液とする．A液に本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき，A液の色はB液の色と同じである．

（5）　塩化物　2本のネスラー管A及びBにそれぞれ水50mLをとり，これに硝酸銀試液0.5mLずつを加えて混和し，A液及びB液とする．A液に本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき，A液の混濁はB液の混濁と同じである．

（6）　一酸化炭素　本品5.0mLを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，一酸化炭素の流出位置にピークを認めない．

操作条件
検出器：熱伝導度型検出器
カラム：内径約3mm，長さ約3mの管に300～500μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm)を充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
キャリヤーガス：水素又はヘリウム
流量：一酸化炭素の保持時間が約20分になるように調整する．
カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素0.1mL及び空気0.1mLを採取し，キャリヤーガスを加えて100mLとし，よく混合する．その5.0mLにつき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素，一酸化炭素の

順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス5.0mLから得た一酸化炭素のピーク高さが約10cmになるように調整する．

定量法　本品の採取は純度試験を準用する．

本品1.0mLを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，空気のピーク面積A_Tを求める．別に混合ガス調製器に窒素3.0mLを採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に100mLとし，よく混合して標準混合ガスとする．その1.0mLにつき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積A_Sを求める．

亜酸化窒素(N_2O)の量(vol%)＝$100 - 3 \times A_T / A_S$

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約3mm，長さ約3mの管に300～500μmのガスクロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約2分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素3.0mLを採取し，本品を加えて100mLとし，よく混合する．その1.0mLにつき，上記の条件で操作するとき，窒素，本品の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき，試験を5回繰り返すとき，窒素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

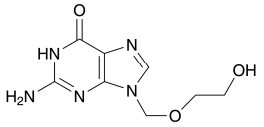
貯法

保存条件　40℃以下で保存する．

容器　耐圧金属製密封容器．

アシクロビル

Aciclovir



$C_8H_{11}N_5O_3$：225.20

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

[*59277-89-3*]

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

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

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

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

純度試験

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

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　定量法で得た試料溶液を試料溶液とする．別にグアニン約25mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液50mLに溶かし，移動相を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のグアニンのピーク面積A_T及びA_Sから，次式によりグアニンの量を求めるとき，0.7%以下である．また，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりアシクロビル及びグアニン以外の個々の類縁物質の量を求めるとき，0.2%以下である．更に上記で求めたグアニンの量及び面積百分率法で求めた各々の類縁物質の量の合計は1.5%以下である．

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

M_S：グアニンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアシクロビルの保持時間の約8倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

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

とを確認する．

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

（4） 残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　6.0%以下(50mg，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びアシクロビル標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれ希水酸化ナトリウム試液1mLに溶かし，移動相を加えてそれぞれ正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアシクロビルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

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

M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：1－デカンスルホン酸ナトリウム1.0g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物6.0gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整する．この液にアセトニトリル40mLを加える．

流量：アシクロビルの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.1gを希水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，グアニンの希水酸化ナトリウム試液溶液(1→4000)2mLを加え，移動相を加えて100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アシクロビル，グアニンの順に溶出し，その分離度は17以上である．

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

貯法　容器　密閉容器.

アシクロビルシロップ

Aciclovir Syrup

本品は懸濁性のシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$：225.20)を含む．

製法　本品は「アシクロビル」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験　本品をよく振り混ぜ，表示量に従い「アシクロビル」80mgに対応する容量をとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1mLをとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長254～258nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品をよく振り混ぜ，表示量に従いアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)約0.4gに対応する容量を正確に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長252nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

＝$M_S / V_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1800$

M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

V_T：本品の採取量(mL)

C：1mL中のアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量(mg)

定量法　本品をよく振り混ぜ，アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)約80mgに対応する容量を正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約40mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアシクロビルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ニコチン酸の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸1.45gに希酢酸25mLを加え，水を加えて900mLとした後，1mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.5に調整し，水を加えて1000mLとする．この液950mLにメタノール50mLを加える．

流量：アシクロビルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アシクロビルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアシクロビルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

アシクロビル注射液

Aciclovir Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$：225.20)を含む．

製法 本品は「アシクロビル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「アシクロビル」25mgに対応する容量をとり，0.5mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液2mLをとり，0.5mol/L塩酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長254～258nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉 0.5EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)約25mgに対応する容量を正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアシクロビルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 ニコチン酸の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸1.45gに希酢酸25mLを加え，水を加えて900mLとした後，1mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.5に調整し，水を加えて1000mLとする．この液950mLにメタノール50mLを加える．

流量：アシクロビルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アシクロビルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアシクロビルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密封容器．

シロップ用アシクロビル

Aciclovir for Syrup

本品は用時懸濁して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$：225.20)を含む．

製法 本品は「アシクロビル」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「アシクロビル」12mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，50mLとする．この液2mLをとり，0.1mo1/L塩酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長254～258nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10)2V／25 mLを加え，超音波処理により崩壊させた後，1mL中にアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)約0.8mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従いアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)約0.2gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液5mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約11mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長254nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1800$

M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量(mg)

定量法　本品を必要ならば粉末とし，アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)約0.2gに対応する量を精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10)20mLを加え，超音波処理により崩壊させた後，水を加えて正確に200mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相に溶かし，100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアシクロビルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

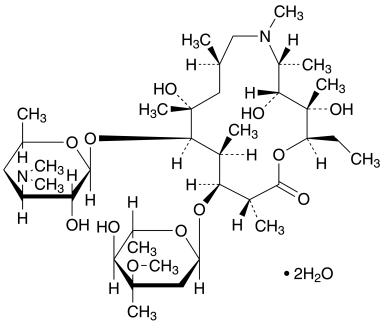
M_S：脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8g及び1－オクタンスルホン酸ナトリウム0.85gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて950mLとし，アセトニトリル50mLを加える．
流量：アシクロビルの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アシクロビル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は20以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質に対するアシクロビルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アジスロマイシン水和物

Azithromycin Hydrate
アジスロマイシン



$C_{38}H_{72}N_2O_{12} \cdot 2H_2O$：785.02
(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,11*R*,12*R*,13*S*,14*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-10-aza-6,12,13-trihydroxy-2,4,6,8,10,11,13-heptamethylhexadecan-14-olide dihydrate
[*117772-70-0*]

本品はエリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり945～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アジスロマイシン($C_{38}H_{72}N_2O_{12}$：748.98)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアジスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－45～－49°(脱水物に換算したもの0.4g，エタノール(99.5)，20mL，100mm)．

純度試験
（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．
（2）　類縁物質　別に規定する．
（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　4.0～5.0%(0.4g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びアジスロマイシン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル／水混液(3：2)に溶かし，内標準溶液2mLずつを正確に加えた後，ア

セトニトリル／水混液(3：2)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アジスロマイシン($C_{38}H_{72}N_2O_{12}$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：アジスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4,4′－ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノンのアセトニトリル溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸一水素カリウム6.97gを水750mLに溶かし，水酸化カリウム試液を加えてpH11.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液400mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル600mLを加える．

流量：アジスロマイシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

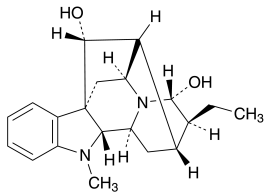
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，アジスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アジマリン

Ajmaline



$C_{20}H_{26}N_2O_2$：326.43

(17*R*,21*R*)-Ajmalan-17,21-diol

[*4360-12-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)96.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約195℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.05gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLに硝酸3mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　(1)の試料溶液をろ紙上にスポットし，ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，スポットはだいだい色を呈する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(249nm)：257～271(乾燥後，2mg，エタノール(95)，100mL)．

$E^{1\%}_{1cm}$(292nm)：85～95(乾燥後，2mg，エタノール(95)，100mL)．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋136～＋151°(乾燥後，0.5g，クロロホルム，50mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／ジエチルアミン混液(5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.6g，減圧，80℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸50mL及び非水滴定用アセトン50mLを加えて溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝16.32mg $C_{20}H_{26}N_2O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

アジマリン錠

Ajmaline Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するアジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$：326.43)を含む．

製法　本品は「アジマリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アジマリン」0.1gに対応する量をとり，クロロホルム30mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アジマリン」の確認試験を準用する．

（2）　(1)の残留物0.01gをエタノール(95)100mLに溶かす．

この液10mLにエタノール(95)を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長247～251nm及び291～294nmに吸収の極大を示し，269～273nmに吸収の極小を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，溶出試験第2液150mLを加えて，崩壊するまでよく振り混ぜた後，溶出試験第2液を加えて正確に200mLとし，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，アジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)約0.5mgに対応するろ液V mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用アジマリンを80℃で3時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，溶出試験第2液に溶かし，正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長288nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / V \times 4$

M_S：定量用アジマリンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品１個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用アジマリンを80℃で3時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長288nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用アジマリンの秤取量(mg)
C：1錠中のアジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アジマリン($C_{20}H_{26}N_2O_2$)約0.3gに対応する量を精密に量り，アンモニア水(28)15mLを加え，クロロホルム25mLずつで4回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水10mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5gを加えてよく振り混ぜ，ろ過する．容器及び残留物をクロロホルム10mLずつで2回洗い，ろ過する．全ろ液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水酢酸50mL及び非水滴定用アセトン50mLを加えて溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝16.32mg $C_{20}H_{26}N_2O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

亜硝酸アミル

Amyl Nitrite

$C_5H_{11}NO_2$：117.15

本品は3－メチル－1－ブタノールの亜硝酸エステルで，少量の2－メチル－1－ブタノール及び他の同族体の亜硝酸エステルを含む．

本品は定量するとき，亜硝酸アミル($C_5H_{11}NO_2$として)90.0%以上を含む．

性状　本品は淡黄色澄明の液で，特異な果実様のにおいがある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は光又は熱によって変化する．

本品は常温で揮散しやすく，低温でも引火しやすい．

沸点：約97℃

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.871～0.880

純度試験

（１）　酸　本品5mLを1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mL，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴の混液に加えて振り混ぜ，1分間放置するとき，水層の淡赤色は消えない．

（２）　水分　本品2.0mLをとり，氷水中で5分間放置するとき，混濁しない．

（３）　アルデヒド　硝酸銀試液／無アルデヒドエタノール混液(1：1)3mLに初めに生じた沈殿が消えるまでアンモニア試液を滴加する．この液に本品1.0mLを加えて60～70℃で1分間加温するとき，液は褐色～黒色を呈しない．

（４）　蒸発残留物　本品10.0mLを水浴上で引火に注意してドラフト内で蒸発し，105℃で1時間乾燥するとき，残留物は1.0mg以下である．

定量法　メスフラスコにエタノール(95)10mLを入れて，質量を精密に量り，これに本品約0.5gを加え，再び精密に量る．次に0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，更に塩素酸カリウム溶液(1→20)15mL及び希硝酸10mLを加え，直ちに密栓して5分間激しく振り混ぜる．これに水を加えて正確に100mLとし，振り混ぜ，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液50mLを正確に量り，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝35.15mg $C_5H_{11}NO_2$

貯法

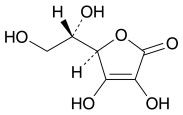
保存条件　遮光して，火気を避け，冷所に保存する．

容器　内容10mL以下の密封容器．

アスコルビン酸

Ascorbic Acid

ビタミンC



$C_6H_8O_6$：176.12

L-*threo*-Hex-2-enono-1,4-lactone

[*50-81-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約190℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)5mLずつをとり，過マンガン酸カリウム試液1滴を滴加するとき，また，2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液1～2滴を滴加するとき，いずれも試液の色は直ちに消える．

（2）　本品0.1gをメタリン酸溶液(1→50)100mLに溶かす．この液5mLをとり，液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を加えた後，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→1000)1滴及びピロール1滴を加え，50℃で5分間加温するとき，液は青色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋20.5～＋21.5°(2.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは2.2～2.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，シリカゲル，24時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，メタリン酸溶液(1→50)50mLに溶かし，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝8.806mg $C_6H_8O_6$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アスコルビン酸散

Ascorbic Acid Powder

ビタミンC散

本品は定量するとき，表示量の95.0～120.0%に対応するL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$：176.12)を含む．

製法　本品は「アスコルビン酸」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5gに対応する量をとり，水30mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.01gに対応する量をとり，メタリン酸溶液(1→50)10mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにつき，「アスコルビン酸」の確認試験(2)を準用する．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定量法　本品のL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)約0.1gに対応する量を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液で繰り返し抽出し，全抽出液を合わせてろ過し，メタリン酸・酢酸試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更にメタリン酸・酢酸試液を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，メタリン酸・酢酸試液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜた後，滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液が5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液1mL＝A mg $C_6H_8O_6$

ただし，Aは次の滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液の標定によって定める．

滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液

調製　炭酸水素ナトリウム42mgを水50mLに溶かし，更に2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物0.05gを溶かし，水を加えて200mLとし，ろ過する．用時製する．

標定　アスコルビン酸標準品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタリン酸・酢酸試液に溶かし，正確に100mLとし，その2mLを正確に量り，メタリン酸・酢酸試液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜ，滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液で5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，この試液1mLに対応するL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)の量A mgを計算する．

貯法　容器　気密容器．

アスコルビン酸注射液

Ascorbic Acid Injection

ビタミンC注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$：176.12)を含む．

製法　本品は「アスコルビン酸」をとり，ナトリウム塩とし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5gに対応する容量をとり，水を加えて25mLとし，この液5mLずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「アスコルビン酸」5mgに対応する容量をとり，メタリン酸溶液(1→50)を加えて5mLとし，「アスコルビン酸」の確認試験(2)を準用する．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　5.6～7.4

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.15EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)約0.1gに対応する容量を，必要ならばメタリン酸・酢酸試液で薄めた後，正確に量り，メタリン酸・酢酸試液を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，メタリン酸・酢酸試液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜた後，滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液が5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液1mL＝*A* mg $C_6H_8O_6$

ただし，*A*は次の滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液の標定によって定める．

滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液

調製　炭酸水素ナトリウム42mgを水50mLに溶かし，更に2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物0.05gを溶かし，水を加えて200mLとし，ろ過する．用時製する．

標定　アスコルビン酸標準品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタリン酸・酢酸試液に溶かし，正確に100mLとし，その2mLを正確に量り，メタリン酸・酢酸試液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜ，滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液で5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，この試液1mLに対応するL－アスコルビン酸($C_6H_8O_6$)の量*A* mgを計算する．

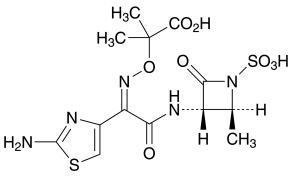
貯法

保存条件　空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　密封容器．

アズトレオナム

Aztreonam



$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$：435.43

2-{(*Z*)-(2-Aminothiazol-4-yl)-[(2*S*,3*S*)-2-methyl-4-oxo-1-sulfoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy}-2-methyl-1-propanoic acid

[*78110-38-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アズトレオナム($C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアズトレオナム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシドに混在する軽水素体を内部基準物質とし，その化学シフトを2.50ppmとして核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.5ppm付近に多重線のシグナルAを，δ7.0ppm付近に単一線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ9：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－26～－32°(脱水物に換算したもの0.25g，水，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.05gを水10mLに溶かした液のpHは2.2～2.8である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.1gを水20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.04gを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアズトレオナム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアズトレオナムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアズトレオナム以外のピークの合計面積は標準溶液のアズトレオナムのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアズトレオナムの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，この液25μLから得たアズトレオナムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のアズトレオナムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：定量法で得た標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アズトレオナムの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アズトレオナムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びアズトレオナム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水70mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアズトレオナムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アズトレオナム($C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：アズトレオナム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノ安息香酸溶液(1→6250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：硫酸水素テトラブチルアンモニウム1.7gを水300mLに溶かし，0.5mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液でpH3.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液650mLにメタノール350mLを加える．

流量：アズトレオナムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アズトレオナムの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアズトレオナムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

注射用アズトレオナム

Aztreonam for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するアズトレオナム($C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$：435.43)を含む．

製法　本品は「アズトレオナム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～黄白色の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「アズトレオナム」6mg(力価)に対応する量をとり，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液1mLに溶かし，3分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は，赤褐色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「アズトレオナム」3mg(力価)に対応する量を水100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長289～293nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「アズトレオナム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「アズトレオナム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.06以下である．

水分〈2.48〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.10EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　「アズトレオナム」約5g(力価)に対応する個数をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，100mLのメスフラスコに移す．各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を

加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にアズトレオナム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「アズトレオナム」の定量法を準用する．

アズトレオナム($C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 250$

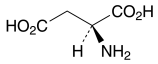
M_S：アズトレオナム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノ安息香酸溶液(1→6250)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

L－アスパラギン酸

L-Aspartic Acid



$C_4H_7NO_4$：133.10
(2*S*)-2-Aminobutanedioic Acid
[*56-84-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－アスパラギン酸($C_4H_7NO_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．
本品は希塩酸又は0.2mol/L水酸化ナトリウム試液に溶ける．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24.0～＋26.0°(乾燥後，2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.4gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは2.5～3.5である．

純度試験
（１）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，希硝酸6mL及び水20mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)．
（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，希塩酸5mL及び水30mLに溶かし，水を加えて45mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸5mL及び水を加えて45mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液5mLずつを加える(0.028%以下)．
（４）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)．
（５）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．
（６）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．
（７）　類縁物質　本品0.20gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

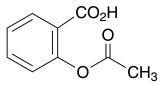
定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，水50mLに加温して溶かす．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝13.31mg $C_4H_7NO_4$

貯法　容器　気密容器．

アスピリン

Aspirin
アセチルサリチル酸



$C_9H_8O_4$：180.16
2-Acetoxybenzoic acid
[*50-78-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アスピリン($C_9H_8O_4$)99.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶，粒又は粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．
本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．
本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．
本品は湿った空気中で徐々に加水分解してサリチル酸及び

酢酸になる.

融点：約136℃(あらかじめ浴液を130℃に加熱しておく).

確認試験

（1） 本品0.1gに水5mLを加えて5～6分間煮沸し，冷後，塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する.

（2） 本品0.5gに炭酸ナトリウム試液10mLを加えて5分間煮沸し，希硫酸10mLを加えるとき，酢酸のにおいを発し，白色の沈殿を生じる．また，この沈殿をろ過して除き，ろ液にエタノール(95)3mL及び硫酸3mLを加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する.

純度試験

（1） 溶状 本品0.5gを温炭酸ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は澄明である.

（2） サリチル酸 本品2.5gをエタノール(95)に溶かし25mLとし，この1.0mLをとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLに水を加えてネスラー管中で50mLとした液に加え，30秒間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：サリチル酸0.100gを水に溶かし，酢酸(100)1mL及び水を加えて1000mLとする．この液1.0mLをとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLにエタノール(95)1mL及び水を加えてネスラー管中で50mLとした液に加え，30秒間放置する.

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品1.8gに水75mLを加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて75mLとし，ろ過する．ろ液25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.015%以下).

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 (3)のろ液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.040%以下).

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品2.5gをアセトン30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.5mLにアセトン30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は比較液Qより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(3g，シリカゲル，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて10分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.25mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う.

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝45.04mg $C_9H_8O_4$

貯法 容器 密閉容器.

アスピリン錠

Aspirin Tablets

アセチルサリチル酸錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアスピリン($C_9H_8O_4$：180.16)を含む.

製法 本品は「アスピリン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.1gに対応する量をとり，水10mLを加えて5～6分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する.

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.5gに対応する量をとり，温エタノール(95)10mLずつで振り混ぜて2回抽出し，抽出液を合わせてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に炭酸ナトリウム試液10mLを加えて5分間煮沸し，以下「アスピリン」の確認試験(2)を準用する.

純度試験 サリチル酸 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」1.0gに対応する量をとり，エタノール(95)15mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液1.0mLをとり新たに製した希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLに水を加えてネスラー管中で50mLとした液に加え，以下「アスピリン」の純度試験(2)を準用する.

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アスピリン($C_9H_8O_4$)約1.5gに対応する量を精密に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，以下「アスピリン」の定量法を準用する.

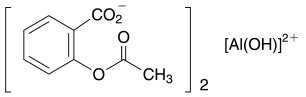
0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝45.04mg $C_9H_8O_4$

貯法 容器 密閉容器.

アスピリンアルミニウム

Aspirin Aluminum

アセチルサリチル酸アルミニウム



$C_{18}H_{15}AlO_9$：402.29

Bis(2-acetoxybenzoato)hydroxoaluminium

[*23413-80-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アスピリン($C_9H_8O_4$：180.16)83.0～90.0%及びアルミニウム(Al：26.98)6.0～7.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある.

本品は水，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に分解しながら溶ける.

確認試験

（1）　本品0.1gに水酸化ナトリウム試液10mLを加え，必要ならば加温して溶かす．この液2mLに塩酸を加えて中性とし，塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　定量法(1)の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～279nmに吸収の極大を示す．

（3）　本品2gを白金るつぼにとり，炭化するまで強熱し，残留物に無水炭酸ナトリウム1gを加えて20分間強熱する．冷後，残留物に希塩酸15mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．このろ液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　サリチル酸塩　定量法(1)で得たA_{T2}とA_{S2}から次の式によって，サリチル酸塩[サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)として]の量を求めるとき，その量は換算した脱水物に対し7.5%以下である．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_{T2} / A_{S2} \times 1/4$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを磁製るつぼにとり，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mL及び硫酸1mLを加え，白煙が発生し，更に白煙がなくなるまで弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．灰化が不十分のときには，更に硝酸2mL及び硫酸1mLを加え，同様に弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，完全に灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，以下第2法により操作し，試験を行う．ただし，比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを水酸化ナトリウム試液15mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，赤色が消えるまでかき混ぜながら塩酸を滴加する．更に塩酸2mLを加え，時々振り混ぜながら10分間冷却し，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し，残留物を1mol/L塩酸試液5mLで2回洗い，洗液はろ液に合わせ，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　4.0%以下(0.15g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法

（1）　アスピリン　本品約0.1gを精密に量り，フッ化ナトリウム試液40mLを加え，5分間振り混ぜた後，更に時々振り混ぜ，10分間放置する．次にクロロホルム20mLずつで6回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，更にクロロホルムを加えて正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．またアスピリン標準品をデシケーター(シリカゲル)で5時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液(1)の波長278nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}，並びに308nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．また標準溶液(2)の波長278nmにおける吸光度A_{S3}を測定する．

アスピリン($C_9H_8O_4$)の量(mg)

$$= M_S \times \left[\frac{A_{T1} - \dfrac{A_{T2} \times A_{S1}}{A_{S2}}}{A_{S3}} \right]$$

M_S：アスピリン標準品の秤取量(mg)

（2）　アルミニウム　本品約0.4gを精密に量り，水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を滴加してpHを約1とし，更にpH3.0の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mL及びCu－PAN試液0.5mLを加え，煮沸しながら，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり，1分間以上持続したときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

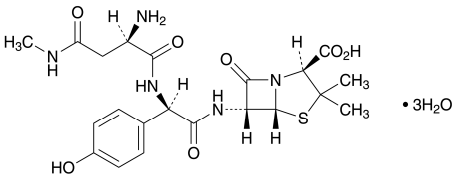
0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝1.349mg Al

貯法　容器　密閉容器．

アスポキシシリン水和物

Aspoxicillin Hydrate

アスポキシシリン



$C_{21}H_{27}N_5O_7S \cdot 3H_2O$：547.58

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(2*R*)-2-Amino-3-methylcarbamoylpropanoylamino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate

[*63358-49-6*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アスポキシシリン($C_{21}H_{27}N_5O_7S$：493.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水にやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→4000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋170～＋185°(脱水物に換算したもの0.2g，水，20mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第5法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.05gを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアスポキシシリン以外のピークの面積は，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のアスポキシシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アスポキシシリンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアスポキシシリンのピーク面積が，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アスポキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

水分〈2.48〉　9.5～13.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びアスポキシシリン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水適量に溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加え，アセトニトリル6.5mL及び水を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アスポキシシリン($C_{21}H_{27}N_5O_7S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：アスポキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*N*－(3－ヒドロキシフェニル)アセトアミド溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル130mLにpH3.0のリン酸二水素カリウム試液を加えて1000mLとする．

流量：アスポキシシリンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

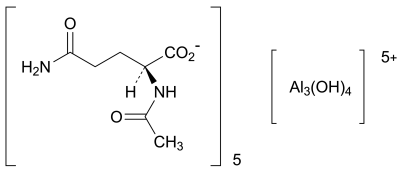
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスポキシシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法　容器　気密容器.

アセグルタミドアルミニウム

Aceglutamide Aluminum



$C_{35}H_{59}Al_3N_{10}O_{24}$：1084.84

Pentakis[(2*S*)-2-acetylamino-4-carbamoylbutanoato]tetrahydroxotrialuminium

[*12607-92-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセグルタミド($C_7H_{12}N_2O_4$：188.18)85.4～87.6%及びアルミニウム(Al：26.98)7.0～8.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末で，収れん性の苦味を有する．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びアセグルタミド標準品0.03gを量り，それぞれを水5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(16：8：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．薄層板にブロモクレゾールグリンのエタノール(95)溶液(1→1000)を均等に噴霧し，更に薄めたアンモニア水(28)(1→100)を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは淡黄色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2）　本品の希塩酸溶液(1→20)はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－5.5～－7.5°(乾燥物に換算したもの2g，水，50mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを磁製るつぼにとり，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mL及び硫酸1mLを加え，白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．灰化が不十分なときは，更に硝酸2mL及び硫酸1mLを加え，同様に弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，以下第2法により操作し，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gを移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．別に2－アセトアミドグルタルイミド10mgを移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の2－アセトアミドグルタルイミドのピーク面積は標準溶液(2)の2－アセトアミドグルタルイミドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアセグルタミド及び2－アセトアミドグルタルイミド以外の各々のピーク面積は標準溶液(1)のアセグルタミドのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のアセグルタミド及び2－アセトアミドグルタルイミド以外のピークの合計面積は標準溶液(1)のアセグルタミドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アセグルタミドの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法(1)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液(1)5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，この液20μLから得たアセグルタミドのピーク面積が標準溶液の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液(1)20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アセグルタミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，130℃，5時間).

定量法

（1）　アセグルタミド　本品約50mgを精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアセグルタミド標準品約45mgを精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アセグルタミド($C_7H_{12}N_2O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：アセグルタミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　チミンのメタノール溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸(1→1000)／メタノール混液(99：1)

流量：アセグルタミドの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセグルタミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は11以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（2）　アルミニウム　本品約3gを精密に量り，希塩酸20mLを加え，60分間水浴上で加熱し，冷後，水を加えて正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)50mLを加え，0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ジチゾン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

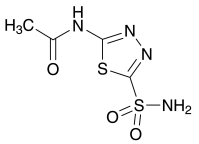
＝1.349mg Al

貯法　容器　気密容器.

アセタゾラミド

Acetazolamide

アセタゾールアミド



$C_4H_6N_4O_3S_2$：222.25

N-(5-Sulfamoyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)acetamide

[*59-66-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約255℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.1gに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，次に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.1g及び硫酸銅(Ⅱ)五水和物0.05gを水10mLに溶かした液5mLを加えるとき，液は淡黄色を呈し，更に5分間加熱するとき，この呈色は徐々に濃くなる.

（2）　本品0.02gに希塩酸2mLを加えて10分間煮沸し，冷後，水8mLを加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（3）　本品0.2gに粒状の亜鉛0.5g及び薄めた塩酸(1→2)5mLを加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙を黒変する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.5gに水75mLを加え，時々振り混ぜながら70℃で20分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える．(0.014%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(2)で得たろ液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（5）　銀還元性物質　本品5gを無アルデヒドエタノール5mLで潤した後，水125mL及び硝酸10mLを加え，更に0.1mol/L硝酸銀液5mLを正確に加え，遮光して30分間かき混ぜた後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し，ろ過器上の残留物を水10mLずつで2回洗い，洗液をろ液に合わせる．この液に硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液5mLを加え，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は4.8mL以上である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品約0.15gを精密に量り，水400mLを加えて水浴中で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液10mLを加え，更に水を加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長265nm付近の吸収極大の波長における吸光度*A*を測定する.

アセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)の量(mg)＝A／474 × 200000

貯法

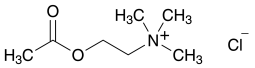
保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

注射用アセチルコリン塩化物

Acetylcholine Chloride for Injection

注射用塩化アセチルコリン



$C_7H_{16}ClNO_2$：181.66

2-Acetoxy-*N,N,N*-trimethylethylaminium chloride

[*60-31-1*]

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセチルコリン塩化物($C_7H_{16}ClNO_2$)98.0～102.0%及び塩素(Cl：35.45)19.3～19.8%を含み，表示量の93.0～107.0%に対応するアセチルコリン塩化物($C_7H_{16}ClNO_2$)を含む.

製法　本品は注射剤の製法により製する.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすい.

本品は極めて吸湿性である.

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

融点〈*2.60*〉　149～152℃　本品及び融点測定用毛細管を105℃で3時間乾燥し，直ちに融封して測定する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸　本品0.10gに新たに煮沸して冷却した水10mLを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液1滴を加え，試料溶液とする．試料溶液に0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.30mLを加えるとき，液の色は青色である.

（３）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法

（１）　アセチルコリン塩化物　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約0.5gを精密に量り，水15mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを正確に加え，ゆるく栓をし，水浴上で30分間加熱し，速やかに冷却し，過量の水酸化ナトリウムを0.05mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝18.17mg $C_7H_{16}ClNO_2$

（２）　塩素　(1)の滴定終了後の液を更に0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴).

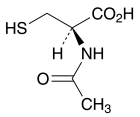
0.1mol/L硝酸銀液1mL＝3.545mg Cl

貯法　容器　密封容器.

アセチルシステイン

Acetylcysteine

N－アセチル－L－システイン



$C_5H_9NO_3S$：163.19

(2*R*)-2-Acetylamino-3-sulfanylpropanoic acid

[*616-91-1*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセチルシステイン($C_5H_9NO_3S$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋21.0～＋27.0°　本品の換算した乾燥物約2.5gに対応する量を精密に量り，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液(1→100)2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→25)15mLに溶かした後，リン酸二水素カリウム溶液(17→125)500mLに水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.0に調整した後，水を加えて1000mLとした液を加えて正確に50mLとする．この液につき，層長100mmで測定する.

融点〈2.60〉　107～111℃

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　本品0.40gを水酸化ナトリウム試液25mLに溶かし，過酸化水素(30)4mLを加え，水浴中で45分間加熱後，冷却し，硝酸5mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.45mLを加える(0.040%以下).

（２）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.8gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.030%以下).

（３）　アンモニウム〈1.02〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液2.0mLを用いる(0.02%以下).ただし，本試験は減圧蒸留法により行う.

（４）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを水40mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液3mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

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

（６）　類縁物質　本品50mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，アセチルシステイン以外のピークの面積はそれぞれ0.3%以下である．また，アセチルシステイン以外のピークの合計面積は0.6%以下である.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→2500)／アセトニトリル混液(19：1)

流量：アセチルシステインの保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセチルシステインの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを量り，移動相を加えて10mLとする．この液1mLを量り，移動相を加えて20mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たアセチルシステインのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のアセチルシステインのピーク面積の15～25%になることを確認する.

システムの性能：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセチルシステイン

のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ15000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アセチルシステインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（7） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，80℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(1g).

定量法　本品約0.2gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ，水20mLに溶かし，ヨウ化カリウム4g及び希塩酸5mLを加え，更に0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え，密栓して氷水中で20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

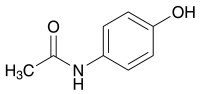
0.05mol/Lヨウ素液1mL＝16.32mg $C_5H_9NO_3S$

貯法　容器　気密容器.

アセトアミノフェン

Acetaminophen

パラセタモール



$C_8H_9NO_2$：151.16

N-(4-Hydroxyphenyl)acetamide

[*103-90-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアセトアミノフェン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈2.60〉　169～172℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品4.0gに水100mLを加え，加熱して溶かし，氷水中で振り混ぜながら冷却した後，常温になるまで放置し，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（2） 硫酸塩〈1.14〉　(1)のろ液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下).

（3） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5） 類縁物質　本品50mgをメタノール1mLに溶かし，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセトアミノフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアセトアミノフェンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH4.7の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール混液(4：1)

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約5分になるように調整する.

カラムの選定：本品及び塩酸4－アミノフェノール0.01gずつをメタノール1mLに溶かし，移動相を加えて50mLとする．この液1mLをとり，移動相を加えて10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノフェノール，アセトアミノフェンの順に溶出し，その分離度が7以上のものを用いる.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセトアミノフェンの保持時間の約6倍の範囲

検出感度：標準溶液10μLから得たアセトアミノフェンのピーク高さがフルスケールの約15%になるように調整する.

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(0.5g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びアセトアミノフェン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，メタノール2mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．これらの液3mLずつを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長244nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：アセトアミノフェン標準品の秤取量(mg)

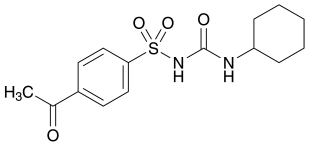
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

アセトヘキサミド

Acetohexamide



$C_{15}H_{20}N_2O_4S$：324.40

4-Acetyl-*N*-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

[*968-81-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アセトヘキサミド($C_{15}H_{20}N_2O_4S$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約185℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.10gをメタノール100mLに溶かす．この液5mLに0.5mol/L塩酸試液20mL及びメタノール75mLを加え，試料溶液(1)とする．試料溶液(1)につき，メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，試料溶液(1)10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液(2)とする．試料溶液(2)につき，メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.5gを*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.45mLに希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.011%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gを*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，希塩酸1mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに希塩酸1mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.010%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　類縁物質

（ⅰ）　シクロヘキシルアミン　本品1.0gを正確に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液30mLを正確に加えて溶かし，ヘキサン5mLを正確に加えて60分間激しく振り混ぜた後，5分間放置する．上層液をとり，試料溶液とする．別にシクロヘキシルアミン50mgを正確に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に300 mLとする．この液30mLを正確に量り，ヘキサン5mLを正確に加えて60分間激しく振り混ぜた後，5分間放置する．上層液をとり，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のシクロヘキシルアミンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積は，標準溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53mm，長さ30mの石英管の内面にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを厚さ1.5μmで被覆する．

カラム温度：90℃付近の一定温度

注入口温度：150℃付近の一定温度

検出器温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：シクロヘキシルアミンの保持時間が約4分になるように調整する．

スプリット比：1：1

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクロヘキシルアミンのピークの理論段数は8000段以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロヘキシルアミンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

（ⅱ）　ジシクロヘキシルウレア　本品1.0gを正確に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加えて溶かし，メタノール20mLを正確に加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸(1→10)5mLを正確に加えて15分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液10mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジシクロヘキシルウレア50mgを正確に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液20mLを正確に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸(1→10)5mLを正確に加えて振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積は，標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

リカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水酸化ナトリウム0.5gを0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液1000mLに溶かし，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液でpH6.5に調整する．この液500mLにアセトニトリル500mLを加える．

流量：ジシクロヘキシルウレアの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジシクロヘキシルウレアのピークの理論段数は10000段以上である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジシクロヘキシルウレアのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

(iii)　その他の類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとする．この液1mLずつを正確に量り，アセトンを加えて正確に10mL及び25mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)／シクロヘキサン混液(6：2：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは4個以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，水10mLを加えた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに水19mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

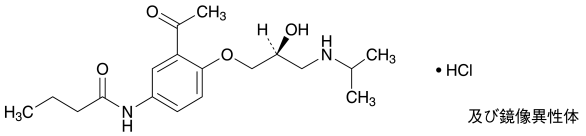
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝32.44mg $C_{15}H_{20}N_2O_4S$

貯法　容器　密閉容器.

アセブトロール塩酸塩

Acebutolol Hydrochloride

塩酸アセブトロール



$C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl：372.89

N-{3-Acetyl-4-[(2*RS*)-2-hydroxy-3-(1-methylethyl)aminopropyloxy]phenyl}butanamide monohydrochloride

[*34381-68-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アセブトロール塩酸塩($C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　141～145℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品40mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

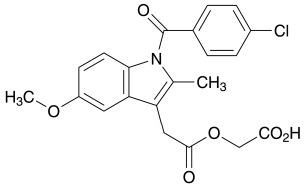
定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝37.29mg $C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

アセメタシン

Acemetacin



$C_{21}H_{18}ClNO_6$：415.82

2-{2-[1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1*H*-indol-3-yl]acetyloxy}acetic acid

[*53164-05-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である.

本品はアセトンにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品1mgに濃クロモトロープ酸試液1mLを加え，水浴中で5分間加熱するとき，液の色は赤紫色を呈する.

（2）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する.

融点〈2.60〉　151～154℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.40gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／4－メチル－2－ペンタノン／酢酸(100)混液(3：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，アセトン20mLに溶かし，水10mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝41.58mg $C_{21}H_{18}ClNO_6$

貯法　容器　気密容器.

アセメタシンカプセル

Acemetacin Capsules

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

製法　本品は「アセメタシン」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「アセメタシン」0.1gに対応する量をとり，メタノール100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLをとり，メタノールを減圧で留去する．残留物にメタノール1mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアセメタシン10mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／4－メチル－2－ペンタノン／酢酸(100)混液(3：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

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

アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：定量用アセメタシンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶

液(1→1000)

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

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

アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用アセメタシンの秤取量(mg)
C：1カプセル中のアセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)約30mgに対応する量を精密に量り，メタノール40mLを加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用アセメタシンを105℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセメタシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

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

M_S：定量用アセメタシンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100)6gに水を加えて1000mLとした液に，酢酸ナトリウム三水和物1.36gを水100mLに溶かした液を加えてpH3.2に調整する．この液200mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：アセメタシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アセメタシン75mg及びインドメタシン75mgをメタノール50mLに溶かす．この液2mLに内標準溶液2mLを加え，更にメタノールを加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセメタシン，インドメタシン，内標準物質の順に溶出し，アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質の分離度はそれぞれ3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アセメタシン錠
Acemetacin Tablets

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

製法　本品は「アセメタシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「アセメタシン」0.1gに対応する量をとり，メタノール100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLをとり，メタノールを減圧で留去する．残留物をメタノール1mLに溶かし，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアセメタシン10mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／4－メチル－2－ペンタノン／酢酸(100)混液(3：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

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

アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：定量用アセメタシンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液(1→250)

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

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

アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用アセメタシンの秤取量(mg)
C：1錠中のアセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)約0.6gに対応する量を精密に量り，メタノール120mLを加えて20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，更にメタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用アセメタシンを105℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，更にメタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセメタシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

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

M_S：定量用アセメタシンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液(1→250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100)6gに水を加えて1000mLとした液に，酢酸ナトリウム三水和物1.36gを水100mLに溶かした液を加えてpH3.2に調整する．この液200mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：アセメタシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

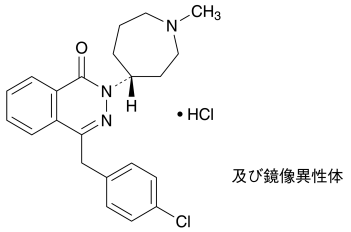
システムの性能：アセメタシン75mg及びインドメタシン75mgを，メタノール50mLに溶かす．この液4mLに内標準溶液1mLを加え，更にメタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセメタシン，インドメタシン，内標準物質の順に溶出し，アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質の分離度は，それぞれ3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アゼラスチン塩酸塩

Azelastine Hydrochloride
塩酸アゼラスチン



$C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$：418.36
4-[(4-Chlorophenyl)methyl]-2-[(4*RS*)-(1-methylazepan-4-yl)]phthalazin-1(2*H*)-one monohydrochloride
[*79307-93-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アゼラスチン塩酸塩($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

融点：約225℃(分解)．

本品の水溶液(1→200)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の飽和水溶液10mLに希硝酸1mLを加え，析出した結晶をろ過するとき，ろ液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアゼラスチン以外のピークの面積は，標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のアゼラスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液(660：340：1)

流量：アゼラスチンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアゼラスチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たアゼラスチンのピーク面積が，標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アゼラスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アゼラスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かした後，無水酢酸70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.84mg $C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

アゼラスチン塩酸塩顆粒

Azelastine Hydrochloride Granules

塩酸アゼラスチン顆粒

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

製法 本品は「アゼラスチン塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

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

溶出性〈6.10〉 試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従いアゼラスチン塩酸塩($C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl)約1mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸アゼラスチンを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に250mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアゼラスチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

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

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9 / 5$

M_S：定量用塩酸アゼラスチンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

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

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

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

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

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

50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液40mL及びエタノール(99.5)40mLを加えた後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にエタノール(99.5)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアゼラスチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アゼラスチン塩酸塩($C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：定量用塩酸アゼラスチンの秤取量(mg)

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

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

流量：アゼラスチンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

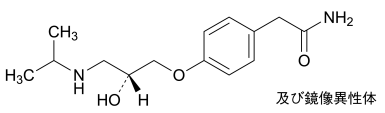
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アゼラスチン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアゼラスチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アテノロール

Atenolol



$C_{14}H_{22}N_2O_3$：266.34

2-(4-{(2*RS*)-2-Hydroxy-3-[(1-methylethyl)amino]propyloxy}phenyl)acetamide

[*29122-68-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アテノロール($C_{14}H_{22}N_2O_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→25)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　152～156℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアテノロール以外のピークの面積は，標準溶液のアテノロールのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のアテノロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のアテノロールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：226nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.4gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整した液40容量にメタノール9容量及びテトラヒドロフラン1容量を加える．この液1000mLに1－オクタンスルホン酸ナトリウム1g及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム0.4gを溶かす．

流量：アテノロールの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：アテノロールの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たアテノロールのピーク面積が，標準溶液から得たアテノロールのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アテノロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アテノロールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

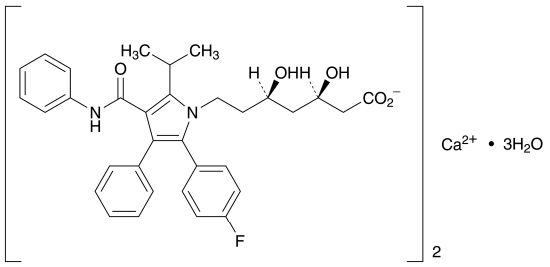
定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.63mg $C_{14}H_{22}N_2O_3$

貯法　容器　気密容器．

アトルバスタチンカルシウム水和物

Atorvastatin Calcium Hydrate



$C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$：1209.39

Monocalcium bis{(3*R*,5*R*)-7-[2-(4-fluorophenyl)-5-(1-methylethyl)-3-phenyl-4-(phenylcarbamoyl)-1*H*-pyrrol-1-yl]-3,5-dihydroxyheptanoate} trihydrate

[*344423-98-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アトルバスタチンカルシウム($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$：1155.34)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，ジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄白色となる．

確認試験

(1)　本品のメタノール溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアトルバスタチンカルシウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

(2)　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアトルバスタチンカルシウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，別に規定する方法により再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

(3)　本品に希塩酸少量を加えてかゆ状としたものは，カルシウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．また，本品のメタノール／水混液(7：3)溶液(1→250)はカルシウム塩の定性反応(3)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{25}$：－7～－10°(脱水物に換算したもの0.2g，ジメチルスルホキシド，20mL，100mm)．

純度試験

(1)　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

(2)　類縁物質　本品20mgを水／アセトニトリル混液(1：1)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアトルバスタチンに対する相対保持時間約0.8のピーク面積は，標準溶液のアトルバスタチンのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のアトルバスタチン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のアトルバスタチンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のアトルバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアトルバスタチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：クエン酸一水和物10.5gを水900mLに溶かす．この液にアンモニア水(28)を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液400mLにアセトニトリル100mL及びテトラヒドロフラン100mLを加える．

移動相B：アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 40	93	7
40 ～ 80	93 → 60	7 → 40

流量：アトルバスタチンの保持時間が約16分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアトルバスタチンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たアトルバスタチンのピーク面積が，標準溶液のアトルバスタチンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アトルバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アトルバスタチンのピー

ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　3.5～5.5%(50mg，電量滴定法).

定量法　本品及びアトルバスタチンカルシウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アトルバスタチンカルシウム($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの水／アセトニトリル混液(1：1)溶液(1→1500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：クエン酸一水和物10.5gを水900mLに溶かす．この液にアンモニア水(28)を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液530mLにアセトニトリル270mL及びテトラヒドロフラン200mLを加える．

流量：アトルバスタチンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトルバスタチンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

アトルバスタチンカルシウム錠

Atorvastatin Calcium Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$：1209.39)を含む．

製法　本品は「アトルバスタチンカルシウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「アトルバスタチンカルシウム水和物」10mgに対応する量をとり，メタノール50mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2.5mLにメタノールを加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長244～248nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／メタノール混液(1：1)3V／5 mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．内標準溶液V／10 mLを正確に加えた後，1mL中にアトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)約0.1mgを含む液となるように水／メタノール混液(1：1)を加えてV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアトルバスタチンカルシウム標準品(別途「アトルバスタチンカルシウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200 \times 1.047$

M_S：脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　1,3－ジニトロベンゼンのメタノール溶液(1→2500)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトルバスタチンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)約6μgを含む液となるように水を加えて正確に$V'$ mLとし，試料溶液とする．別にアトルバスタチンカルシウム標準品(別途「アトルバスタチンカルシウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約60mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：

1)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアトルバスタチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 \times 1.047$

M_S：脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のアトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，アトルバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アトルバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個をとり，水／メタノール混液(1：1)3V／5 mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．内標準溶液V／10 mLを正確に加えた後，1mL中にアトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)約2mgを含む液となるように水／メタノール混液(1：1)を加えてV mLとし，遠心分離する．上澄液2.5mLをとり，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアトルバスタチンカルシウム標準品(別途「アトルバスタチンカルシウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約44mgを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，水／メタノール混液(1：1)に溶かして20mLとする．この液2.5mLをとり，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のアトルバスタチンカルシウム水和物($C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 400 \times 1.047$

M_S：脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　1,3－ジニトロベンゼンのメタノール溶液(1→125)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：244nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：クエン酸一水和物10.5gを水900mLに溶かし，アンモニア水(28)を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液530mLにアセトニトリル270mL及びテトラヒドロフラン200mLを加える．

流量：アトルバスタチンの保持時間が約9分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトルバスタチンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

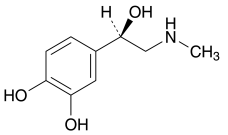
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器　気密容器．

アドレナリン

Adrenaline

エピネフリン



$C_9H_{13}NO_3$：183.20

4-[(1*R*)-1-Hydroxy-2-(methylamino)ethyl]benzene-1,2-diol

[*51-43-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アドレナリン($C_9H_{13}NO_3$)98.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸又は酢酸(100)に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1） 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－50.0～－53.5°(乾燥後，1g，1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

純度試験

（1） 溶状　本品0.10gを希塩酸10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液Aより濃くない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　アドレナロン　本品50mgを0.05mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長310nmにおける吸光度は0.2以下である．

（4）　ノルアドレナリン　本品0.20gをギ酸1mL及びメタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品8.0mgをメタノールに溶かし，正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ギ酸混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにフォリン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，18時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.32mg $C_9H_{13}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器.

アドレナリン液

Adrenaline Solution

エピネフリン液

塩酸アドレナリン液

塩酸エピネフリン液

本品は定量するとき，アドレナリン($C_9H_{13}NO_3$：183.20)0.085～0.115w/v%を含む.

製法

アドレナリン	1g
塩化ナトリウム	8.5g
薄めた塩酸(9→100)	10mL
安定剤	適量
保存剤	適量
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は無色～わずかに赤色を帯びた澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり，次に褐色となる．

pH：2.3～5.0

確認試験

（1）　本品1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2）　本品1mLずつを試験管A及びBにとり，AにpH3.5のフタル酸水素カリウム緩衝液10mLを，BにpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加える．それぞれにヨウ素試液1mLずつを加えて5分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液2mLずつを加えるとき，Aは赤色を呈し，Bは濃赤色を呈する．

定量法　本品30mLを正確に量り，分液漏斗に入れ，四塩化炭素25mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後，放置し，四塩化炭素層を除き，更にこの操作を3回繰り返す．分液漏斗の栓及び口は水少量で洗い込む．これにデンプン試液0.2mLを加え，振り動かしながらヨウ素試液を滴加し，液が持続する青色に呈したとき，その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナトリウム試液を滴加する．次に分液漏斗の口に付着しないように炭酸水素ナトリウム2.1gを加えて振り混ぜ，大部分の炭酸水素ナトリウムを溶かし，この液の中に無水酢酸1.0mLを速やかに注入する．直ちに軽く栓をし，ガスの発生がやむまで放置した後，激しく振り混ぜ，5分間放置した後，クロロホルム25mLずつで6回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して3mLとする．この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み，再び加熱して蒸発乾固する．残留物を105℃で30分間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)中で放冷した後，その質量M(mg)を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に5mLとする．この液につき，層長100mmで比旋光度〈2.49〉$[\alpha]_D^{20}$を測定する．

アドレナリン($C_9H_{13}NO_3$)の量(mg)

$= M \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]_D^{20}|) / 93\} \times 0.592$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

アドレナリン注射液

Adrenaline Injection

エピネフリン注射液

塩酸アドレナリン注射液

塩酸エピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，アドレナリン($C_9H_{13}NO_3$：183.20)0.085～0.115w/v%を含む.

製法　本品は「アドレナリン」をとり，薄めた「塩酸」(9→10000)に溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり，次に褐色となる．

pH：2.3～5.0

確認試験

（1）　本品1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えると

き，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（２）　本品1mLずつを試験管A及びBにとり，AにpH3.5のフタル酸水素カリウム緩衝液10mLを，BにpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加える．それぞれにヨウ素試液1mLずつを加えて5分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液2mLずつを加えるとき，Aは赤色を呈し，Bは濃赤色を呈する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品30mLを正確に量り，分液漏斗に入れ，四塩化炭素25mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後，放置し，四塩化炭素層を除き，更にこの操作を3回繰り返す．分液漏斗の栓及び口は水少量で洗い込む．これにデンプン試液0.2mLを加え，振り動かしながらヨウ素試液を滴加し，液が持続する青色を呈したとき，その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナトリウム試液を滴加する．次に分液漏斗の口に付着しないように炭酸水素ナトリウム2.1gを加えて振り混ぜ，大部分の炭酸水素ナトリウムを溶かし，この液の中に無水酢酸1.0mLを速やかに注入する．直ちに軽く栓をし，ガスの発生がやむまで放置した後，激しく振り混ぜ，5分間放置した後，クロロホルム25mLずつで6回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して3mLとする．この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み，再び加熱して蒸発乾固する．残留物を105℃で30分間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)中で放冷した後，その質量M(mg)を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に5mLとする．この液につき，層長100mmで比旋光度〈*2.49*〉$[\alpha]_D^{20}$を測定する．

アドレナリン($C_9H_{13}NO_3$)の量(mg)
$= M \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]_D^{20}|) / 93\} \times 0.592$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

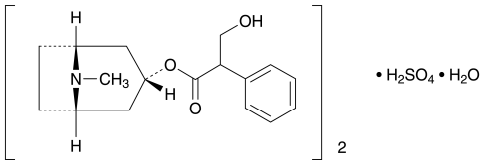
容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アトロピン硫酸塩水和物

Atropine Sulfate Hydrate

アトロピン硫酸塩

硫酸アトロピン



$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83

(1*R*,3*r*,5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl [(2*RS*)-3-hydroxy-2-phenyl]propanoate hemisulfate hemihydrate

[*5908-99-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アトロピン硫酸塩[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：676.82]98.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：188～194℃(分解)．乾燥後，180℃の浴液中に挿入し，1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける．

本品は光によって変化する．

確認試験

（１）　本品1mgに発煙硝酸3滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→50)2mLにテトラクロロ金(Ⅲ)酸試液4～5滴を加えるとき，光沢を帯びない黄白色の沈殿を生じる．

（３）　本品の水溶液(1→25)5mLにアンモニア試液2mLを加えて2～3分間放置した後，析出した結晶をろ取し，水で洗い，デシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は115～118℃である．

（４）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品1.0gを水20mLに溶かし，0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.30mL及びメチルレッド・メチレンブルー試液1滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（３）　類縁物質　本品0.25gを薄めた塩酸(1→10)1mLに溶かし，水を加えて15mLとし，試料溶液とする．

（ｉ）　試料溶液5mLにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液2～3滴を加えるとき，沈殿を生じない．

（ii）　試料溶液5mLにアンモニア試液2mLを加えて強く振り混ぜるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加え，その7mLをとり，5分間放置する．

（４）　ヒヨスチアミン　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，水に溶かし，正確に10mLとする．この液につき層長100mmで比旋光度〈*2.49*〉を測定するとき，$[\alpha]_D^{20}$は－0.60～＋0.10°である．

（５）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(Ｖ)，110℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，酢酸(100)30mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝33.84mg $(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

アトロピン硫酸塩注射液

Atropine Sulfate Injection

硫酸アトロピン注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するアトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83]を含む.

製法　本品は「アトロピン硫酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

pH：4.0～6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」1mgに対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アトロピン硫酸塩水和物」の確認試験(1)を準用する.

（2）　本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」5mgに対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物をエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．不溶物が残るときは，残留物を粉砕し，静置後，上澄液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品10mgをエタノール(95)2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水／アンモニア水(28)混液(90：7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で10分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，だいだい色を呈し，それらのR_f値は等しい.

（3）　本品は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

エンドトキシン〈4.01〉　75EU/mg未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のアトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$]約5mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

アトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 1.027$

M_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム0.4gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液でpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する.

流量：アトロピンの保持時間が約16分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に溶出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密封容器.

亜ヒ酸パスタ

Arsenical Paste

本品は定量するとき，三酸化ヒ素(As_2O_3：197.84)36.0～44.0%を含む.

製法

三酸化ヒ素，細末	40g
プロカイン塩酸塩，細末	10g
親水クリーム	30g
チョウジ油	適量
薬用炭	適量
全量	100g

「三酸化ヒ素」及び「プロカイン塩酸塩」をとり，「親水クリーム」と混和し，「チョウジ油」を加えて適当の稠度とした後，「薬用炭」を加えて着色する.

性状　本品は灰黒色で，チョウジ油のにおいがある.

確認試験

（1）　本品0.1gを小フラスコにとり，発煙硝酸5mL及び硫酸5mLを加え，直火で加熱し，反応液が無色となり白煙を生じたとき，冷却し，注意して水20mL中に加え，温時，硫化水素試液10mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる(三酸化ヒ素).

（2）　本品0.5gにジエチルエーテル25mL，希塩酸5mL及び水20mLを加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する(プ

ロカイン塩酸塩).

（３） 本品0.5gにジエチルエーテル25mL及び水25mLを加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸プロカイン0.01gを水5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

定量法 本品約0.3gを精密に量り，150mLのケルダールフラスコに入れ，発煙硝酸5mL及び硫酸10mLを加えてよく混ぜ，注意して初め弱く，後に強く加熱する．赤色の酸化窒素ガスの発生が少なくなったとき，加熱をやめ，冷後，更に発煙硝酸5mLを加えて再び加熱し，赤色の酸化窒素ガスの発生がやみ，反応液が澄明になったとき，加熱をやめて放冷する．次にシュウ酸アンモニウム飽和溶液30mLを加え，再び加熱して硫酸の白煙が発生してから，更に10分間加熱し，シュウ酸を完全に分解する．冷後，あらかじめ水40mLを入れた共栓フラスコに無色の反応液を注意して移し，ケルダールフラスコを水60mLでよく洗い，洗液を先の共栓フラスコ中に加えて放冷する．これにヨウ化カリウム3gを加えて溶かし，室温で暗所に45分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液5mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

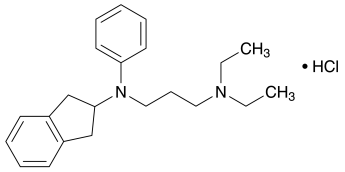
0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝4.946mg As_2O_3

貯法 容器 気密容器.

アプリンジン塩酸塩

Aprindine Hydrochloride

塩酸アプリンジン



$C_{22}H_{30}N_2$・HCl：358.95

N-(2,3-Dihydro-1*H*-inden-2-yl)-*N*′,*N*′-diethyl-*N*-phenylpropane-1,3-diamine monohydrochloride

[*33237-74-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)98.5～101.0%を含む.

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末であり，味は苦く，舌を麻痺する．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

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

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

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

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

融点〈2.60〉 127～131℃

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.10以下である．

（２） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（３） 類縁物質 本品25mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアプリンジン以外のピークの面積は，標準溶液のアプリンジンのピーク面積の1／10より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.40gを水500mLに溶かし，塩酸を加えてpH3.0に調整した液500mLにアセトニトリル500mLを加える．

流量：アプリンジンの保持時間が約6分になるよう調整する．

面積測定範囲：アプリンジンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアプリンジンのピーク面積が，標準溶液のアプリンジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アプリンジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，アプリンジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

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

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.90mg $C_{22}H_{30}N_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

アプリンジン塩酸塩カプセル

Aprindine Hydrochloride Capsules

塩酸アプリンジンカプセル

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl：358.95)を含む．

製法　本品は「アプリンジン塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

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

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)30mLを加え，20分間激しく振り混ぜた後，1mL中にアプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)約0.2mgを含む液となるように塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

アプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：定量用塩酸アプリンジンの秤取量(mg)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸アプリンジンを60℃で4時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアプリンジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用塩酸アプリンジンの秤取量(mg)

C：1カプセル中のアプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.40gを水500mLに溶かし，塩酸を加えてpH3.0に調整した液500mLにアセトニトリル500mLを加える．

流量：アプリンジンの保持時間が約6分になるよう調整する．

システム適合性

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

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

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．アプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)約0.1gに対応する量を精密に量り，塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)60mLを加え，20分間激しく振り混ぜた後，塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)を加え，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸アプリンジンを60℃で4時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アプリンジン塩酸塩($C_{22}H_{30}N_2$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用塩酸アプリンジンの秤取量(mg)

貯法

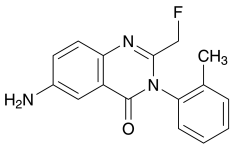
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アフロクアロン

Afloqualone

アフロクァロン



$C_{16}H_{14}FN_3O$：283.30

6-Amino-2-fluoromethyl-3-(2-tolyl)-3*H*-quinazolin-4-one

[*56287-74-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アフロクアロン($C_{16}H_{14}FN_3O$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約197℃(分解)．

確認試験

（1）　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のエタノール(99.5)溶液(1→150000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品1.0gを遮光した容器にとり，新たに煮沸して冷却した水20mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLにブロモチモールブルー試液2滴を加えるとき，液は黄色を呈する．これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液の色は青色に変わる．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品10mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアフロクアロンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物7.2gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH5.5に調整する．この液600mLにアセトニトリル400mLを加える．

流量：アフロクアロンの保持時間が約5.5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアフロクアロンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たアフロクアロンのピーク面積が，標準溶液のアフロクアロンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品0.01gを移動相に溶かし，パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→2000)5mLを加えた後，移動相を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アフロクアロン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アフロクアロンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，塩酸10mL及び水40mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝28.33mg $C_{16}H_{14}FN_3O$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アヘン末

Powdered Opium

OPIUM PULVERATUM

本品はケシ*Papaver somniferum* Linné (*Papaveraceae*)から得たあへんを均質な粉末としたもの，又はこれにデンプン若しくは「乳糖水和物」を加えたものである．

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)9.5～10.5%を含む．

性状　本品は黄褐色～暗褐色の粉末である．

確認試験

（1）　本品0.1gに薄めたエタノール(7→10)5mLを加え，10分間超音波処理した後，薄めたエタノール(7→10)を加えて10mLとする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に「モルヒネ塩酸塩水和物」25mg，「コデインリン酸塩水

和物」12mg，「パパベリン塩酸塩」2mg及び「ノスカピン塩酸塩水和物」12mgをそれぞれ薄めたエタノール(7→10)25mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び各標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／トルエン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(20：20：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞれのスポットと色調及びR_f値が等しい(モルヒネ，コデイン，パパベリン，ノスカピン)．

（２）　本品0.1gに水5mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(3→10)1mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．この液に，直ちにジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層は赤紫色を呈しない(メコン酸)．

乾燥減量〈2.41〉　8.0%以下(1g，105℃，5時間)．

定量法　本品約5gを精密に量り，乳鉢に入れ，正確に水10mLを加えてよくすり混ぜ，水酸化カルシウム2g及び正確に水40mLを加えて20分間かき混ぜた後，ろ過する．ろ液30mLに硫酸マグネシウム七水和物0.1gを加え，1分間振り混ぜ，水酸化カルシウム0.3gを加えて1分間振り混ぜ，1時間放置した後，ろ過する．ろ液20mLを正確に量り，共栓フラスコに入れ，ジエチルエーテル10mL及び塩化アンモニウム0.3gを加え，注意して激しく振り混ぜ，結晶が析出し始めたとき，振り混ぜ機を用い，30分間振り動かし，5～10℃で一夜放置した後，初めジエチルエーテル層を，次に水層を直径7cmのろ紙を用いてろ過する．共栓フラスコに付着した結晶をジエチルエーテルを飽和した水5mLずつで3回洗い，毎回の洗液でろ紙上の結晶を洗い，最後にジエチルエーテルを飽和した水5mLで共栓フラスコの口及びろ紙の上辺を洗う．結晶はろ紙と共にビーカーに移し，正確に0.05mol/L硫酸15mLを量り，この液で共栓フラスコ中の結晶を先のビーカーに洗い込む．共栓フラスコは水5mLずつで4回洗い，洗液はビーカーの液に合わせ，過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液4滴)．

0.05mol/L硫酸1mL＝28.53mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯法　容器　気密容器．

アヘン散

Diluted Opium Powder

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)0.90～1.10%を含む．

製法

アヘン末	100g
デンプン又は適当な賦形剤	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．本品には「乳糖水和物」を加えない．

性状　本品は淡褐色の粉末である．

確認試験

（１）　本品1gをとり「アヘン末」の確認試験(1)を準用する．

（２）　本品1gをとり「アヘン末」の確認試験(2)を準用する．

定量法　本品約50gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，希エタノール250mLを加え，40℃の水浴中で1時間かき混ぜた後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する．ろ過器上の残留物を先の共栓フラスコに移し，希エタノール50mLを加え，40℃の水浴中で10分間かき混ぜた後，先のガラスろ過器を用いてろ過し，希エタノール50mLずつを用い，更に3回この操作を繰り返す．全ろ液を乳鉢に合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)10mLを加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水10mLを加えてよくすり混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05mol/L硫酸1mL＝28.53mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯法　容器　気密容器．

アヘンチンキ

Opium Tincture

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)0.93～1.07w/v%を含む．

製法

アヘン末	100g
35vol%エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，35vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は暗赤褐色の液である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（１）　本品1mLに薄めたエタノール(7→10)を加えて10mLとする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「アヘン末」の確認試験(1)を準用する．

（２）　本品1mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アヘン末」の確認試験(2)を準用する．

アルコール数〈1.01〉　3.5以上(第1法)．

定量法　本品50mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)10mLを加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水10mLを加えてよくすり混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05mol/L硫酸1mL＝28.53mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アヘンアルカロイド塩酸塩

Opium Alkaloids Hydrochlorides

塩酸アヘンアルカロイド

オピアル

本品はあへん中の数種の主要なアルカロイドの塩酸塩である．

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)47.0～52.0%及び他のアルカロイド35.0～41.0%を含む．

性状　本品は白色～淡褐色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品0.1gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．別に「モルヒネ塩酸塩水和物」60mg，「ノスカピン塩酸塩水和物」40mg，「コデインリン酸塩水和物」10mg及び「パパベリン塩酸塩」10mgをそれぞれ薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び各標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／トルエン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(20：20：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞれのスポットと色調及びR_f値が等しい(モルヒネ，ノスカピン，コデイン及びパパベリン)．

（2）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長420nmの吸光度を測定するとき，0.20以下である．

（2）　メコン酸　本品0.1gを水2mLに溶かし，あらかじめ水5mLを通したカラム(55～105μmの前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル約0.36gを内径約1cmのポリエチレン製のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に注入する．次に水5mL，メタノール5mL，0.1mol/L塩酸10mLの順にカラムを洗浄し，1mol/L塩酸2mLを通し，溶出液を試験液とする．試験液に希水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉　6.0%以下(0.5g，120℃，8時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.5g)．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約60mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のモルヒネ，コデイン，パパベリン，テバイン，ナルセイン及びノスカピンのピーク面積A_{T1}，A_{T2}，A_{T3}，A_{T4}，A_{T5}及びA_{T6}並びに標準溶液のモルヒネのピーク面積A_Sを測定する．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_{T1} / A_S \times 0.887$

他のアルカロイドの量(mg)

$= M_S \times \{(A_{T2} + 0.29A_{T3} + 0.20A_{T4} + 0.19A_{T5} + A_{T6}) / A_S\} \times 0.887$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

ただし，下記の条件で操作するとき，コデイン，パパベリン，テバイン，ナルセイン及びノスカピンのモルヒネに対する相対保持時間は以下のとおりである．

成分名	相対保持時間
コデイン	1.1
パパベリン	1.9
テバイン	2.5
ナルセイン	2.8
ノスカピン	3.6

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gに薄めたリン酸(1→1000)500mLを加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液でpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：「モルヒネ塩酸塩水和物」60mg，「コデインリン酸塩水和物」10mg，「パパベリン塩酸塩」10mg及び「ノスカピン塩酸塩水和物」40mgに水を加えて溶かし，50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，コデイン，パパベリン，ノスカピンの順に溶出し，それぞれのピークは完全に分離し，モルヒネとコデインの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モルヒネのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アヘンアルカロイド塩酸塩注射液

Opium Alkaloids Hydrochlorides Injection
塩酸アヘンアルカロイド注射液
オピアル注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)0.90～1.10w/v%を含む．

製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5～3.5

確認試験　本品1mLにエタノール(99.5)1mLを加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 0.887$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gに薄めたリン酸(1→1000)500mLを加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液でpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

Opium Alkaloids and Atropine Injection
オピアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)0.90～1.10w/v%及びアトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83]0.027～0.033w/v%を含む．

製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5～3.5

確認試験

（1）　本品1mLにエタノール(99.5)1mLを加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品2mLにアンモニア試液2mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)1mLを加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら30分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品0.03gを水100mLに溶かす．この液2mLにつき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)混液(200：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち，R_f値約0.2のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(アトロピン)．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

（1）　モルヒネ　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg)＝M_S × Q_T／Q_S × 0.887

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液でpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

（２）　アトロピン硫酸塩水和物　本品2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に薄めた希塩酸(1→10)10mLを加える．この液をジクロロメタン10mLずつを用いて2回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液2mLを加え，直ちにジクロロメタン20mLを加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム5gをのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に1,2－ジクロロエタン0.5mL及びビストリメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え，密栓して60℃の水浴中で15分間加温し，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$]の量(mg)

＝M_S × Q_T／Q_S × 1／50 × 1.027

M_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1.5mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニル－メチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1～3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：アトロピンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

オピスコ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)1.80～2.20w/v%及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31)0.054～0.066w/v%を含む．

製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	40g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.6g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5～3.5

確認試験

（１）　本品1mLに水1mL及びエタノール(99.5)2mLを加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

（２）　本品1mLに水1mL及びアンモニア試液2mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)1mLを加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら30分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品0.03gを水100mLに溶かす．この液2mLにアンモニア試液2mLを加える．以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液

10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)混液(200：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち，R_f値約0.7のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(スコポラミン).

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

（1）　モルヒネ　本品1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 0.887$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLを加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液でpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

（2）　スコポラミン臭化水素酸塩水和物　本品2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に薄めた希塩酸(1→10)10mLを加える．この液をジクロロメタン10mLずつを用いて2回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液2mLを加え，直ちにジクロロメタン20mLを加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム5gをのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に1,2－ジクロロエタン0.5mL及びビストリメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え，密栓して60℃の水浴中で15分間加温し，試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品(別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約60mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物($C_{17}H_{21}NO_4$・HBr・$3H_2O$)の量(mg)

＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/50 \times 1.141$

M_S：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1.5mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニル－メチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1～3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：スコポラミンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スコポラミンの順に流出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

弱オピスコ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)0.90～1.10w/v%及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物($C_{17}H_{21}NO_4$・HBr・$3H_2O$：438.31)0.027～0.033w/v%を含む．

製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5～3.5

確認試験

（1）　本品1mLにエタノール(99.5)1mLを加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品2mLにアンモニア試液2mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)1mLを加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら30分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品0.03gを水100mLに溶かす．この液2mLにつき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)混液(200：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち，R_f値約0.7のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(スコポラミン)．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

（1）　モルヒネ　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 0.887$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gに薄めたリン酸(1→1000)500mLを加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液でpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

（2）　スコポラミン臭化水素酸塩水和物　本品4mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に薄めた希塩酸(1→10)10mLを加える．この液をジクロロメタン10mLずつを用いて2回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液2mLを加え，直ちにジクロロメタン20mLを加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム5gをのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に1,2－ジクロロエタン0.5mL及びビストリメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え，密栓して60℃の水浴中で15分間加温し，試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品(別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約60mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$)の量(mg)

＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/50 \times 1.141$

M_S：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1.5mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニル－メチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1～3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：スコポラミンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スコポラミンの順に流出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

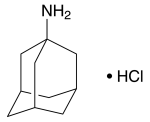
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アマンタジン塩酸塩

Amantadine Hydrochloride

塩酸アマンタジン



$C_{10}H_{17}N$・HCl：187.71

Tricyclo[3.3.1.1^{3,7}]dec-1-ylamine monohydrochloride

[*665-66-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アマンタジン塩酸塩($C_{10}H_{17}N$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1gにピリジン1mL及び無水酢酸0.1mLを加え，1分間煮沸して溶かした後，希塩酸10mLを加え，氷水中で冷却する．析出した結晶をろ取し，水で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は147～151℃である．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水5mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.50gを水10mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液10mL及びクロロホルム10mLを加えて振り混ぜる．漏斗上に無水硫酸ナトリウム3gをのせた脱脂綿を用いてクロロホルム層をろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアマンタジン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアマンタジンのピーク面積の1／3より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のアマンタジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物(L)及び水酸化カリウムを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ2%及び1%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：125℃付近の一定温度で注入し，5分間保った後，150℃になるまで1分間に5℃の割合で昇温し，150℃付近の一定温度に15分間保つ．

キャリヤーガス：窒素

流量：アマンタジンの保持時間が約11分になるように調整する．

カラムの選定：ナフタレン0.15gを試料溶液5mLに溶かし，クロロホルムを加えて100mLとする．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナフタレン，アマンタジンの順に溶出し，その分離度が2.5以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液2μLから得たアマンタジンのピーク高さが，フルスケールの約10%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアマンタジンの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，酢酸(100)を加えて70mLとし，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

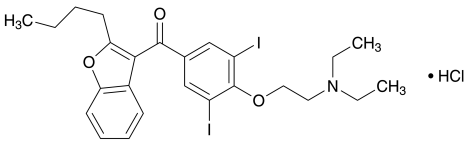
0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.77mg $C_{10}H_{17}N$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

アミオダロン塩酸塩

Amiodarone Hydrochloride

塩酸アミオダロン



$C_{25}H_{29}I_2NO_3$・HCl：681.77

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

[*19774-82-4*]

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

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は80℃の水に極めて溶けやすく，ジクロロメタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)

にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

融点：約161℃(分解)．

確認試験

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

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

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

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加え，80℃に加温して溶かし，冷却した液のpHは3.2～3.8である．

純度試験

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

比較液(1)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.4mLの混液に薄めた塩酸(1→40)を加えて10.0mLとした液2.5mLをとり，薄めた塩酸(1→40)を加えて20mLとする．

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

（2） ヨウ化物 本品1.50gに水40mLを加え，80℃に加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に50mLとし，試料原液とする．この液15mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液1mL及びヨウ素酸カリウム溶液(107→10000)1mLをそれぞれ正確に加えた後，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に試料原液15mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液1mL，ヨウ化カリウム溶液(441→5000000)1mL及びヨウ素酸カリウム溶液(107→10000)1mLをそれぞれ正確に加えた後，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．また，別に試料原液15mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液1mLを正確に加えた後，水を加えて正確に20mLとし，対照液とする．試料溶液，標準溶液及び対照液を暗所に4時間放置した後，試料溶液及び標準溶液につき，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長420nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度の1／2より大きくない．

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

（4） 類縁物質1 本品0.5gをジクロロメタン5mLに溶かし，試料溶液とする．別に塩酸(2－クロロエチル)ジエチルアミン10mgをジクロロメタン50mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／ギ酸混液(17：2：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに次硝酸ビスマス試液を均等に噴霧した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（5） 類縁物質2 本品0.125gを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)25mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアミオダロン以外のピークの面積は，標準溶液のアミオダロンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアミオダロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアミオダロンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水800mLに酢酸(100)3.0mLを加え，アンモニア水(28)を加えてpH4.95に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液300mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル400mL及び液体クロマトグラフィー用メタノール300mLを加える．

流量：アミオダロンの保持時間が約24分になるように調整する．

面積測定範囲：アミオダロンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

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

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

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミオダロンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（6） 残留溶媒 別に規定する．

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

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

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

補正する．

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

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アミオダロン塩酸塩錠

Amiodarone Hydrochloride Tablets

塩酸アミオダロン錠

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

製法　本品は「アミオダロン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

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

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相160mLを加え，10分間超音波処理した後，移動相を加えて正確に200mLとし，遠心分離する．アミオダロン塩酸塩($C_{25}H_{29}I_2NO_3$・HCl)約1mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸アミオダロンを50℃で4時間減圧(0.3kPa以下)乾燥し，その約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアミオダロンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

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

$= M_S \times A_T / A_S \times 8 / V$

M_S：定量用塩酸アミオダロンの秤取量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミオダロンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液にpH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

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

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

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用塩酸アミオダロンの秤取量(mg)

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

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アミオダロン塩酸塩($C_{25}H_{29}I_2NO_3$・HCl)約50mgに対応する量を精密に量り，移動相80mLを加え，10分間超音波処理した後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料原液とする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸アミオダロンを50℃で4時間減圧(0.3kPa以下)乾燥し，その約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアミオダロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用塩酸アミオダロンの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸クロルヘキシジンの移動相溶液(1→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：242nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

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

流量：アミオダロンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アミオダロンの順に溶出

し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアミオダロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

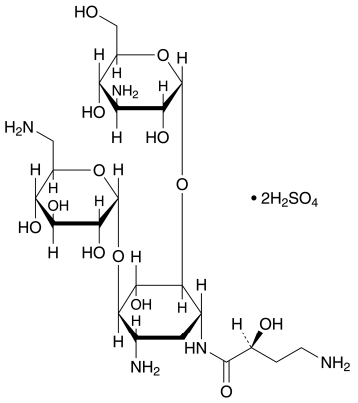
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アミカシン硫酸塩

Amikacin Sulfate

硫酸アミカシン



$C_{22}H_{43}N_5O_{13}$・$2H_2SO_4$：781.76

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-1-*N*-[(2*S*)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine disulfate

[*39831-55-5*]

本品は，カナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり691～791μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アミカシン($C_{22}H_{43}N_5O_{13}$：585.60)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアミカシン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びアミカシン硫酸塩標準品0.1gずつを水4mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／アンモニア水(28)／メタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3）　本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋76～＋84°(1g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～7.5である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.10gを水4mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／アンモニア水(28)／メタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　本品及びアミカシン硫酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に50mLとする．それぞれの液200μLずつを正確に栓付き試験管にとり，ピリジン3mL及び2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸溶液(1→100)2mLずつを正確に加えて密栓し，70℃の水浴中で30分間加温する．冷後，酢酸(100)2mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアミカシン誘導体のピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

アミカシン($C_{22}H_{43}N_5O_{13}$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times H_T / H_S \times 1000$

M_S：アミカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水800mLに溶かし，水酸化カリウム溶液(1→40)でpH6.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液280mLにメタノール720mLを加えて混和する．

流量：アミカシン誘導体の保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品約5mg(力価)及び硫酸カナマイシン約5mg(力価)を水5mLに溶かす．この液200μLを栓付き試験管にとり，ピリジン3mL及び2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸溶液(1→100)2mLを加えて密栓し，70℃の水浴中で30分間加温する．冷後，酢酸(100)2mLを加えた液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アミカシン誘導体，カナマイシン誘導体の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミカシン誘導体のピーク高さの相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

アミカシン硫酸塩注射液

Amikacin Sulfate Injection

硫酸アミカシン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するアミカシン($C_{22}H_{43}N_5O_{13}$：585.60)を含む．

製法　本品は「アミカシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」0.1g(力価)に対応する容量をとり，水を加えて4mLとし，試料溶液とする．別にアミカシン硫酸塩標準品25mg(力価)に対応する量をとり，水1mLに溶かし，標準溶液とする．以下「アミカシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈2.54〉　6.0～7.5

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mg(力価)未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　「アミカシン硫酸塩」約0.1g(力価)に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．別にアミカシン硫酸塩標準品の約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に50mLとする．それぞれの液200μLずつを正確に栓付き試験管にとり，以下「アミカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

アミカシン($C_{22}H_{43}N_5O_{13}$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times H_T / H_S \times 2$

M_S：アミカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．

注射用アミカシン硫酸塩

Amikacin Sulfate for Injection

注射用硫酸アミカシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するアミカシン($C_{22}H_{43}N_5O_{13}$：585.60)を含む．

製法　本品は「アミカシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～黄白色の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」25mg(力価)に対応する量をとり，水1mLに溶かし，試料溶液とする．別にアミカシン硫酸塩標準品25mg(力価)に対応する量をとり，水1mLに溶かし，標準溶液とする．以下「アミカシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」0.1g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは6.0～7.5である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長405nmにおける吸光度は0.15以下である．

乾燥減量〈2.41〉　4.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「アミカシン硫酸塩」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．別にアミカシン硫酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．それぞれの液200μLずつを正確に栓付き試験管にとり，以下「アミカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

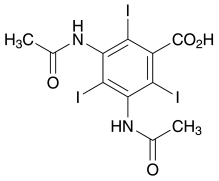
アミカシン($C_{22}H_{43}N_5O_{13}$)の量[mg(力価)]$= M_S \times H_T / H_S$

M_S：アミカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．

アミドトリゾ酸

Amidotrizoic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91

3,5-Bis(acetylamino)-2,4,6-triiodobenzoic acid

[*117-96-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アミドトリゾ酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1）　本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する.

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　芳香族第一アミン　本品0.20gをとり，水5mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ，2分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液5mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→10)0.4mL，水酸化ナトリウム試液15mL及び水を加えて正確に50mLとする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長485nmにおける吸光度は0.15以下である.

（3）　可溶性ハロゲン化物　本品2.5gに水20mL及びアンモニア試液2.5mLを加えて溶かし，更に希硝酸20mL及び水を加えて100mLとし，時々振り混ぜながら15分間放置した後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLをネスラー管にとり，エタノール(95)を加えて50mLとする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は0.01mol/L塩酸0.10mLに希硝酸6mL及び水を加えて25mLとし，エタノール(95)を加えて50mLとする.

（4）　ヨウ素　本品0.20gを水酸化ナトリウム試液2.0mLに溶かし，0.5mol/L硫酸試液2.5mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，クロロホルム5mLを加えてよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.6gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3.3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，亜鉛粉末1gを加え，還流冷却器を付けて30分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸(100)5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液1mL)．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする.

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝20.46mg $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアミドトリゾ酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91)を含む.

製法

（1）

アミドトリゾ酸(無水物として)	471.78g
水酸化ナトリウム	5.03g
メグルミン	125.46g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

（2）

アミドトリゾ酸(無水物として)	597.30g
水酸化ナトリウム	6.29g
メグルミン	159.24g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上(1)又は(2)をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」1gに対応する容量をとり，水25mLを加え，よくかき混ぜながら希塩酸2.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し，水10mLずつで2回洗った後，105℃で1時間乾燥する．このものにつき，「アミドトリゾ酸」の確認試験(2)を準用する.

（2）　本品1mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する.

（３）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉

製法(1)によるもの　α_D^{20}：－2.91～－3.36°(100mm).

製法(2)によるもの　α_D^{20}：－3.69～－4.27°(100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　6.0～7.7

純度試験

（１）　芳香族第一アミン　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.20gに対応する容量をとり，水6mLを加えて混和した後，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ，以下「アミドトリゾ酸」の純度試験(2)を準用する．ただし，吸光度は0.19以下である．

（２）　ヨウ素及びヨウ化物　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.25gに対応する容量をとり，水を加えて20mLとし，希硝酸5mLを加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム5mLを加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素(30)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム0.10gを水に溶かし，100mLとする．この液0.10mLに水20mLを加え，更に希硝酸5mL，クロロホルム5mL及び過酸化水素(30)1mLを加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のアミドトリゾ酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)約0.5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用アミドトリゾ酸(別途「アミドトリゾ酸」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約0.25gを精密に量り，メグルミン溶液(3→1000)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アミドトリゾ酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の秤取量(mg)

内標準溶液　アセトリゾン酸0.06gをメグルミン溶液(3→1000)に溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム1.7g及びリン酸水素二カリウム7.0gを水750mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH7.0に調整した後，水を加えて800mLとする．この液にアセトニトリル210mLを加えて混和する．

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，アミドトリゾ酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

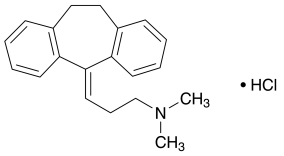
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アミトリプチリン塩酸塩

Amitriptyline Hydrochloride

塩酸アミトリプチリン



$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$：313.86

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

[*549-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N \cdot HCl$)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色～微黄色の結晶性の粉末で，味は苦く，麻ひ性である．

本品は水，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

確認試験

（１）　本品5mgを硫酸3mLに溶かすとき，液は赤色を呈する．この液に二クロム酸カリウム試液5滴を加えるとき，液の色は暗褐色に変わる．

（２）　本品の水溶液(1→500)1mLに希硝酸0.5mLを加えて酸性とし，硝酸銀試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（３）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアミトリプチリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　195～198℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.39mg $C_{20}H_{23}N$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

アミトリプチリン塩酸塩錠

Amitriptyline Hydrochloride Tablets

塩酸アミトリプチリン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～110.0%に対応するアミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl：313.86)を含む.

製法　本品は「アミトリプチリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アミトリプチリン塩酸塩」0.1gに対応する量をとり，クロロホルム10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で約2mLになるまで濃縮し，液が混濁を生じるまでジエチルエーテルを加えて放置する．析出した結晶をガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，このものにつき，「アミトリプチリン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する.

（2）　(1)の結晶に水を加えて溶かした液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長238～240nmに吸収の極大を示し，228～230nmに吸収の極小を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，薄めたメタノール(1→2)50mLを加えて崩壊するまで振り混ぜ，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にアミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)約10μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

アミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/20$

M_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にアミトリプチリン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約55mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長239nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

アミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$

M_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のアミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)75mLを加え，30分間振り混ぜた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にアミトリプチリン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長239nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

アミトリプチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

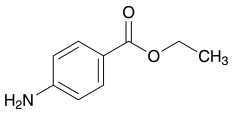
貯法　容器　気密容器.

アミノ安息香酸エチル

Ethyl Aminobenzoate

アネスタミン

ベンゾカイン



$C_9H_{11}NO_2$：165.19

Ethyl 4-aminobenzoate

[*94-09-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アミノ安息香酸エチル($C_9H_{11}NO_2$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はやや苦く，舌を麻ひする.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験

（１）　本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（２）　本品0.1gに水5mLを加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる.

（３）　本品0.05gに酢酸(31)2滴及び硫酸5滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する.

融点〈*2.60*〉　89～91℃

純度試験

（１）　酸　本品1.0gを中和エタノール10mLに溶かし，水10mL，フェノールフタレイン試液2滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（２）　塩化物　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，希硝酸2～3滴及び硝酸銀試液2～3滴を加えるとき，液は直ちに変化しない.

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをエタノール(95)20mLに溶かし，希酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする(10ppm以下).

（４）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，塩酸10mL及び水70mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する.

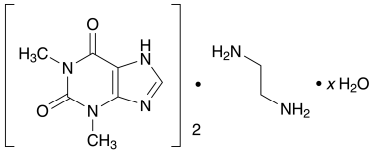
0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝16.52mg $C_9H_{11}NO_2$

貯法　容器　密閉容器.

アミノフィリン水和物

Aminophylline Hydrate

アミノフィリン



$(C_7H_8N_4O_2)_2 \cdot C_2H_8N_2 \cdot xH_2O$

1,3-Dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione hemi(ethylenediamine) hydrate

[*76970-41-7*，一水和物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テオフィリン($C_7H_8N_4O_2$：180.16)84.0～86.0%及びエチレンジアミン($C_2H_8N_2$：60.10)14.0～15.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかにアンモニア様のにおいがあり，味は苦い.

本品は水にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1gに水5mLを加えて振り混ぜるとき，ほとんど溶け，2～3分後，結晶が析出し始める．この結晶は少量のエチレンジアミンを追加するとき溶ける.

本品は光によって徐々に変化し，空気中に放置するとき，次第にエチレンジアミンを失う.

確認試験

（１）　本品0.75gを水30mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20mLに希塩酸1mLを加えるとき，徐々に沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は271～275℃である.

（２）　(1)の結晶0.1gを水50mLに溶かす．この液2mLにタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，更にタンニン酸試液を滴加するとき，沈殿は溶ける.

（３）　(1)の結晶0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき消える.

（４）　(1)の結晶0.01gを水5mLに溶かし，pH8.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3mL及び硫酸銅(Ⅱ)・ピリジン試液1mLを加えて混和した後，クロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は緑色を呈する.

（５）　(1)の試料溶液5mLに硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えるとき，液は紫色を呈し，更に硫酸銅(Ⅱ)試液1mLを加えるとき，液は青色に変わり，放置するとき，緑色の沈殿を生じる.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水25mLに溶かした液のpHは8.0～9.5である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを熱湯10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

下).

水分〈2.48〉　7.9%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法

（1） テオフィリン　本品約0.25gを精密に量り，水50mL及びアンモニア試液8mLを加え，水浴上で穏やかに加温して溶かす．次に0.1mol/L硝酸銀液20mLを正確に加え，水浴上で15分間加温した後，5～10℃で20分間放置し，沈殿を吸引ろ過し，水10mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硝酸を加えて中性とし，更に希硝酸3mLを加え，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝18.02mg $C_7H_8N_4O_2$

（2） エチレンジアミン　本品約0.5gを精密に量り，水30mLに溶かし，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモフェノールブルー試液3滴).

0.1mol/L塩酸1mL＝3.005mg $C_2H_8N_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アミノフィリン注射液

Aminophylline Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，「アミノフィリン水和物」の表示量の75.0～86.0%に対応するテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$：180.16)及び13.0～20.0%に対応するエチレンジアミン($C_2H_8N_2$：60.10)を含む．

本品の濃度はアミノフィリン二水和物($C_{16}H_{24}N_{10}O_4 \cdot 2H_2O$：456.46)の量で表示する．

製法　本品は「アミノフィリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．また，「アミノフィリン水和物」の代わりに「テオフィリン」に対応量の「エチレンジアミン」を用いて製することができる．

本品には安定剤として「アミノフィリン水和物」1gにつき，更に「エチレンジアミン」60mg以下を加えることができる．

性状　本品は無色澄明の液で，味はわずかに苦い．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：8.0～10.0

確認試験　本品の表示量に従い「アミノフィリン水和物」0.75gに対応する容量をとり，水を加えて30mLとする．この液につき，「アミノフィリン水和物」の確認試験を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉　0.6EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法

（1） テオフィリン　本品のテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)約39.4mg(「アミノフィリン水和物」約50mg)に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テオフィリンを105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のテオフィリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

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

M_S：定量用テオフィリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)／メタノール混液(4：1)

流量：テオフィリンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，テオフィリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

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

（2） エチレンジアミン　本品のエチレンジアミン($C_2H_8N_2$)約30mg(「アミノフィリン水和物」約0.2g)に対応する容量を正確に量り，水を加えて30mLとし，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモフェノールブルー試液2～3滴).

0.1mol/L塩酸1mL＝3.005mg $C_2H_8N_2$

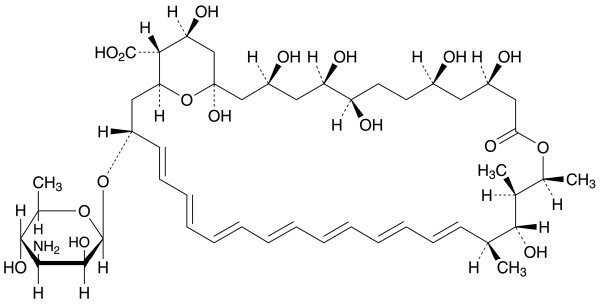
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

アムホテリシンB

Amphotericin B



$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08

(1*R*,3*S*,5*R*,6*R*,9*R*,11*R*,15*S*,16*R*,17*R*,18*S*,19*E*,21*E*,23*E*,25*E*,27*E*,29*E*,31*E*,33*R*,35*S*,36*R*,37S)-33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-1,3,5,6,9,11,17,37-octahydroxy-15,16,18-trimethyl-13-oxo-14,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*1397-89-3*]

本品は，*Streptomyces nodosus*の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり840μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，アムホテリシンB($C_{47}H_{73}NO_{17}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色～だいだい色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgをジメチルスルホキシド10mLに溶かす．この液1mLにリン酸5mLを加えるとき，2層の間は青色を呈し，振り混ぜるとき，液は青色を呈する．また，この液に水15mLを加えて振り混ぜるとき，液は黄色～淡黄褐色を呈する．

（2）　本品25mgをジメチルスルホキシド5mLに溶かし，メタノールを加えて50mLとする．この液1mLをとり，メタノールを加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアムホテリシンB標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　アムホテリシンA　本品及びアムホテリシンB標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれジメチルスルホキシド10mLを正確に加えて溶かし，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液4mLずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液(1)とする．別にナイスタチン標準品約20mgを精密に量り，ジメチルスルホキシド40mLを正確に加えて溶かし，メタノールを加えて正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，試料溶液と同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．波長282nm及び304nmにおけるそれぞれの吸光度を測定し，次式によりアムホテリシンAの量を求めるとき5%以下である．ただし，注射剤以外の製剤に供する場合のアムホテリシンAの量は15%以下である．

アムホテリシンAの量(%)

$$= \frac{M_S \times \{(A_{Sa1} \times A_{T2}) - (A_{Sa2} \times A_{T1})\} \times 25}{M_T \times \{(A_{Sa1} \times A_{Sb2}) - (A_{Sa2} \times A_{Sb1})\}}$$

M_S：ナイスタチン標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

A_{Sa1}：標準溶液(1)の282nmにおける吸光度

A_{Sb1}：標準溶液(2)の282nmにおける吸光度

A_{Sa2}：標準溶液(1)の304nmにおける吸光度

A_{Sb2}：標準溶液(2)の304nmにおける吸光度

A_{T1}：試料溶液の282nmにおける吸光度

A_{T2}：試料溶液の304nmにおける吸光度

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の2)を用いる．

（iii）　円筒カンテン平板の調製　5.基層カンテン平板の調製を準用する．ただし，底の平らなペトリ皿を用い，基層用カンテン培地は分注せず，種層用カンテン培地の量は8.0mLとする．

（iv）　標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．アムホテリシンB標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製する．この液1mLずつを正確に量り，pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v）　試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に20mLとし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製する．この液1mLずつを正確に量り，pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

アムホテリシンB錠

Amphotericin B Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～120.0%に対応するアムホテリシンB($C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08)を含む．

製法 本品は「アムホテリシンB」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「アムホテリシンB」25mg(力価)に対応する量をとり，ジメチルスルホキシド5mL及びメタノール45mLを加えて振り混ぜた後，この液1mLをとり，メタノールを加えて50mLとし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長361～365nm，380～384nm及び403～407nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を*T*とする．

乾燥減量〈2.41〉 5.0%以下(0.3g，減圧，60℃，3時間)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ) 試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシンB」の定量法を準用する．

(ii) 試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，質量を精密に量り，粉末とする．「アムホテリシンB」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシド約70mLを加えて振り混ぜた後，ジメチルスルホキシドを加えて正確に100mLとする．この液の一部を遠心分離し，上澄液を試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製する．この液1mLずつを正確に量り，pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 密閉容器．

アムホテリシンBシロップ

Amphotericin B Syrup

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するアムホテリシンB($C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08)を含む．

製法 本品は「アムホテリシンB」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」25mg(力価)に対応する容量をとり，ジメチルスルホキシド5mL及びメタノール45mLを加えて振り混ぜた後，この液1mLをとり，メタノールを加えて50mLとし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長361～365nm，380～384nm及び403～407nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉 5.0～7.0

微生物限度〈4.05〉 本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は5×10^1CFUである．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ) 試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシンB」の定量法を準用する．

(ii) 試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う．「アムホテリシンB」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシド約70mLを加えて振り混ぜた後，ジメチルスルホキシドを加えて正確に100mLとし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製する．この液1mLずつを正確に量り，pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

注射用アムホテリシンB

Amphotericin B for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～120.0%に対応するアムホテリシンB($C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08)を含む．

製法 本品は「アムホテリシンB」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は黄色～だいだい色の粉末又は塊である．

確認試験 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」25mg(力価)に対応する量をとり，ジメチルスルホキシド5mL及びメタノール45mLを加えて振り混ぜた後，この液1mLをとり，メタノールを加えて50mLとし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長361～365nm，380～384nm及び403～407nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」50mg(力価)に対応する量を水10mLに溶かす．この液1mLに水を加えて50mLとした液のpHは7.2～8.0である．

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」50mg(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は黄色～だいだい色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 8.0%以下(0.3g，減圧，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈4.01〉 3.0EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を*T*とする．

不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ) 試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシンB」の定量法を準用する．

(ii) 試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う．「アムホテリシンB」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に50mLとし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製する．この液1mLずつを正確に量り，pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，高濃度

試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

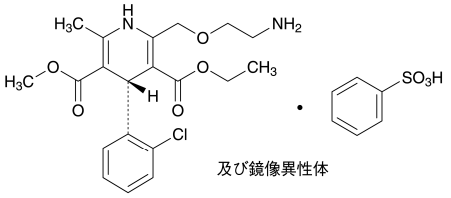
保存条件　遮光して冷所に保存する．

容器　密封容器．

アムロジピンベシル酸塩

Amlodipine Besilate

ベシル酸アムロジピン



$C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$：567.05

3-Ethyl 5-methyl (4*RS*)-2-[(2-aminoethoxy)methyl]-4-(2-chlorophenyl)-6-methyl-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monobenzenesulfonate

[*111470-99-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水に溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

融点：約198℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアムロジピンベシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアムロジピンベシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品30mgに硝酸ナトリウム0.1g及び無水炭酸ナトリウム0.1gを加えてよく混ぜ合せ，徐々に強熱する．冷後，残留物を希塩酸2mL及び水10mLに溶かし，必要ならばろ過し，ろ液に塩化バリウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(25ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.10gを水／アセトニトリル混液(1：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．更にこの液3mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアムロジピンに対する相対保持時間約0.90のピーク面積は，標準溶液のアムロジピンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のアムロジピン及びアムロジピンに対する相対保持時間約0.15のベンゼンスルホン酸及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のアムロジピンのピーク面積の1／3より大きくない．また，試料溶液のアムロジピン及びベンゼンスルホン酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のアムロジピンのピーク面積の2.7倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：水／トリフルオロ酢酸混液(5000：1)

移動相B：アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液(5000：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	80 → 20	20 → 80
30 ～ 45	20	80

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアムロジピンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアムロジピンのピーク面積が，標準溶液のアムロジピンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アムロジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ70000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アムロジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びアムロジピンベシル酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約35mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に250mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLに

つき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5$・$C_6H_6O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液(3→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

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

流量：アムロジピンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アムロジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

アムロジピンベシル酸塩錠

Amlodipine Besilate Tablets

ベシル酸アムロジピン錠

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

製法　本品は「アムロジピンベシル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

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

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

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

アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5$・$C_6H_6O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液(3→20000)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個をとり，水100mLを加えて崩壊させ，時々振り混ぜながら，超音波処理により分散させた後，移動相を加えて正確に1000mLとし，60分間かき混ぜる．この液を遠心分離し，アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5$・$C_6H_6O_3S$)約0.7mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．別にアムロジピンベシル酸塩標準品(別途「アムロジピンベシル酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約35mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5$・$C_6H_6O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 50$

M_S：脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液(3→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

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

流量：アムロジピンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アムロジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

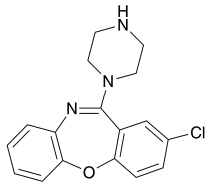
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積

に対するアムロジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

アモキサピン

Amoxapine



$C_{17}H_{16}ClN_3O$：313.78

2-Chloro-11-(piperazin-1-yl)dibenzo[*b*,*f*][1,4]oxazepine

[*14028-44-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

融点〈*2.60*〉　178～182℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(15ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.5gをエタノール(95)／酢酸(100)混液(9：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)／酢酸(100)混液(9：1)を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)／酢酸(100)混液(9：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(95)／酢酸(100)混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.4%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

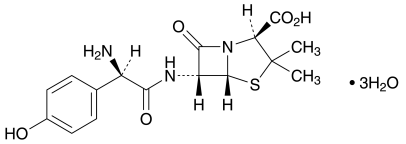
0.1mol/L過塩素酸1mL＝15.69mg $C_{17}H_{16}ClN_3O$

貯法　容器　気密容器.

アモキシシリン水和物

Amoxicillin Hydrate

アモキシシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$：419.45

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate

[*61336-70-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアモキシシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋290～＋315°(脱水物に換算したもの0.1g，水，100mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硫酸マグネシウム七水和物溶液(1→4)2mLを加えて混和した後，水浴上で加熱して蒸発乾固する．残留物を弱く加熱して炭化し，冷後，硫酸1mLを加えて注意して加熱した後，500～600℃で強熱し灰化する．冷後，残留物に塩酸1mLを加え，水浴上で加温して蒸発乾固する．残留物に水10mLを加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，アンモニア試液でpHを3～4に調整した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLをとり，硫酸マグネシウム七水和物溶液(1→4)2mLを加えて混和した後，検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品0.10gをホウ酸溶液(1→200)50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，ホウ酸溶液(1→200)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアモキシシリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物1.36gを水750mLに溶かし，酢酸(31)を加えてpH4.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液950mLにメタノール50mLを加える.

流量：アモキシシリンの保持時間が約8分になるように調整する.

面積測定範囲：アモキシシリンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，ホウ酸溶液(1→200)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアモキシシリンのピーク面積が，標準溶液のアモキシシリンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

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

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

水分〈2.48〉 11.0～15.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品及びアモキシシリン標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをホウ酸溶液(1→200)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

アモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物1.361gを水750mLに溶かし，酢酸(31)を用いてpH4.5に調整した後，更に水を加えて1000mLとする．この液950mLにメタノール50mLを加える.

流量：アモキシシリンの保持時間が約8分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アモキシシリンのピークの理論段数は2500段以上である.

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

貯法 容器 気密容器.

アモキシシリンカプセル

Amoxicillin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の92.0～105.0%に対応するアモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)を含む.

製法 本品は「アモキシシリン水和物」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「アモキシシリン水和物」8mg(力価)に対応する量をとり，0.01mol/L塩酸試液2mLを加えて30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアモキシシリン標準品8mg(力価)に対応する量を0.01mol/L塩酸試液2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にテトラヒドロフラン／水／ギ酸混液(50：5：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール(95)溶液(1→20)を均等に噴霧し，110℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい.

純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「アモキシシリン水和物」0.1g(力価)に対応する量をとり，ホウ酸溶液(1→200)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，ホウ酸溶液(1→200)を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ホウ酸溶液(1→200)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアモキシシリン以外のピークの面積は，標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

「アモキシシリン水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する.

システム適合性

検出の確認及びシステムの再現性は「アモキシシリン水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

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

水分〈*2.48*〉　15.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「アモキシシリン水和物」約56μg(力価)を含む液になるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にアモキシシリン標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のアモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

「アモキシシリン水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，アモキシシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2500段以上，2.0以下である．

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

定量法　本品10個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，内容物を取り出した空のカプセルの質量を精密に量る．「アモキシシリン水和物」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，水70mLを加えて15分間振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアモキシシリン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

システム適合性

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

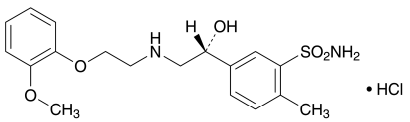
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アモスラロール塩酸塩

Amosulalol Hydrochloride

塩酸アモスラロール



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$：416.92

5-((1*RS*)-1-Hydroxy-2-{[2-(2-methoxyphenoxy)ethyl]amino}ethyl)-2-methylbenzenesulfonamide monohydrochloride

[*70958-86-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

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

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

（３） 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

融点〈2.60〉 158～162℃

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 本品1.0gを磁製るつぼにとり，硫酸1.5mLを加え，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，以下第2法により操作し，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（２） 類縁物質 本品0.10gを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアモスラロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のアモスラロールのピーク面積の2／5より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし，1000mLとした液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.58gを水に溶かし，1000mLとした液を加えてpH5.7に調整する．この液670mLにアセトニトリル330mLを加える.

流量：アモスラロールの保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアモスラロールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアモスラロールのピーク面積が，標準溶液のアモスラロールのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アモスラロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.7以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アモスラロールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

水分〈2.48〉 4.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.6gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)／無水酢酸混液(3：2)80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で5分以内に滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.69mg $C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl

貯法 容器 気密容器.

アモスラロール塩酸塩錠

Amosulalol Hydrochloride Tablets

塩酸アモスラロール錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl：416.92)を含む.

製法 本品は「アモスラロール塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「アモスラロール塩酸塩」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液25mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2.5mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長270～274nmに吸収の極大を示し，波長275～281nmに吸収の肩を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液2mLを加えて崩壊させ，メタノール15mLを加えてよく振り混ぜる．1mL中にアモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)約0.4mgを含む液となるようにメタノールを加え，正確にV mLとした後，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸アモスラロール(別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する.

アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→6250)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)約5.5μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸アモスラロール(別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロ

マトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，アモスラロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取量(mg)

C：1錠中のアモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし，1000mLとした液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.58gを水に溶かし，1000mLとした液を加えてpH5.7に調整する．この液670mLにアセトニトリル330mLを加える．

流量：アモスラロールの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，アモスラロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.7以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アモスラロールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品10個をとり，0.1mol/L塩酸試液20mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール120mLを加えて更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に200mLとし，遠心分離する．アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)約5mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸アモスラロール(別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアモスラロールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アモスラロール塩酸塩($C_{18}H_{24}N_2O_5S$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→6250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→25)／アセトニトリル／酢酸アンモニウム溶液(1→250)混液(5：3：2)

流量：アモスラロールの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

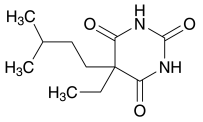
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アモスラロール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアモスラロールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アモバルビタール

Amobarbital



$C_{11}H_{18}N_2O_3$：226.27

5-Ethyl-5-(3-methylbutyl)pyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

[*57-43-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アモバルビタール($C_{11}H_{18}N_2O_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液のpHは5.0～5.6である．

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2）　本品0.05gにpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2～3滴及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて溶かし，クロロホルム5mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液0.3mLを加えるとき，水層に赤紫色の沈殿を生じ，振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色を呈する．

（3）　本品0.4gに無水炭酸ナトリウム0.1g及び水4mLを加えて振り混ぜ，4－ニトロ塩化ベンジル0.3gをエタノール

(95)7mLに溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱した後，1時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液7mL及び水少量で洗い，エタノール(95)から再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は168～173℃又は150～154℃である．

融点〈2.60〉　157～160℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品0.30gをアセトン20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.40gをアセトン20mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLにアセトン20mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（4）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（5）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

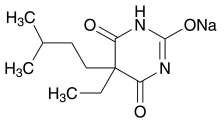
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)5mL及びクロロホルム50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
　＝22.63mg $C_{11}H_{18}N_2O_3$

貯法　容器　密閉容器.

注射用アモバルビタールナトリウム

Amobarbital Sodium for Injection



$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$：248.25

Monosodium 5-ethyl-5-(3-methylbutyl)-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate

[*64-43-7*]

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アモバルビタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_3$)98.5%以上を含み，表示量の92.5～107.5%に対応するアモバルビタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_3$)を含む．

製法　本品は注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは10.0～11.0である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品1.5gを水20mLに溶かし，かき混ぜながら希塩酸10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水10mLで4回洗い，105℃で3時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は157～160℃である．更にこの沈殿につき，「アモバルビタール」の確認試験を準用する．

（2）　本品0.5gを強熱し，冷後，残留物を水10mLに溶かした液は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gを水49mLに溶かし，酢酸(100)1mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液30mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mL，酢酸(100)0.5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.018%以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gを水49mLに溶かし，酢酸(100)1mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLに希塩酸2.5mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mL，酢酸(100)0.5mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.019%以下).

（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gを水45mLに溶かし，希塩酸5mLを加えて激しく振り混ぜた後，更に時々振り混ぜながら水浴上で2分間加温する．冷後，水30mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液40mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸2.5mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸2.5mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，希酢酸2.5mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（5）　中性又は塩基性物質　本品約1gを精密に量り，水10mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かし，クロロホルム40mLを加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水5mLずつで2回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.30%以下である．

（6）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間).

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．これを乾燥し，その約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，

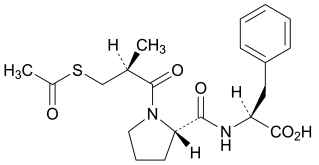
水20mLに溶かし，エタノール(95)5mL，希塩酸10mLを加え，クロロホルム50mLで抽出する．更にクロロホルム25mLずつで3回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水5mLずつで2回洗い，洗液はクロロホルム10mLずつで2回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，ろ過する．ろ紙をクロロホルム5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール(95)10mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム160mLにエタノール(95)30mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
　＝24.83mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$

貯法　容器　密封容器.

アラセプリル

Alacepril



$C_{20}H_{26}N_2O_5S$：406.50
(2*S*)-2-{(2*S*)-1-[(2*S*)-3-(Acetylsulfanyl)-2-methylpropanoyl]pyrrolidine-2-carbonyl}amino-3-phenylpropanoic acid
[*74258-86-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水に溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1）　本品20mgに水酸化ナトリウム0.1gを加え，徐々に加熱して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，水2mLを加えて振り混ぜた後，酢酸鉛(Ⅱ)試液1mLを加えるとき，褐色～黒色の沈殿を生じる.

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－81～－85°(乾燥後，0.25g，エタノール(95)，25mL，100mm).

融点〈2.60〉　153～157℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gをメタノール30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにメタノール30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下).

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.5gをメタノール30mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLにメタノール30mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　類縁物質　本品50mgをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアラセプリル以外のピークの面積は，標準溶液のアラセプリルのピーク面積の2／5倍より大きくない．また，試料溶液のアラセプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のアラセプリルのピーク面積より大きくない．ただし，アラセプリルに対する相対保持時間が約2.3及び約2.6のピークの面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.5及び1.9を乗じた値とする.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)／アセトニトリル／メタノール／テトラヒドロフラン混液(6：2：1：1)

流量：アラセプリルの保持時間が約5分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアラセプリルの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアラセプリルのピーク面積が，標準溶液のアラセプリルのピーク面積の30～50%になることを確認する.

システムの性能：本品20mgをパラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→80000)50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アラセプリル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は7以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アラセプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，メタノール／水混液(2：1)75mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を

行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.65mg $C_{20}H_{26}N_2O_5S$

貯法 容器 気密容器．

アラセプリル錠

Alacepril Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$：406.50)を含む．

製法 本品は「アラセプリル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「アラセプリル」0.1gに対応する量をとり，エタノール(95)10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアラセプリル10mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／ヘキサン混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及びR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2mLを加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)10mg当たり内標準溶液2mLを正確に加え，次いでメタノールを加え，時々振り混ぜながら15分間超音波照射を行う．更に15分間振り混ぜた後，1mL中にアラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)約0.5mgを含む液となるようにメタノールを加え，正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にメタノールを加えて溶かし，50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：定量用アラセプリルの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液(3→20000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の12.5mg錠及び25mg錠の30分間の溶出率は75%以上であり，50mg錠の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)約14μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを105℃で3時間乾燥し，その約14mgを精密に量り，メタノール2mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長230nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに300nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：定量用アラセプリルの秤取量(mg)
C：1錠中のアラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)約50mgに対応する量を精密に量り，水2mLを加えて潤し，次に内標準溶液3mLを正確に加え，更にメタノール40mLを加え，15分間超音波照射し，冷後，メタノールを加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更にメタノールを加えて溶かし，50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アラセプリル($C_{20}H_{26}N_2O_5S$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用アラセプリルの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)／アセトニトリル／メタノール／テトラヒドロフラン混液(13：5：1：1)

流量：アラセプリルの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アラセプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

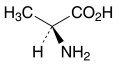
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積

に対するアラセプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

L－アラニン

L-Alanine



$C_3H_7NO_2$：89.09

(2*S*)-2-Aminopropanoic acid

[*56-41-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－アラニン($C_3H_7NO_2$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味はわずかに甘い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は6mol/L塩酸試液に溶ける．

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

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

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.7～6.7である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

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

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

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

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

（7）　類縁物質　本品約0.5gを精密に量り，塩酸0.5mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にL－アスパラギン酸，L－トレオニン，L－セリン，L－グルタミン酸，グリシン，L－アラニン，L－シスチン，L－バリン，L－メチオニン，L－イソロイシン，L－ロイシン，L－チロジン，L－フェニルアラニン，L－リジン塩酸塩，塩化アンモニウム，L－ヒスチジン及びL－アルギニンをそれぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとし，標準原液とする．この液5mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液1mLに含まれるアラニン以外のアミノ酸の質量を求め，その質量百分率を算出するとき，アラニン以外の各アミノ酸の量は0.1%以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：570nm)

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

カラム温度：57℃付近の一定温度

反応槽温度：130℃付近の一定温度

反応時間：約1分

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

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	－
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	－
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	－
水酸化ナトリウム	－	－	－	－	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	－	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	－	－
ベンジルアルコール	－	－	－	5mL	－
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

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

反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし，酢酸(100)123mL，1－メトキシ－2－プロパノール401mL及び水を加えて1000mLとし，10分間窒素を通じ，(Ⅰ)液とする．別に1－メトキシ－2－プロパノール979mLにニンヒドリン39gを加え，5分間窒素を通じた後，水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え，30分間窒素を通じ，(Ⅱ)液とする．(Ⅰ)液と(Ⅱ)液を1容量と1容量の混液とする(用時製する)．

移動相流量：毎分0.20mL

反応試薬流量：毎分0.24mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で

操作するとき，グリシンとアラニンの分離度は1.2以上である．

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

乾燥減量〈2.41〉 0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約90mgを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

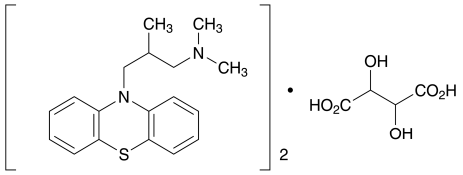
0.1mol/L過塩素酸1mL＝8.909mg $C_3H_7NO_2$

貯法 容器 気密容器.

アリメマジン酒石酸塩

Alimemazine Tartrate

酒石酸アリメマジン



$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$：746.98

N,N,2-Trimethyl-3-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propylamine hemitartrate

[*41375-66-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アリメマジン酒石酸塩[$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$]98.0%以上を含む．

性状 本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)2mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤褐色を呈し，直ちに黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品1gを水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液3mLを加え，ジエチルエーテル10mLずつで2回抽出する[水層は(4)の試験に用いる]．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発し，残留物をデシケーター(酸化リン(V))で16時間減圧乾燥するとき，その融点〈2.60〉は66～70℃である．

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

（4） (2)の水層を希酢酸で中和した液は酒石酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(2)を呈する．

融点〈2.60〉 159～163℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(2ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の赤色が褐色を経て緑褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝37.35mg $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

亜硫酸水素ナトリウム

Sodium Bisulfite

重亜硫酸ナトリウム

$NaHSO_3$：104.06

本品は亜硫酸水素ナトリウム及びピロ亜硫酸ナトリウムの混合物である．

本品は定量するとき，二酸化イオウ(SO_2：64.06)64.0～67.4%を含む．

性状 本品は白色の粒又は粉末で，二酸化イオウのにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は酸性である．

本品は空気又は光によって徐々に変化する．

確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び亜硫酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） チオ硫酸塩 本品1.0gを水15mLに溶かし，希塩酸5mLを徐々に加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品1.0gを水10mLに溶かし，塩酸5mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて溶かし50mLとする．これを検液とし，試験を

行う．比較液は塩酸5mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（4） 鉄〈1.10〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（5） ヒ素〈1.11〉　本品0.5gを水10mLに溶かし，硫酸1mLを加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下).

定量法　本品約0.15gを精密に量り，直ちに正確に0.05mol/Lヨウ素液50mLを入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に5分間放置する．次に塩酸1mLを加え，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝3.203mg SO_2

貯法

保存条件　遮光して，なるべく全満し，30℃以下で保存する．

容器　気密容器.

乾燥亜硫酸ナトリウム

Dried Sodium Sulfite

無水亜硫酸ナトリウム

Na_2SO_3：126.04

本品は定量するとき，亜硫酸ナトリウム(Na_2SO_3)97.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはない.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは約10である.

本品は湿った空気中で徐々に変化する.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び亜硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1） チオ硫酸塩　本品1.0gを水15mLに溶かし，塩酸5mLを徐々に加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，液は混濁しない.

（2） 重金属〈1.07〉　本品1.0gを水5mLに溶かし，塩酸2mLを徐々に加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に熱湯3mL及び塩酸1mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸3mLを蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉　本品0.5gを水5mLに溶かし，硫酸1mLを加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下).

定量法　本品約0.2gを精密に量り，直ちに正確に0.05mol/Lヨウ素液50mLを入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に5分間放置する．次に塩酸1mLを加え，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

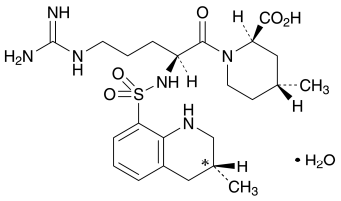
0.05mol/Lヨウ素液1mL＝6.302mg Na_2SO_3

貯法　容器　気密容器.

アルガトロバン水和物

Argatroban Hydrate

アルガトロバン



及びC*位エピマー

$C_{23}H_{36}N_6O_5S \cdot H_2O$：526.65

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

[*141396-28-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アルガトロバン($C_{23}H_{36}N_6O_5S$：508.63)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は苦い.

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

本品は光によって徐々に分解する.

確認試験

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

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

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

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第4法により灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かす．これを検液とし，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(1ppm以

下).

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相A：酢酸(100)2.5mLに水を加えて1000mLとし，アンモニア試液を加えてpH5.0に調整する．この液500mLにメタノール500mLを加える．

移動相B：酢酸(100)2.5mLに水を加えて1000mLとし，アンモニア試液を加えてpH5.0に調整する．この液200mLにメタノール800mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～　5	100	0
5 ～ 35	100 → 5	0 → 95

流量：毎分約1.0mL

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

システム適合性

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

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

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

（4）　類縁物質2　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸エチル／水混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　2.5～4.5%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

異性体比　本品50mgをメタノール50mLに溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間40分付近に近接して現れる2つのピークのうち，保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.30～0.40である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水500mLにメタノール500mL，薄めた40%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液(1→4)13mL及びリン酸0.68mLを加えた後，アンモニア試液及び薄めたアンモニア水(28)(1→20)を加えてpH6.8に調整する．

流量：アルガトロバンの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約40分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，2つのピークの分離度は1.2以上である．

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

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

0.1mol/L過塩素酸1mL＝50.86mg $C_{23}H_{36}N_6O_5S$

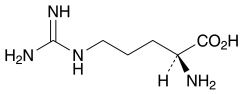
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

Lーアルギニン

L-Arginine



$C_6H_{14}N_4O_2$：174.20

(2*S*)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid

[*74-79-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーアルギニン($C_6H_{14}N_4O_2$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある.

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

本品は吸湿性である.

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋26.9～＋27.9°(乾燥後，2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは10.5～12.0である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

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

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

（４）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下). ただし，本試験は減圧蒸留法により行う.

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，水30mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，希塩酸で中和し，更に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

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

（７）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に2ープロパノール／アンモニア水(28)混液(7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約80mgを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝8.710mg $C_6H_{14}N_4O_2$

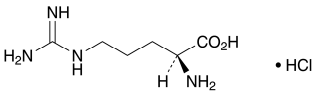
貯法　容器　気密容器.

Lーアルギニン塩酸塩

L-Arginine Hydrochloride

塩酸アルギニン

塩酸Lーアルギニン



$C_6H_{14}N_4O_2$・HCl：210.66

(2*S*)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid monohydrochloride

[*1119-34-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーアルギニン塩酸塩($C_6H_{14}N_4O_2$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある.

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい.

確認試験

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

（２）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋21.5～＋23.5°(乾燥後，2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.7～6.2である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（３）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下). ただし，本試験は減圧蒸留法により行う.

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

下).

（５）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（６）　類縁物質　本品0.20gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／水／アンモニア水(28)／1ーブタノール混液(2：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.20%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，酢酸(100)45mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.53mg $C_6H_{14}N_4O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器.

Lーアルギニン塩酸塩注射液

L-Arginine Hydrochloride Injection
塩酸アルギニン注射液
塩酸Lーアルギニン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，Lーアルギニン塩酸塩($C_6H_{14}N_4O_2$・HCl：210.66)9.5～10.5w/v%を含む.

製法

Lーアルギニン塩酸塩	100g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→100)5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，3分間加熱するとき，液は青紫色を呈する.

（２）　本品の水溶液(1→10)5mLに水酸化ナトリウム試液2mL及び1ーナフトールのエタノール(95)溶液(1→1000)1～2滴を加え，5分間放置した後，次亜塩素酸ナトリウム試液1～2滴を加えるとき，液は赤だいだい色を呈する.

ｐＨ〈2.54〉　5.0～6.0

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mL未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

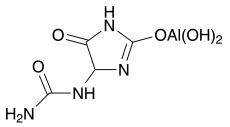
定量法　本品20mLを正確に量り，7.5mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する.

Lーアルギニン塩酸塩($C_6H_{14}N_4O_2$・HCl)の量(mg)
＝α_D×4444

貯法　容器　密封容器.

アルジオキサ

Aldioxa
ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート



$C_4H_7AlN_4O_5$：218.10
Dihydroxo(5-oxo-4-ureido-4,5-dihydro-1*H*-imidazol-2-yl)oxoaluminium
[*5579-81-7*]

本品はアラントインと水酸化アルミニウムとの縮合物である.

本品を乾燥したものは定量するとき，アラントイン($C_4H_6N_4O_3$：158.12)65.3～74.3%及びアルミニウム(Al：26.98)11.1～13.0%を含む.

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける.

融点：約230℃(分解).

確認試験

（１）　本品0.2gに希塩酸10mLを加えて5分間煮沸し，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液(1→100)10mLを加え，冷後，ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加えてよく混和し，更に塩酸1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈する.

（２）　本品0.2gに希塩酸10mLを加え，加温して溶かし，冷却した液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　本品0.10gに希硝酸6mLを加え，振り混ぜながら5分間煮沸して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.142%以下).

（２）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.20gに希塩酸6mLを加え，振り混ぜながら5分間煮沸して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下).

（３）　硝酸塩　本品0.10gに水5mL及び硫酸5mLを注意して加え，振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液2mLを層積するとき，その接界面に褐色の輪帯を生じない．

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに塩酸3mL及び水3mLを加え，振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水30mLを加え，加温して振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸3mLを蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（５）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1g，105℃，2時間).

定量法

（１）　アラントイン　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，希硫酸50mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005mol/L硫酸1mL＝0.3953mg $C_4H_6N_4O_3$

（２）　アルミニウム　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，希塩酸50mLを加え，注意しながら加熱して溶かし，冷後，希塩酸を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて1mL中にアルミニウム(Al：26.98)16.0～64.0μgを含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　亜酸化窒素

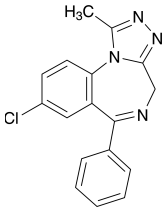
ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.2nm

貯法　容器　密閉容器.

アルプラゾラム

Alprazolam



$C_{17}H_{13}ClN_4$：308.76

8-Chloro-1-methyl-6-phenyl-4*H*-[1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]benzodiazepine

[*28981-97-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプラゾラム($C_{17}H_{13}ClN_4$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希硝酸に溶ける.

確認試験

（１）　本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　本品0.05gを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム0.7mLに溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.6ppm付近に単一線のシグナルAを，δ4.0ppm及びδ5.4ppm付近に二重線のシグナルB及びCを，δ7.1～7.9ppmに幅広いシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：1：1：8である.

（３）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

融点〈*2.60*〉　228～232℃

純度試験

（１）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸10mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下).

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　類縁物質　本品50mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／ヘキサン／エタノール(95)混液(4：2：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，無水酢酸100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

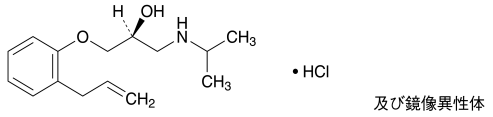
0.1mol/L過塩素酸1mL＝15.44mg $C_{17}H_{13}ClN_4$

貯法　容器　密閉容器.

アルプレノロール塩酸塩

Alprenolol Hydrochloride

塩酸アルプレノロール



$C_{15}H_{23}NO_2$・HCl：285.81

(2*RS*)-1-(2-Allylphenoxy)-3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol monohydrochloride

[*13707-88-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプレノロール塩酸塩($C_{15}H_{23}NO_2$・HCl)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)2mLに硫酸銅(Ⅱ)試液0.05mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，液は青紫色を呈する．この液にジエチルエーテル1mLを加え，よく振り混ぜて放置するとき，ジエチルエーテル層は赤紫色を呈する.

（2）　本品0.05gを水5mLに溶かし，臭素試液1～2滴を加え，振り混ぜるとき，試液の色は消える.

（3）　本品のエタノール(95)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（5）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である.

融点〈*2.60*〉　108～112℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液2.5mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／アセトン／酢酸(100)／水混液(60：42：5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．冷後，ヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

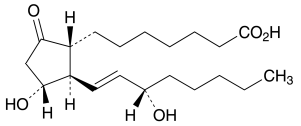
0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.58mg $C_{15}H_{23}NO_2$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

アルプロスタジル

Alprostadil

プロスタグランジンE_1



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

7-{(1*R*,2*R*,3*R*)-3-Hydroxy-2-[(1*E*,3*S*)-3-hydroxyoct-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl}heptanoic acid

[*745-65-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はエタノール(99.5)又はテトラヒドロフランに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長210nmから波長350nmの間に吸収を認めない．また，この液10mLに水酸化カリウム・エタノール試液1mLを加えて15分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアルプロスタジル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアルプロスタジル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数

のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－53～－61°(乾燥後，25mg，テトラヒドロフラン，5mL，100mm)．

融点〈2.60〉　114～118℃

純度試験　類縁物質　本品4mgを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(9：1)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(9：1)を加えて正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(9：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間約0.70及び約1.26のピーク面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間約0.88及び約1.18のピーク面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のアルプロスタジル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のアルプロスタジル以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルプロスタジルの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(9：1)を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たアルプロスタジルのピーク面積が標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アルプロスタジルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

定量法　本品及びアルプロスタジル標準品を乾燥し，その約5mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，それぞれに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(9：1)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：アルプロスタジル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(9：1)溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：196nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム9.07gを水に溶かして1000mLとした液に，無水リン酸一水素ナトリウム9.46gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH6.3に調整する．この液を水で10倍に薄める．この液360mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル110mL及び液体クロマトグラフィー用メタノール30mLを加える．

流量：アルプロスタジルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

アルプロスタジル注射液

Alprostadil Injection

本品は乳濁性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の80.0～125.0%に対応するアルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$：354.48)を含む．

製法　本品は「アルプロスタジル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の乳濁液で，わずかに粘性があり，特異なにおいがある．

確認試験　本品の表示量に従い「アルプロスタジル」10μgに対応する容量をとり，アセトニトリル2mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液3.5mLに薄めたリン酸(1→1000)7mLを加え，この液をあらかじめメタノール10mL及び水10mLで順次洗ったカラム(70μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.4gを内径10mm，長さ9mmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れる．このカラムを水10mL及び石油エーテル20mLで順次洗った後，メタノール／水混液(4：1)2.5mLで流出させる．流出液は減圧で溶媒を留去し，残留物を酢酸エチル100μLに溶かし，試料溶液とする．別にアルプロスタジル標準品1mgを酢酸エチル10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液の全量及び標準溶液100μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エ

チル／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(100：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにリンモリブデン酸n水和物のエタノール(99.5)溶液(1→10)を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは暗青色を呈する．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品4.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下)．

（２）　プロスタグランジンA_1定量法で得た試料溶液を試料溶液とする．別にプロスタグランジンA_1をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジンA_1のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求め，次式によりアルプロスタジルに換算したプロスタグランジンA_1の量を求めるとき，本品のアルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$)5μgに対応する容量当たり3.0μg以下である．

アルプロスタジルに換算したプロスタグランジンA_1($C_{20}H_{32}O_4$)の量(μg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2 \times 1.054$

M_S：プロスタグランジンA_1の秤取量(mg)

内標準溶液　1－ナフトール50mgをエタノール(99.5)20mLに溶かす．この液3mLに移動相を加えて100mLとする．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に5mLとする．この液40μLから得たプロスタグランジンA_1のピーク面積が，標準溶液のプロスタグランジンA_1のピーク面積の14～26%になることを確認する．

（３）　過酸化物　本品4mLを正確に量り，共栓フラスコに入れ，あらかじめ30分間窒素置換を行った酢酸(100)／イソオクタン混液(3：2)15mLを加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に，飽和ヨウ化カリウム試液0.5mLを加え，容器内を窒素置換し，正確に5分間振り混ぜる．次にデンプン試液0.5mLを加え，激しく振り混ぜた後，水15mLを加え，激しく振り混ぜる．この液を，窒素気流下で，液の色が消えるまで0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．別に水4mLを用い，同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により過酸化物の量を求めるとき，0.5meq/L以下である．

過酸化物の量(meq/L)＝$V \times 2.5$

V：0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

（４）　遊離脂肪酸　本品3mLを正確に量り，2－プロパノール／ヘプタン／0.5mol/L硫酸試液混液(40：10：1)15mLを正確に加えて1分間振り混ぜる．10分間放置した後，ヘプタン9mL及び水9mLをそれぞれ正確に加え，試験管を10回倒立して振り混ぜた後，15分間放置し，上層液9mLを正確にとる．この液に，ヘプタンで5回洗ったナイルブルー溶液(1→5000)1容量に9容量のエタノール(99.5)を加えた液3mLを加え，試料溶液とする．この液を，窒素気流下で0.02mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．別にオレイン酸5.65gをヘプタンに溶かし正確に200mLとし，標準溶液とする．標準溶液25mLを正確に量り，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，補正係数fを求める．標準溶液30mLを正確に量り，ヘプタンを加えて200mLとする．この液3mLを正確に量り，2－プロパノール／ヘプタン／0.5mol/L硫酸試液混液(40：10：1)15mLを正確に加えて1分間振り混ぜる．10分間放置した後，ヘプタン6mL及び水12mLをそれぞれ正確に加え，試験管を10回倒立して振り混ぜた後，以下試料溶液と同様の方法で滴定〈2.50〉する．試料溶液及び標準溶液の0.02mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)をそれぞれV_T及びV_Sとするとき，遊離脂肪酸の量は，12.0meq/L以下である．

遊離脂肪酸の量(meq/L)＝$V_T / V_S \times f \times 15$

エンドトキシン〈4.01〉　10EU/mL未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，たやすく検出される異物を認めない．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．ただし，本品にポリソルベート80 0.1gに水を加えて100mLとした液を等量加えた液を試料溶液とする．

粒子径　別に規定する．

定量法　本品のアルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$)5μgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にアルプロスタジル標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約5mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，この液1mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加えて，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLにつき，次の条件で自動前処理装置付き液体クロマトグラフ装置(ポストカラム反応を用いる)を用いて，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$)の量(μg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：アルプロスタジル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　1－ナフトール50mgをエタノール(99.5)20mLに溶かす．この液3mLに移動相を加えて

100mLとする．

試験条件

装置：移動相，反応試薬送液用の2つのポンプ，自動前処理装置，カラム，反応コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

反応コイル：内径0.5mm，長さ10mのポリテトラフルオロエチレン製チューブ

移動相：リン酸二水素カリウム9.07gを水に溶かして1000mLとした液に，無水リン酸水素二ナトリウム9.46gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH6.3に調整する．この液1容量に水9容量を加える．この液3容量に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1容量を加える．

反応試薬：水酸化カリウム試液

反応温度：60℃付近の一定温度

移動相流量：アルプロスタジルの保持時間が約7分になるように調整する．

反応試薬流量：毎分0.5mL

自動前処理装置：前処理カラム，前処理カラム洗浄液送液用ポンプ及び2つの高圧流路切り替えバルブよりなる．

前処理カラム：内径4mm，長さ2.5cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

前処理カラム洗浄液：エタノール(99.5)

洗浄液の流量：毎分2.0mL付近の一定流量

流路設定条件：図に示す各高圧切り替えバルブを次のように切り換える．

	切り換え時間(分)				
バルブ	0	9.0	9.1	*1)	*2)
RVA	0	0	1	0	0
RVB	0	1	1	1	0

*1)：内標準物質が完全に溶出した時間以降とする．
*2)：*1)の時間の0.1分後とする．

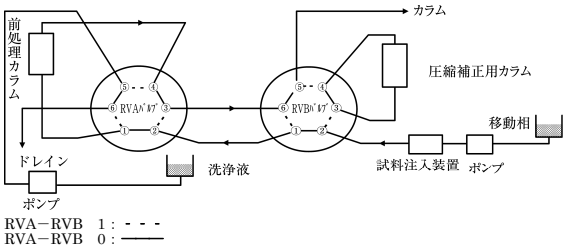


図　自動前処理装置の構成

システム適合性

システムの性能：プロスタグランジンA_1をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その10mgをエタノール(99.5)に溶かし100mLとした液2.5mLに標準原液2.5mLを加え，移動相を加えて50mLとする．この液1mLに内標準溶液1mLを加えた液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，プロスタグランジンA_1，内標準物質の順に溶出し，アルプロスタジルとプロスタグランジンA_1の分離度は10以上であり，プロスタグランジンA_1と内標準物質の分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質に対するアルプロスタジルのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，凍結を避け5℃以下で保存する．

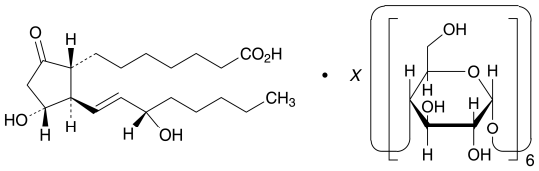
容器　密封容器．

アルプロスタジル　アルファデクス

Alprostadil Alfadex

アルプロスタジルアルファデクス

プロスタグランジンE_1 α－シクロデキストリン包接化合物



$C_{20}H_{34}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

7-{(1*R*,2*R*,3*R*)-3-Hydroxy-2-[(1*E*,3*S*)-3-hydroxyoct-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl}heptanoic acid-α-cyclodextrin

[*55648-20-9*]

本品はアルプロスタジルのα－シクロデキストリン包接化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$：354.48)2.8～3.2%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.02gを水5mLに溶かし，酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液(1)とする．別に本品0.02gに酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとり，試料溶液(2)とする．これらの液につき，溶媒を減圧で留去し，残留物に硫酸2mLを加えて5分間振り混ぜるとき，試料溶液(1)から得た液はだいだい黄色を呈するが，試料溶液(2)から得た液は呈しない．

（2）　本品0.02gを水5mLに溶かし，酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，溶媒を減圧で留去する．残留物をエタノール(95)2mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液5mLを加え，氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール(95)溶液(17→100)5mLを加えた後，氷冷して暗所に20分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（３） 本品0.05gにヨウ素試液1mLを加え，水浴中で加熱して溶かし，放置するとき，暗青色の沈殿を生じる．

（４） 本品の希エタノール溶液(3→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長220～400nmの範囲に吸収を認めない．また，この液10mLに水酸化カリウム・エタノール試液1mLを加えて15分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋126～＋138°(脱水物に換算したもの0.1g，希エタノール，20mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かした液は無色である．更にこの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.10以下である．ただし，試験は溶液調製後，30分間以内に行う．

（２） プロスタグランジンA_1 本品0.10gをとり，水5mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，エタノール(95)を加えて15mLとし，試料溶液とする．別にプロスタグランジンA_1 1.5mgをとり，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，エタノール(95)2mL及び水を加えて15mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，定量法の操作条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジンA_1のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール溶液(1→15000)

（３） 類縁物質 本品0.10gをとり，水3mLに溶かし，酢酸エチル3mLを正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液とする．別にプロスタグランジンA_1 1.0mgをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにリンモリブデン酸n水和物のエタノール(95)溶液(1→4)を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットで標準溶液から得たスポットに対応する位置のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 6.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品約0.1gを精密に量り，水5mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，エタノール(95)を加えて15mLとし，試料溶液とする．別にアルプロスタジル標準品約3mgを精密に量り，エタノール(95)5mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，水を加えて15mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アルプロスタジル($C_{20}H_{34}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：アルプロスタジル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール溶液(1→15000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(3：2)

流量：アルプロスタジルの保持時間が約6分になるように調整する．

カラムの選定：本品約0.1gを水5mLに溶かし，プロスタグランジンA_1のエタノール(95)溶液(3→200000)5mL及び内標準溶液5mLを加えた液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，内標準物質，プロスタグランジンA_1の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法

保存条件 遮光して，5℃以下で保存する．

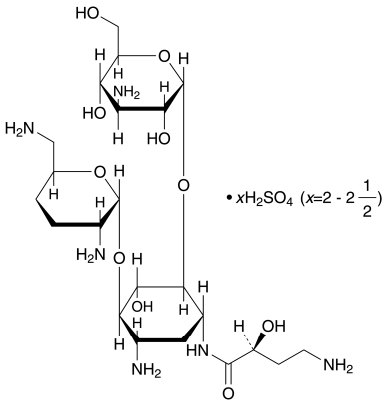
容器 気密容器．

有効期限 製造後24箇月．

アルベカシン硫酸塩

Arbekacin Sulfate

硫酸アルベカシン



$C_{22}H_{44}N_6O_{10} \cdot xH_2SO_4$ (x=2－2½)

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-1-*N*-[(2*S*)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*51025-85-5*，アルベカシン]

本品は，ジベカシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり670～750μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アルベカシン($C_{22}H_{44}N_6O_{10}$：552.62)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びアルベカシン硫酸塩標準品10mgずつを水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水(28)／メタノール／クロロホルム／エタノール(95)混液(7：6：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2）　本品の水溶液(1→50)は硫酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋69～＋79°(乾燥後，0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.75gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ジベカシン　本品約20mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にジベカシン硫酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジベカシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．次式によりジベカシンの量を求めるとき，2.0%以下である．

$$\text{ジベカシンの量}(\%) = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1/10 \times 100$$

M_S：ジベカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　硫酸ベカナマイシン溶液(1→2000)

試験条件

検出器：蛍光検出器(励起波長：340nm，蛍光波長：460nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

反応コイル：内径約0.3mm，長さ約3mの管

反応コイル温度：50℃付近の一定温度

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム8.70g及び無水硫酸ナトリウム8.52gを水980mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液230mLにメタノール20mLを加える．

反応試薬：ホウ酸12.36gを水960mLに溶かし，*o*－フタルアルデヒド0.4gをエタノール(99.5)10mLに溶かした液を加え，8mol/L水酸化カリウム試液を加えてpH10.5に調整し，水を加えて1000mLとする．更に，この液に2－メルカプトエタノール1mLを加える．

反応温度：50℃付近の一定温度

移動相流量：毎分0.5mL

反応液流量：毎分1mL

システム適合性

システムの性能：本品，硫酸ベカナマイシン及び硫酸ジベカシン20mgずつをとり，水200mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベカナマイシン，アルベカシン，ジベカシンの順に溶出し，ベカナマイシンとアルベカシンの分離度は5以上であり，アルベカシンとジベカシンの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジベカシンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　類縁物質　本品20mgを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルベカシン及びジベカシンのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルベカシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，反応コイル温度，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応液流量は純度試験(3)の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アルベカシンの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ジベカシン10mgずつを水200mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルベカシン，ジベカシンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アルベカシンのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後の

pHは7.8～8.0とする．

(iii) 標準溶液　アルベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

アルベカシン硫酸塩注射液

Arbekacin Sulfate Injection

硫酸アルベカシン注射液

本品は，水溶性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するアルベカシン($C_{22}H_{44}N_6O_{10}$：552.62)を含む．

製法　本品は「アルベカシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品0.2mLに水1mLを加えて試料溶液とする．アルベカシン硫酸塩標準品10mgを水1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水(28)／メタノール／クロロホルム／エタノール(95)混液(7：6：4：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

浸透圧比〈2.47〉　0.8～1.2(筋肉内に投与する注射液).

ｐＨ〈2.54〉　6.0～8.0

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mg(力価)未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

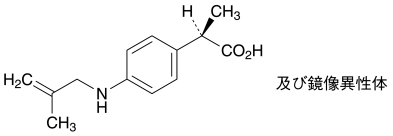
(i) 試験菌，培地及び標準溶液は「アルベカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

(ii) 試料溶液　「アルベカシン硫酸塩」約20mg(力価)に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器.

アルミノプロフェン

Alminoprofen



$C_{13}H_{17}NO_2$：219.28

(2*RS*)-2-{[4-(2-Methylprop-2-en-1-yl)amino]phenyl}propanoic acid

[*39718-89-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はエタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は光により徐々に茶褐色となる．

本品のエタノール(99.5)溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

(1) 本品のエタノール(99.5)溶液(3→500000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　106～108℃

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

(2) ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

(3) 類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルミノプロフェン以外のピークの面積は，標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のアルミノプロフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100)(1→1000)混液(4：1)

流量：アルミノプロフェンの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルミノプロフェンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たアルミノプロフェンのピーク面積が，標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ブチル10mgずつをメタノール100mLに溶かす．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルミノプロフェン及びパラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アルミノプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，1時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.93mg $C_{13}H_{17}NO_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

アルミノプロフェン錠

Alminoprofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するアルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$：219.28)を含む．

製法　本品は「アルミノプロフェン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「アルミノプロフェン」30mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)を加えて100mLとし，よく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLにエタノール(99.5)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長253～257nm及び298～302nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品10個をとり，粉末とし，表示量に従い「アルミノプロフェン」50mgに対応する量をとり，移動相50mLを加えて15分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとした後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により，試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルミノプロフェン以外のピークの面積は，標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のアルミノプロフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

「アルミノプロフェン」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「アルミノプロフェン」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加え，振り混ぜて崩壊させ，エタノール(99.5)50mLを加えて20分間振り混ぜた後，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液3mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとした液V mLを正確に量り，1mL中にアルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)約6μgを含む液となるようにエタノール(99.5)を加え，正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/3$

M_S：定量用アルミノプロフェンの秤取量(mg)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)約8.9μgを含む液となるように0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用アルミノプロフェンを酸化リン(V)を乾燥剤として1時間減圧乾燥し，その約30mgを精密に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長245nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27$

M_S：定量用アルミノプロフェンの秤取量(mg)

C：1錠中のアルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)約60mgに対応する量を精密に量り，エタノール(99.5)を加えてよく振り混ぜた後，エタノール(99.5)を加えて正確に200mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用アルミノプロフェンを酸化リン(V)を乾燥剤として1時間減圧乾燥し，その約30mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，波長255nm付近における吸収の極大波長で吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アルミノプロフェン($C_{13}H_{17}NO_2$)の量(mg)

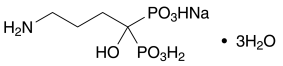
$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用アルミノプロフェンの秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器.

アレンドロン酸ナトリウム水和物

Alendronate Sodium Hydrate



$C_4H_{12}NNaO_7P_2 \cdot 3H_2O$：325.12

Monosodium trihydrogen 4-amino-1-hydroxybutane-1,1-diyldiphosphonate trihydrate

[*121268-17-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アレンドロン酸ナトリウム($C_4H_{12}NNaO_7P_2$：271.08)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液に溶ける.

融点：約252℃(分解，ただし乾燥後).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)5mLにニンヒドリン試液1mLを加えて加熱するとき，液は青紫色を呈する.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアレンドロン酸ナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品0.1gをとり，これに硝酸／過塩素酸混液(1：1)10mLを加えて加熱し，約1mLまで蒸発させる．熱時，水約10mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(2→5)で中和する．この液は，リン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

（4）　本品の水溶液(1→100)は，ナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

pH〈2.54〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをケルダールフラスコにとり，硝酸／硫酸混液(5：4)9mLを加え，液が褐色になるまで加熱する．冷後，硝酸／硫酸混液(5：4)9mLを加え，液の色が無色から褐色になるまで再び加熱する．冷後，硝酸2mLを加え，褐色の発煙が終わるまで強熱し，多量の白煙が生じるまで加熱する．冷後，水5mL及び過酸化水素(30)1mLを注意して加え，再び加熱し，白煙が生じなくなった後，5分間加熱を続ける．冷後，液の色の黄色がわずかでも残っているときは，硝酸2mLを加え，以下，同様に操作する．冷後，ケルダールフラスコ内の液をビーカーにとり，水5mLでケルダールフラスコ内を共洗いし，その洗液を加えた後，アンモニア水(28)を加えてpH3～5に調整し，ネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液1.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品15mgをとり，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液25mLに溶かし，試料原液とする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に50mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．試料原液及び標準原液5mLずつを正確に量り，それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→1000)5mL，アセトニトリル5mL及びクロロギ酸9－フルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→250)5mLを正確に加え，45秒間振り混ぜた後，室温で30分間静置する．次にジクロロメタン20mLを加え，60秒間振り混ぜた後，遠心分離し，その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする．これらの液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアレンドロン酸以外のピークの面積は，標準溶液のアレンドロン酸のピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：266nm)

カラム：内径4.1mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする.

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相A：クエン酸三ナトリウム二水和物2.94g及び無水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液850mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル150mLを加える.

移動相B：クエン酸三ナトリウム二水和物2.94g及び無

水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液300mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル700mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 15	100 → 50	0 → 50
15 ～ 25	50 → 0	50 → 100

流量：毎分1.8mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアレンドロン酸の保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品15mg及び4－アミノ酪酸2mgを0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液100mLに溶かす．この液5mLに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→1000)5mL，アセトニトリル5mL及びクロロギ酸9－フルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→250)5mLを加え，以下試料溶液と同様に操作した液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アレンドロン酸，4－アミノ酪酸の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アレンドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　16.1～17.1%(1g，140℃，3時間).

定量法　本品及びアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約10mgずつを精密に量り，それぞれを0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液に溶かし，正確に100mLとし，試料原液及び標準原液とする．試料原液及び標準原液5mLずつを正確に量り，それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→1000)5mL及びクロロギ酸9－フルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→2000)5mLを正確に加え，30秒間振り混ぜた後，室温で25分間静置する．次にジクロロメタン25mLを加え，60秒間振り混ぜた後，遠心分離し，その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアレンドロン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アレンドロン酸ナトリウム($C_4H_{12}NNaO_7P_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：266nm)

カラム：内径4.1mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物14.7g及び無水リン酸水素二ナトリウム7.1gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液700mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250mL及びメタノール50mLを加える．

流量：アレンドロン酸の保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アレンドロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アレンドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

アレンドロン酸ナトリウム錠

Alendronate Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$：249.10)を含む．

製法　本品は「アレンドロン酸ナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)25mgに対応する量をとり，水25mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアレンドロン酸ナトリウム水和物33mgをとり，水25mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／ピリジン／酢酸(100)／酢酸エチル混液(1：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に100mLとした後，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)約25μgを含む液となるように0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確にV' mLとし，試料原液とする．以下定量法を準用する．

アレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 2 / 25 \times 0.919$

M_S：乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，

毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mL以上をとり，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)約6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料原液とする．別にアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途「アレンドロン酸ナトリウム水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約29mgを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．試料原液及び標準原液5mLずつを正確に量り，それぞれにクエン酸三ナトリウム二水和物溶液(22→125)1mL，ホウ酸6.2gを水950mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH9.0に調整した後，水を加えて1000mLとした液5mL及びクロロギ酸9－フルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→2000)4mLを正確に加え，30秒間振り混ぜた後，室温で25分間静置する．次にジクロロメタン25mLを加え，45秒間振り混ぜた後，遠心分離し，その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする．以下定量法を準用する．

アレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 108 / 5 \times 0.919$

M_S：乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に1000mLとした後，30分間かき混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に10mLとし，試料原液とする．別にアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途「アレンドロン酸ナトリウム水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約39mgを精密に量り，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．試料原液及び標準原液5mLずつを正確に量り，それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→500)5mL及びクロロギ酸9－フルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→1000)4mLを正確に加え，30秒間振り混ぜた後，室温で25分間静置する．次にジクロロメタン25mLを加え，45秒間振り混ぜた後，遠心分離し，その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアレンドロン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 8 / 5 \times 0.919$

M_S：乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：266nm)
カラム：内径4.1mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物14.7g及び無水リン酸水素二ナトリウム7.1gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液750mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル200mL及びメタノール50mLを加える．
流量：アレンドロン酸の保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，アレンドロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アレンドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

アレンドロン酸ナトリウム注射液
Alendronate Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$：249.10)を含む．

製法 本品は「アレンドロン酸ナトリウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品を試料溶液とする．別にアレンドロン酸ナトリウム水和物33mgを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／ピリジン／酢酸(100)／酢酸エチル混液(1：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ 別に規定する．

エンドトキシン〈4.01〉 119EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第１法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のアレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)約5mgに対応す

る容量を正確に量り，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→500)を加え，正確に100mLとし，試料原液とする．別にアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途「アレンドロン酸ナトリウム水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約33mgを精密に量り，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→500)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→500)を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．試料原液及び標準原液5mLずつを正確に量り，それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→500)5mL及びクロロギ酸9-フルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→1000)4mLを正確に加え，30秒間振り混ぜた後，室温で25分間静置する．次にジクロロメタン25mLを加え，45秒間振り混ぜた後，遠心分離し，その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアレンドロン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アレンドロン酸($C_4H_{13}NO_7P_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5 \times 0.919$

M_S：乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.1mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物14.7g及びリン酸水素二カリウム8.7gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液750mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル200mL及びメタノール50mLを加える．

流量：アレンドロン酸の保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，アレンドロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，1.5以下である．

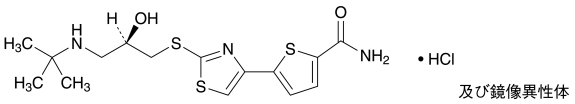
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アレンドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

アロチノロール塩酸塩

Arotinolol Hydrochloride

塩酸アロチノロール



$C_{15}H_{21}N_3O_2S_3 \cdot HCl$：408.00

5-{2-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-2-hydroxypropylsulfanyl]-1,3-thiazol-4-yl}thiophene-2-carboxamide monohydrochloride

[*68377-91-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アロチノロール塩酸塩($C_{15}H_{21}N_3O_2S_3 \cdot HCl$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノール又は水に溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→125)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→75000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.05gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液40μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アセトン／アンモニア水(28)混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.20%以下(1g，減圧，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正

確に量り，水100mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ジクロロメタン50mLずつで3回抽出する．ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する．全ジクロロメタン抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物を酢酸(100)70mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝20.40mg $C_{15}H_{21}N_3O_2S_3$・HCl

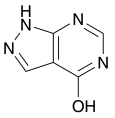
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アロプリノール

Allopurinol



$C_5H_4N_4O$：136.11

1*H*-Pyrazolo[3,4-*d*]pyrimidin-4-ol

[*315-30-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アロプリノール($C_5H_4N_4O$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgをアンモニア試液10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アンモニア試液を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液飽和1－ブタノールを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.16gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド70mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド70mLに水12mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL＝13.61mg $C_5H_4N_4O$

貯法　容器　気密容器．

アロプリノール錠

Allopurinol Tablets

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

製法　本品は「アロプリノール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

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

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「アロプリノール」0.1gに対応する量をとり，ジエチルアミン溶液(1→10)5mLを加え，よく振り混ぜ，メタノール5mLを加えた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアロプリノール0.1gをジエチルアミン溶液(1→10)5mLに溶かし，メタノール5mLを加え，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2.5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－ブタノン／アンモニア水(28)／2－メトキシエタノール混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液V／10mLを加え，よく振り混ぜた後，10分間超音波処理する．冷後，1mL中にアロプリノール($C_5H_4N_4O$)約0.5mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用アロプリノールを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶か

し，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長250nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

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

M_S：定量用アロプリノールの秤取量(mg)

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

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

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

M_S：定量用アロプリノールの秤取量(mg)
C：1錠中のアロプリノール($C_5H_4N_4O$)の表示量(mg)

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

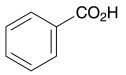
アロプリノール($C_5H_4N_4O$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用アロプリノールの秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

安息香酸

Benzoic Acid



$C_7H_6O_2$：122.12
Benzoic acid
[*65-85-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，安息香酸($C_7H_6O_2$)99.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかにベンズアルデヒド様のにおいがある．

本品はエタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験　本品1gを水酸化ナトリウム試液8mLに溶かし，水を加えて100mLとした液は安息香酸塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　121～124℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをアセトン25mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL，アセトン25mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2）　塩素化合物　本品0.5g及び炭酸カルシウム0.7gをるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次にこれを約600℃で強熱した後，希硝酸20mLに溶かし，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．この液に硝酸銀試液0.5mLを加えた液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム0.7gを希硝酸20mLに溶かし，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01mol/L塩酸1.2mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液0.5mLを加える．

（3）　過マンガン酸カリウム還元性物質　水100mLに硫酸1.5mLを加え，煮沸しながら0.02mol/L過マンガン酸カリウム液を液の紅色が30秒間持続するまで滴加し，熱時この液に本品1.0gを溶かし，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.50mLを加えるとき，液の紅色は15秒以内に消えない．

（4）　フタル酸　本品0.10gに水1mL及びレソルシノール・硫酸試液1mLを加え，120～125℃の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に90分間加熱する．冷後，水5mLを加えて溶かす．この液1mLに水酸化ナトリウム溶液(43→500)10mLを加えて振り混ぜた後，470～490nmの光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム61mgを水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLを正確に量り，レソルシノール・硫酸試液1mLを加え，以下同様に操作する．

（5）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Qより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.05%以下(1g)．

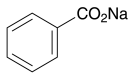
定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール25mL及び水25mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.21mg $C_7H_6O_2$

貯法 容器 密閉容器.

安息香酸ナトリウム

Sodium Benzoate



$C_7H_5NaO_2$：144.10
Monosodium benzoate
[*532-32-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，安息香酸ナトリウム($C_7H_5NaO_2$)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の粒，結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，甘味及び塩味がある.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験 本品の水溶液(1→100)は安息香酸塩の定性反応〈1.09〉並びにナトリウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(2)を呈する.

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 酸又はアルカリ 本品2.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かし，フェノールフタレイン試液2滴及び0.05mol/L硫酸0.20mLを加えるとき，液は無色である．この液に更に0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを追加するとき，液は赤色に変わる.

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.40gを水40mLに溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸3.5mLを徐々に加え，5分間放置した後，ろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液20mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.120%以下).

（4） 重金属〈1.07〉 本品2.0gを水44mLに溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸6mLを徐々に加えた後，ろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（5） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gを水酸化カルシウム0.40gとよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸10mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（6） 塩素化合物 本品1.0gを水10mLに溶かし，希硫酸10mLを加えた後，ジエチルエーテル20mLずつで2回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．得られた残留物0.5g及び炭酸カルシウム0.7gをるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次にこれを約600℃で強熱した後，希硝酸20mLに溶かし，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．この液に硝酸銀試液0.5mLを加えた液の混濁は，次の比較液より濃くない.

比較液：炭酸カルシウム0.7gを希硝酸20mLに溶かし，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01mol/L塩酸1.2mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液0.5mLを加える.

（7） フタル酸 本品0.10gに水1mL及びレソルシノール・硫酸試液1mLを加え，120～125℃の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に90分間加熱する．冷後，水5mLを加えて溶かす．この液1mLに水酸化ナトリウム溶液(43→500)10mLを加えて振り混ぜた後，470～490nmの光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない.

比較液：フタル酸水素カリウム61mgを水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLを正確に量り，レソルシノール・硫酸試液1mLを加え，以下同様に操作する.

乾燥減量〈2.41〉 1.5%以下(2g，110℃，4時間).

定量法 本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，300mLの共栓フラスコに入れ，水25mLに溶かし，ジエチルエーテル75mL及びブロモフェノールブルー試液10滴を加え，0.5mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する．滴定は水層とエーテル層とをよく振り混ぜながら行い，終点は水層が持続する淡緑色を呈するときとする.

0.5mol/L塩酸1mL＝72.05mg $C_7H_5NaO_2$

貯法 容器 密閉容器.

安息香酸ナトリウムカフェイン

Caffeine and Sodium Benzoate
アンナカ

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$：194.19)48.0～50.0%及び安息香酸ナトリウム($C_7H_5NaO_2$：144.10)50.0～52.0%を含む.

性状 本品は白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品は水に溶けやすく，酢酸(100)又は無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品1gを分液漏斗に入れ，水10mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまで，0.01mol/L水酸化ナトリウム液を注意しながら滴加し，クロロホルム20mLずつで3回よく振り混ぜて抽出し，水層と分離する[水層は(2)に用いる]．クロロホルム抽出液を合わせてろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．この残留物につき，次の試験を行う.

（i） 残留物の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける.

(ⅱ)　残留物0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，消える．

(ⅲ)　残留物0.01gを水に溶かし50mLとする．この液5mLに薄めた酢酸(31)(3→100)3mL及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液(1→5)2mLを加え，1分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液2mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えるとき，黄色を呈する．

(2)　(1)の水層5mLに水5mLを加えた液は安息香酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

(3)　本品を加熱するとき，白煙を発する．更に強熱し，この残留物に塩酸を加えるとき，泡立つ．また，この液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

(1)　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

(2)　アルカリ　本品1.0gを水20mLに溶かした液にフェノールフタレイン試液1～2滴を加えるとき，赤色を呈しない．

(3)　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを水10mLに溶かし，エタノール(95)30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.70mLにエタノール(95)30mL及び水を加えて50mLとする(0.050%以下)．

(4)　塩素化合物　本品1.0gを水40mLに溶かし，希硫酸10mLを加えた後，ジエチルエーテル20mLずつで2回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，室温で蒸発乾固する．残留物及び炭酸カルシウム0.7gをるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次に約600℃に強熱した後，希硝酸20mLを加えて溶かし，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．この液に硝酸銀試液0.5mLを加えた液の混濁は，次の比較液に硝酸銀試液0.5mLを加えた液の混濁より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム0.7gを希硝酸20mLに溶かし，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01mol/L塩酸1.2mL及び水を加えて50mLとする．

(5)　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを水47mLに溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸3mLを徐々に加えた後，ろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

(6)　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

(7)　フタル酸　本品0.10gに水1mL及びレソルシノール・硫酸試液1mLを加え，120～125℃の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に90分間加熱する．冷後，水5mLを加えて溶かす．この液1mLに水酸化ナトリウム溶液(43→500)10mLを加えて振り混ぜた後，470～490nmの光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム61mgを水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLを正確に量り，レソルシノール・硫酸試液1mLを加え，以下同様に操作する．

(8)　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(2g，80℃，4時間)．

定量法

(1)　安息香酸ナトリウム　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(6：1)50mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第一当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝14.41mg $C_7H_5NaO_2$

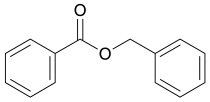
(2)　カフェイン　(1)の操作にひき続き，第一当量点から第二当量点まで0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝19.42mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯法　容器　密閉容器．

安息香酸ベンジル

Benzyl Benzoate



$C_{14}H_{12}O_2$：212.24
Benzyl benzoate
[*120-51-4*]

本品は定量するとき，安息香酸ベンジル($C_{14}H_{12}O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，わずかに芳香があり，刺激性でやくような味がある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

凝固点：約17℃

比重　d_{20}^{20}：約1.123

沸点：約323℃

確認試験

(1)　本品1mLに炭酸ナトリウム試液5mL及び過マンガン酸カリウム試液2mLを加え，穏やかに加熱するとき，ベンズアルデヒドのにおいを発する．

(2)　定量法で滴定の終わった液を水浴上で加温してエタノールを蒸発し，塩化鉄(Ⅲ)試液0.5mLを加えるとき，淡黄赤色の沈殿を生じ，この沈殿は希塩酸を加えるとき，白色に変わる．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.568～1.570

純度試験　酸　本品5.0mLを中和エタノール25mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液は赤

色を呈する．

強熱残分〈2.44〉　0.05%以下(2g).

定量法　本品約2gを精密に量り，正確に0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液50mLを加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて1時間穏やかに煮沸し，冷後，過量の水酸化カリウムを0.5mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝106.1mg $C_{14}H_{12}O_2$

貯法

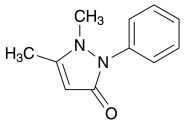
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

アンチピリン

Antipyrine

フェナゾン



$C_{11}H_{12}N_2O$：188.23

1,5-Dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3*H*-pyrazol-3-one

[*60-80-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アンチピリン($C_{11}H_{12}N_2O$)99.0%以上を含む.

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい.

本品の水溶液(1→10)は中性である.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLに亜硝酸ナトリウム試液2滴及び希硫酸1mLを加えるとき，液は濃緑色を呈する.

（2）　本品の水溶液(1→100)2mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液4滴を加えるとき，液は黄赤色を呈し，次に希硫酸10滴を加えるとき，淡黄色に変わる.

（3）　本品の水溶液(1→100)5mLにタンニン酸試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる.

（4）　本品0.1gにバニリン0.1g，水5mL及び硫酸2mLを加えて煮沸し，冷却するとき，黄赤色の沈殿を生じる.

融点〈2.60〉　111～113℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は無色である.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸ナトリウム試液20mLに溶かし，0.05mol/Lヨウ素液30mLを正確に加え，時々振り混ぜ，20分間放置した後，クロロホルム10mLを加えて沈殿を溶かし，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝9.412mg $C_{11}H_{12}N_2O$

貯法　容器　密閉容器.

歯科用アンチホルミン

Dental Antiformin

歯科用次亜塩素酸ナトリウム液

本品は定量するとき，次亜塩素酸ナトリウム(NaClO：74.44)3.0～6.0w/v%を含む.

性状　本品は微淡黄緑色澄明の液で，わずかに塩素のにおいがある.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品は赤色リトマス紙を青変した後，これを脱色する.

（2）　本品に希塩酸を加えるとき，塩素のにおいを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する.

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

定量法　本品3mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水50mL，ヨウ化カリウム2g及び酢酸(31)10mLを加え，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL).

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝3.722mg NaClO

貯法

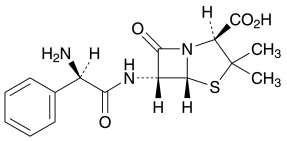
保存条件　遮光して，10℃以下で保存する.

容器　気密容器.

無水アンピシリン

Anhydrous Ampicillin

無水アミノベンジルペニシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid

[*69-53-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり960～1005μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋280～＋305°(脱水物に換算したもの0.5g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.05gを移動相に溶かして50mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

水分〈2.48〉　2.0%以下(2.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びアンピシリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えて溶かした後，それぞれに移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに溶かし，アセトニトリル100mLを加え，リン酸を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて正確に1000mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は40以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

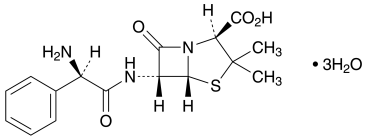
貯法　容器　気密容器．

アンピシリン水和物

Ampicillin Hydrate

アミノベンジルペニシリン

アンピシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S \cdot 3H_2O$：403.45

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate

[*7177-48-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり960～1005μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアンピシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋280～＋305°(脱水物に換算したも

の0.5g，水，100mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水400mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（３）　類縁物質　本品50mgを移動相に溶かして50mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピークの面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

（４）　*N,N*－ジメチルアニリン　本品約1gを精密に量り，水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，内標準溶液1mLを正確に加え，1分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液を試料溶液とする．別に*N,N*－ジメチルアニリン約50mgを精密に量り，塩酸2mL及び水20mLに溶かし，更に水を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液1mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液5mL及び内標準溶液1mLを正確に加え，1分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する*N,N*－ジメチルアニリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを測定し，次式により*N,N*－ジメチルアニリンの量を求めるとき，20ppm以下である．

N,N－ジメチルアニリンの量(ppm)

$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 400$

M_S：*N,N*－ジメチルアニリンの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　ナフタレンのシクロヘキサン溶液(1→20000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径2.6mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニル－50%メチルポリシロキサンを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：*N,N*－ジメチルアニリンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準原液1mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液1mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液5mL及び内標準溶液1mLを正確に加え，1分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質のピーク面積に対する*N,N*－ジメチルアニリンのピーク面積の比は，標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する*N,N*－ジメチルアニリンのピーク面積の比の15～25%である．

システムの性能：*N,N*－ジメチルアニリン50mgをとり，シクロヘキサンに溶かして50mLとする．この液1mLに内標準溶液を加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N,N*－ジメチルアニリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する*N,N*－ジメチルアニリンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　12.0～15.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びアンピシリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを適量の移動相に溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，それぞれに移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに溶かし，アセトニトリル100mLを加え，リン酸を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて正確に1000mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は40以上である．

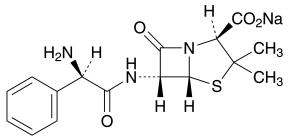
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アンピシリンナトリウム

Ampicillin Sodium

アミノベンジルペニシリンナトリウム



$C_{16}H_{18}N_3NaO_4S$：371.39

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*69-52-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり850～950μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品をデシケーター(減圧・0.67kPa以下，60℃)で3時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋246～＋272°(脱水物に換算したもの1g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは8.0～10.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品　1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに溶かし，アセトニトリル100mLを加え，リン酸を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて正確に1000mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：アンピシリン標準品50mgを量り，適量の移動相に溶かし，グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)5mLを加え，更に移動相を加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，グアイフェネシンの順に溶出し，その分離度は35以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グアイフェネシンのピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（iii）　標準溶液　アンピシリン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に5μg(力価)及び1.25μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に5μg(力価)及び1.25μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

注射用アンピシリンナトリウム

Ampicillin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)を含む．

製法　本品は「アンピシリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　「アンピシリンナトリウム」の確認試験(1)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「アンピシリンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは8.0～10.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「アンピシリンナトリウム」0.25g(力価)に対応する量を水0.75mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.40以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.075EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「アンピシリンナトリウム」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品の約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに溶かし，アセトニトリル100mLを加え，リン酸を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて正確に1000mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は26以上である．

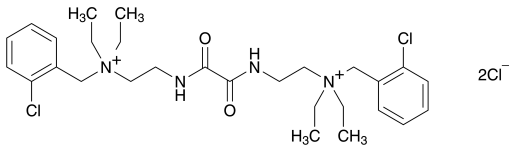
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

アンベノニウム塩化物

Ambenonium Chloride

塩化アンベノニウム



$C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$：608.47

2,2′-[(1,2-Dioxoethane-1,2-diyl)diimino]bis[*N*-(2-chlorobenzyl)-*N*,*N*-diethylethylaminium] dichloride

[*115-79-7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アンベノニウム塩化物($C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

融点：約205℃(分解)．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，メタ

ノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／ギ酸／水混液(12：6：5)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　11.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.42mg $C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$

貯法　容器　気密容器.

アンモニア水

Ammonia Water

本品は定量するとき，アンモニア(NH_3：17.03)9.5～10.5w/v%を含む.

性状　本品は無色澄明の液で，特異な強い刺激性のにおいがある.

本品はアルカリ性である.

比重　d_{20}^{20}：0.95～0.96

確認試験

（1）　本品の液面に，塩酸で潤したガラス棒を近づけるとき，濃い白煙を生じる.

（2）　本品の液面に，潤した赤色リトマス紙を近づけるとき，青変する.

純度試験

（1）　蒸発残留物　本品10.0mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.0mg以下である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品5.0mLを水浴上で蒸発乾固し，希塩酸1mLを加え，更に蒸発乾固し，希酢酸2mLを加えて溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.5mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下).

（3）　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品10.0mLに冷却しながら希硫酸40mLを加え，更に0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加えるとき，液の赤色は10分以内に消えない.

定量法　本品5mLを正確に量り，水25mLに加え，0.5mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液2滴).

0.5mol/L硫酸1mL＝17.03mg NH_3

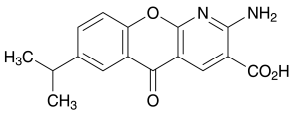
貯法

保存条件　30℃以下で保存する.

容器　気密容器.

アンレキサノクス

Amlexanox



$C_{16}H_{14}N_2O_4$：298.29

2-Amino-7-(1-methylethyl)-5-oxo-5*H*-[1]benzopyrano[2,3-*b*]pyridine-3-carboxylic acid

[*68302-57-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は薄めた水酸化ナトリウム試液(1→3)に溶ける.

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアンレキサノクス標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gを水20mL及び水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，希硝酸15mL及び水を加えて50mLとし，遠心分離後，上澄液をろ過する．ろ液25mLに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに水酸化ナトリウム試液5mL，希硝酸7.5mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下).

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質

（i）　本品約30mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンレキサノクス以外のピークの面積は，標準溶液のアンレキサノクスのピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアンレキサノクスの溶出終了までの範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たアンレキサノクスのピーク面積が，標準溶液のアンレキサノクスのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システム再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンレキサノクスのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

(ⅱ) 本品約30mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンレキサノクス以外のピークの面積は，標準溶液のアンレキサノクスのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は，定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物7.2gを水に溶かして1000mLとした液にリン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水に溶かし，1000mLとした液を加えてpH8.0に調整する．この液400mLにアセトニトリル600mLを加える．

流量：ベンゾフェノンの移動相溶液(3→1000000)15mLをとり，移動相を加えて20mLとした液10μLにつき，上記の条件で試験を行うとき，ベンゾフェノンの保持時間が約6.5分になるように調整する．

面積測定範囲：アンレキサノクスのピークからベンゾフェノンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たアンレキサノクスのピーク面積が，標準溶液のアンレキサノクスのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液1mLをとり，移動相を加えて100mLとする．この液5mLをとり，ベンゾフェノンの移動相溶液(3→1000000)15mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンレキサノクス，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンレキサノクスのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

(ⅲ) 次式により，類縁物質の合計量を求めるとき，0.5%以下である．

$$類縁物質の合計量(\%)=\{(A_{T1}/A_{S1})+(A_{T2}/A_{S2})\}\times 1/10$$

A_{T1}：(ⅰ)で得た試料溶液のアンレキサノクス以外のピークの合計面積

A_{T2}：(ⅱ)で得た試料溶液のアンレキサノクス以外のピークの合計面積

A_{S1}：(ⅰ)で得た標準溶液のアンレキサノクスのピーク面積

A_{S2}：(ⅱ)で得た標準溶液のアンレキサノクスのピーク面積

乾燥減量〈2.41〉 0.3%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びアンレキサノクス標準品を乾燥し，その約30mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液15mLを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

$$アンレキサノクス(C_{16}H_{14}N_2O_4)の量(mg)=M_S\times Q_T/Q_S$$

M_S：アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 3－ニトロアニリンの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.9gを水に溶かして1000mLとした液に，リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH8.0に調整する．この液760mLにアセトニトリル240mLを加える．

流量：アンレキサノクスの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンレキサノクス，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

アンレキサノクス錠

Amlexanox Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するアンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$：298.29)を含む．

製法 本品は「アンレキサノクス」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アンレキサノクス」10mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)100mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，エタノール(99.5)を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240～244nm，285～289nm及び341～352nmに吸収の極大を示す．

（2）　(1)の試料溶液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，液は青白色の蛍光を発する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，アンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)1mg当たり内標準溶液0.6mLを正確に加え，更に1mL中にアンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)約167μgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとし，崩壊させた後5分間激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアンレキサノクス標準品を105℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「アンレキサノクス」の定量法を準用する．

アンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$

M_S：アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　3－ニトロアニリンの移動相溶液(1→500)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にアンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にアンレキサノクス標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし，試験液を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長350nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のアンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)約15mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相80mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアンレキサノクス標準品を105℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「アンレキサノクス」の定量法を準用する．

アンレキサノクス($C_{16}H_{14}N_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 2$

M_S：アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　3－ニトロアニリンの移動相溶液(1→500)

貯法　容器　気密容器．

イオウ

Sulfur

S：32.07

本品を乾燥したものは定量するとき，イオウ(S)99.5%以上を含む．

性状　本品は淡黄色～黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は二硫化炭素に溶けやすく，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品は点火するとき，青色の炎をあげ，二酸化イオウの刺激性のにおいを発する．

（2）　本品5mgに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，水浴中で加熱して溶かし，冷後，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（3）　本品1mgにピリジン2mL及び炭酸水素ナトリウム試液0.2mLを加えて煮沸するとき，液は青色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム溶液(1→6)20mL及びエタノール(95)2mLの混液を加え，煮沸して溶かすとき，液は澄明である．また，本品2.0gを二硫化炭素10mLに溶かすとき，ほとんど溶け，濁ることがあってもわずかである．

（2）　酸又はアルカリ　本品2.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加えて振り混ぜた後，フェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．この液に0.1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品0.20gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(10ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水酸化カリウム・エタノール試液20mL及び水10mLを加え，煮沸して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，400mLのビーカーに入れ，過酸化水素試液50mLを加え，水浴上で1時間加熱する．次に希塩酸を加えて酸性とし，水200mLを加え，沸騰するまで加熱し，熱塩化バリウム試液を滴加し，沈殿が生じなくなったとき，水浴上で1時間加熱する．沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，乾燥し，恒量

になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム($BaSO_4$：233.39)の量とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

イオウ(S)の量(mg)
＝硫酸バリウム($BaSO_4$)の量(mg)×0.13739

貯法　容器　密閉容器.

イオウ・カンフルローション

Sulfur and Camphor Lotion

製法

イオウ	60g
d－又は*dl*－カンフル	5g
ヒドロキシプロピルセルロース	4g
水酸化カルシウム	1g
エタノール	4mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

「ヒドロキシプロピルセルロース」に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」200mLを加えて溶かし，これをあらかじめ「*d*－カンフル」又は「*dl*－カンフル」を「エタノール」に溶かした後，「イオウ」を加えて研和したものに少量ずつ加えて研和する．別に「水酸化カルシウム」に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」500mLを加え，密栓して振り混ぜた後，静置し，この上澄液300mLを前の混合物に加え，更に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて全量を1000mLとし，振り混ぜて製する．

性状　本品は淡黄色の懸濁液である．

本品は放置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験

（1）　本品をよく振り混ぜ，その5mLに水25mLを加え，遠心分離する[上澄液は(3)の試験に用いる]．沈殿0.02gにピリジン2mL，炭酸水素ナトリウム試液0.2mLを加え，煮沸するとき，液は青色を呈する(イオウ).

（2）　本品をよく振り混ぜ，その10mLにジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．脱脂綿をジエチルエーテル少量で洗い，洗液はジエチルエーテル液に合わせ，水浴上で注意しながらジエチルエーテルを留去する．残留物をメタノール1mLに溶かし，2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液1mLを加え，水浴上で約2分間加熱する．冷後，水を加えて約5mLとし，放置した後，生成した沈殿をガラスろ過器(G4)でろ過する．ろ過器上の残留物を洗液が無色となるまで水洗し，エタノール(95)10mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液5mLを加え，2分間放置するとき，液は赤色を呈する(*d*－又は*dl*－カンフル).

（3）　(1)で得た上澄液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

貯法　容器　気密容器.

イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏

Sulfur, Salicylic Acid and Thianthol Ointment

製法

イオウ	100g
サリチル酸，細末	30g
チアントール	100mL
酸化亜鉛，微末	100g
単軟膏又は適当な軟膏基剤	適量
全量	1000g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性状　本品は淡黄色である．

確認試験

（1）　本品0.5gに水10mLを加え，加熱しながらよくかき混ぜ，冷後，ろ過する．ろ液1mLに硝酸鉄(Ⅲ)試液5mLを加えるとき，液は紫色を呈する(サリチル酸).

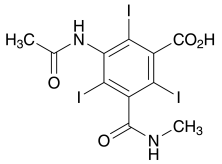
（2）　本品1gにジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜる．上澄液及び浮遊物を除き，残留物をジエチルエーテル10mLで洗った後，ジエチルエーテルを吸引により除く．残留物にピリジン2mL及び炭酸水素ナトリウム試液0.2mLを加えて煮沸するとき，液は淡青色～青色を呈する(イオウ).

（3）　本品1gにエタノール(95)15mLを加え，水浴上で加温しながらよくかき混ぜた後，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸及びチアントール0.01gずつをそれぞれエタノール(95)5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯法　容器　気密容器.

イオタラム酸

Iotalamic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91
3-Acetylamino-2,4,6-triiodo-5-(methylaminocarbonyl)benzoic acid
[*2276-90-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

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

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　芳香族第一アミン　本品0.50gをとり，水15mLを加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mLを加え，直ちに1mol/L塩酸試液12mLを加えて穏やかに振り混ぜる．正確に2分間放置した後，アミド硫酸アンモニウム試液8mLを加え，5分間しばしば振り混ぜる．次に1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→10)3滴を加えて1分間放置し，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3.5mLを加え，混和した後，直ちに水を加えて正確に50mLとする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により20分以内に試験を行うとき，波長485nmにおける吸光度は0.25以下である．

（3）　可溶性ハロゲン化物　本品0.5gを薄めたアンモニア試液(1→40)20mLに溶かし，希硝酸6mLを加えて振り混ぜ，5分間放置した後，ろ過し，ろ液をネスラー管にとる．残留物を水20mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈1.03〉を準用する．比較液は0.01mol/L塩酸0.10mLに薄めたアンモニア試液(1→40)20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．

（4）　ヨウ素　本品0.20gを水酸化ナトリウム試液2.0mLに溶かし，0.5mol/L硫酸試液2.5mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，クロロホルム5mLを加えてよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

（5）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品0.6gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3.3ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，亜鉛粉末1gを加え，還流冷却器を付けて30分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸(100)5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液1mL)．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝20.46mg $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

イオタラム酸ナトリウム注射液

Sodium Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91)を含む．

製法

（1）

イオタラム酸	645g
水酸化ナトリウム	42g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

（2）

イオタラム酸	772.5g
水酸化ナトリウム	50.5g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上(1)又は(2)をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「イオタラム酸」1gに対応する容量をとり，水25mLを加え，よくかき混ぜながら希塩酸2.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し，水10mLずつで2回洗った後，105℃で1時間乾燥する．このものにつき，「イオタラム酸」の確認試験(2)を準用する．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　6.5～7.7

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20gに対応する容量をとり，水15mLを加えて振り混ぜ，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mLを加え，以下「イオタラム酸」の純度試験(2)を準用する．ただし，吸光度は0.17以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5gに対応する容量をとり，水20mL及び希硫酸5mLを加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ過する．ろ液にトルエン5mLを加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は無色である．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mLを加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム0.25gを水に溶かし，1000mLとする．この液2.0mLに水20mLを加え，更に希硫酸5mL，

トルエン5mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mLを加えて激しく振り混ぜる．

エンドトキシン〈4.01〉 3.4EU/mL未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 直接法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のイオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)約4gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用イオタラム酸を105℃で4時間乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水100mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，更に水を加え，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用イオタラム酸の秤取量(mg)

内標準溶液 L－トリプトファンの移動相溶液(3→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：リン酸3.9g及びトリエチルアミン2.8mLを水に混和し，2000mLとする．この液にアセトニトリル100mLを加える．

流量：イオタラム酸の保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イオタラム酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イオタラム酸メグルミン注射液

Meglumine Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91)を含む．

製法

（1）

イオタラム酸	227.59g
メグルミン	72.41g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

（2）

イオタラム酸	455g
メグルミン	145g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上(1)又は(2)をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品1mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1gに対応する容量をとり，水25mLを加え，よくかき混ぜながら希塩酸2.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し，水10mLずつで2回洗った後，105℃で4時間乾燥する．このものにつき，「イオタラム酸」の確認試験(2)を準用する．

旋光度〈2.49〉

製法(1)によるもの α_D^{20}：－1.67～－1.93°(100mm)．

製法(2)によるもの α_D^{20}：－3.35～－3.86°(100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 6.5～7.7

純度試験

（1） 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20gに対応する容量をとり，水15mLを加えて振り混ぜ，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mLを加え，以下「イオタラム酸」の純度試験(2)を準用する．ただし，吸光度は0.17以下である．

（2） ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5gに対応する容量をとり，水20mL及び希硫酸5mLを加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ過する．ろ液にトルエン5mLを加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は無色である．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mLを加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム0.25gを水に溶かし，1000mLとする．この液2.0mLに水20mLを加え，更に希硫酸5mL，トルエン5mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mLを加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のイオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)約4gに対応する容

量を正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用イオタラム酸を105℃で4時間乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水100mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，更に水を加え，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イオタラム酸($C_{11}H_9I_3N_2O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用イオタラム酸の秤取量(mg)

内標準溶液　L－トリプトファンの移動相溶液(3→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：リン酸3.9g及びトリエチルアミン2.8mLを水に溶かし，2000mLとする．この液にアセトニトリル100mLを加える．

流量：イオタラム酸の保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イオタラム酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

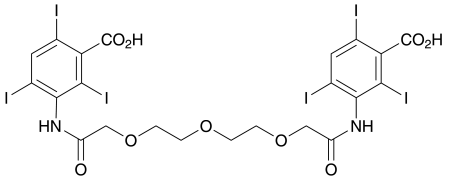
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イオトロクス酸

Iotroxic Acid



$C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$：1215.81

3,3′-(3,6,9-Trioxaundecanedioyl)diiminobis(2,4,6-triiodobenzoic acid)

[*51022-74-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イオトロクス酸($C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2）　本品をメタノールに溶かした後，減圧下でメタノールを蒸発し，残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→5)10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　芳香族第一アミン　本品0.20gをとり，水5mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ，2分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液5mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→10)0.4mL，水酸化ナトリウム試液15mL及び水を加えて正確に50mLとする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長485nmにおける吸光度は0.22以下である．

（3）　ヨウ素　本品0.20gを炭酸水素ナトリウム試液2.0mLに溶かし，トルエン5mLを加えてよく振り混ぜ，放置するとき，トルエン層は無色である．

（4）　遊離ヨウ素イオン　本品約5gを精密に量り，メグルミン溶液(3→20)12mLに溶かし，水を加えて70mLとし，酢酸(100)を加えてpHを約4.5に調整する．この液に0.1mol/L塩化ナトリウム試液2mLを加え，0.001mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

0.001mol/L硝酸銀液1mL＝0.1269mg I

脱水物に換算した本品に対するヨウ素イオンの量(%)を求めるとき，0.004%以下である．

（５） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，強熱残分試験法〈2.44〉を準用して強熱し，以下第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（６） 類縁物質 本品0.15gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／アセトン／ギ酸混液(6：4：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 1.0～2.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.5gを精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，亜鉛粉末1gを加え，還流冷却器を付けて30分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸(100)5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝20.26mg $C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$

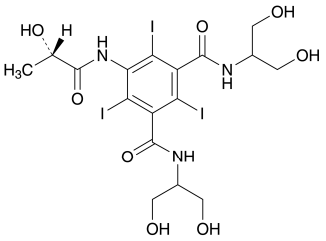
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

イオパミドール

Iopamidol



$C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$：777.09

N,N′-Bis[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl]-5-[(2*S*)-2-hydroxypropanoylamino]-2,4,6-triiodoisophthalamide

[*62883-00-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イオパミドール($C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

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

確認試験

（１） 本品0.05gに塩酸5mLを加え，水浴中で10分間加熱した液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する.

（２） 本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する.

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{436}$：－4.6～－5.2°(乾燥後，4g，水，加温，冷後，10mL，100mm).

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２） 芳香族第一アミン 本品0.60gをとり，水8mLに溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液(1→50)1mL及び2mol/L塩酸試液12mLを加えて振り混ぜ，2分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液(1→10)1mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，ナフチルエチレンジアミン試液1mL及び水を加えて正確に50mLとする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長495nmにおける吸光度は0.12以下である(0.020%以下).

（３） ヨウ素 本品2.0gを水25mLに溶かし，1mol/L硫酸5mL及びトルエン5mLを加えてよく振り混ぜ，放置するとき，トルエン層は無色である.

（４） 遊離ヨウ素イオン 本品約5gを精密に量り，水70mLに溶かし，希酢酸を加えてpH約4.5に調整する．この液に0.1mol/L塩化ナトリウム試液2mLを加え，0.001mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．ヨウ素イオンの量(%)を求めるとき，0.001%以下である.

0.001mol/L硝酸銀液1mL＝0.1269mg I

（５） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，硫酸少量を加えて潤し，徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化後，一たん放冷し，更に硫酸少量で潤して徐々に加熱し，白煙が生じなくなった後，450～550℃で強熱し，灰化する．以下第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（６） 類縁物質 本品0.10gをとり，水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に*N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミド10mgをとり，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイオパミドール以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液の*N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミドのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液の*N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の2.5倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：水

移動相B：水／メタノール混液(3：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 6	92	8
6 ～ 18	92 → 65	8 → 35
18 ～ 30	65 → 8	35 → 92
30 ～ 34	8	92

流量：毎分1.5mLになるように調整する．

面積測定範囲：イオパミドールの保持時間の約4.3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液1mL及び*N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミド10mgを水に溶かし，100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミド，イオパミドールの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*N,N′*－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，亜鉛粉末1gを加え，還流冷却器を付けて30分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸(100)5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝25.90mg $C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

イクタモール

Ichthammol

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アンモニア(NH_3：17.03)2.5%以上，硫酸アンモニウム[$(NH_4)_2SO_4$：132.14]8.0%以下及び総イオウ[(S：32.07)として]10.0%以上を含む．

性状　本品は赤褐色～黒褐色の粘稠性のある液で，特異なにおいがある．

本品は水と混和する．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに一部溶ける．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→10)4mLに塩酸8mLを加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂様物質を析出する．氷冷して析出物を固まらせた後，傾斜して水層を除く．残留する析出物はジエチルエーテルで洗うとき一部溶けるが，洗液がほとんど着色しなくなるまで洗っても溶けない．この残留物につき，次の試験を行う．

（i）　残留物0.1gにエタノール(95)／ジエチルエーテル混液(1：1)1mLを加えるとき溶ける．

（ii）　残留物0.1gに水2mLを加えるとき溶ける．この液1mLに塩酸0.4mLを加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂様物質を析出する．

(iii)（ii）の水溶液1mLに塩化ナトリウム0.3gを加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂様物質を析出する．

（2）　本品の水溶液(1→10)2mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

乾燥減量〈*2.41*〉　50%以下(0.5g，105℃，6時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

定量法

（1）　アンモニア　本品約5gを精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，水60mL，1－オクタノール1mL及び水酸化ナトリウム溶液(2→5)4.5mLを加え，しぶき止めの付いた蒸留管及び冷却器を付ける．受器には正確に0.25mol/L硫酸30mLを加え，これに冷却器の下端を浸し，徐々に蒸留して留分約50mLをとり，過量の硫酸を0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.25mol/L硫酸1mL＝8.515mg NH_3

（2）　硫酸アンモニウム　本品約1gを精密に量り，エタノール(95)25mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，エタノール(95)／ジエチルエーテル混液(1：1)で洗い，洗液が無色澄明となったとき，残留物及びろ紙を空気中で乾燥する．残留物を塩酸でわずかに酸性とした温湯200mLに溶かし，ろ過し，ろ液を煮沸し，塩化バリウム試液30mLを徐々に加え，水浴上で30分間加熱してろ過する．沈殿を水で洗い，乾燥し，更に恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム($BaSO_4$：233.39)の量とする．

硫酸アンモニウム[$(NH_4)_2SO_4$]の量(mg)
＝硫酸バリウム($BaSO_4$)の量(mg)×0.566

（3）　総イオウ　本品約0.6gを精密に量り，200mLのケルダールフラスコに入れ，水30mL及び塩素酸カリウム5gを加えた後，硝酸30mLを徐々に加え，液が5mLになるまで加熱し，塩酸25mLを用いて300mLのビーカーに洗い込み，加熱して5mLとする．これに水100mLを加え，煮沸してろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，煮沸し，塩化バリウム試液30mLを徐々に加え，水浴上で30分間加熱する．沈澱をろ取し，水で洗い，乾燥し，恒量になるまで強熱し，質量を量

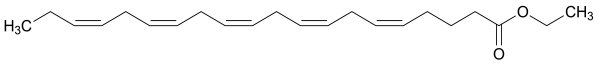
り，硫酸バリウム($BaSO_4$)の量とする．

総イオウ(S)の量(mg)
＝硫酸バリウム($BaSO_4$)の量(mg)×0.13739

貯法 容器 気密容器．

イコサペント酸エチル

Ethyl Icosapentate



$C_{22}H_{34}O_2$：330.50
Ethyl (5*Z*,8*Z*,11*Z*,14*Z*,17*Z*)-icosa-5,8,11,14,17-pentaenoate
[*86227-47-6*]

本品は定量するとき，イコサペント酸エチル($C_{22}H_{34}O_2$)96.5～101.0%を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

性状 本品は無色～微黄色の澄明な液で，わずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(99.5)，酢酸(100)，ヘキサンと混和する．

本品は水又はエチレングリコールにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品20mgに水酸化カリウムのエチレングリコール溶液(21→100)3mLを加え，窒素を送入した後，密栓し，180℃で15分間加熱する．冷後，メタノールを加えて100mLとする．この液4mLにメタノールを加えて100mLとした液につき，水酸化カリウムのエチレングリコール溶液(21→100)3mLを同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸エチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸エチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈*2.45*〉 n_D^{20}：1.481～1.491

比重〈*2.56*〉 d_{20}^{20}：0.905～0.915

酸価〈*1.13*〉 0.5以下．

けん化価〈*1.13*〉 165～175

ヨウ素価〈*1.13*〉 365～395ただし，本品20mgをとり，試験を行う．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをエタノール(99.5)に混和し，希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を加えて50mLとする．これを検液として試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品0.40gにヘキサンを加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液1.5μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，イコサペント酸エチルに対する相対保持時間約0.53のピーク面積は0.5%以下，イコサペント酸エチルに対する相対保持時間約0.80及び約0.93のピーク面積はそれぞれ1.0%以下で，主ピーク及び上記以外のピークの面積はそれぞれ1.0%以下である．また，主ピーク以外のピークの合計面積は3.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイコサペント酸エチルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に10mLとする．この液1.5μLから得たイコサペント酸エチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のイコサペント酸エチルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液1.5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イコサペント酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 過酸化物 本品約1gを精密に量り，200mLの共栓付き三角フラスコにとり，酢酸(100)／クロロホルム混液(3：2)25mLを加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に飽和ヨウ化カリウム試液1mLを加え，直ちに密栓し，ゆるく振り混ぜた後，暗所に10分間放置する．次に水30mLを加え，5～10秒間激しく振り混ぜた後，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はデンプン試液1mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，2mEq/kg以下である．

過酸化物の量(mEq/kg)＝V／M × 10

V：0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)
M：本品の秤取量(g)

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品約0.4gを精密に量り，ヘキサンを加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて試料溶液とする．別にイコサペント酸エチル標準品約80mgを精密に量り，ヘキサンを加えて正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イコサペント酸エチル($C_{22}H_{34}O_{22}$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：イコサペント酸エチル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ドコサン酸メチルのヘキサン溶液(1→125)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径4mm，長さ1.8mのガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを175～246μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に25%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：190℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：イコサペント酸エチルの保持時間が約30分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，イコサペント酸エチルの順に流出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

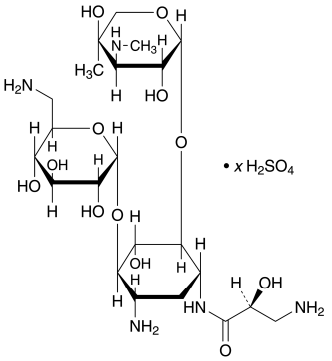
保存条件　全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器．

イセパマイシン硫酸塩

Isepamicin Sulfate

硫酸イセパマイシン



$C_{22}H_{43}N_5O_{12} \cdot xH_2SO_4$

6-Amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-1-*N*-[(2*S*)-3-amino-2-hydroxypropanoyl]-D-streptamine sulfate

[*67814-76-0*]

本品は，*Micromonospora purpurea*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物ゲンタマイシンBの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり680～780μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，イセパマイシン($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$：569.60)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.02gを水1mLに溶かし，アントロン試液3mLを加え，振り混ぜて放置するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品10mgずつを水5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水(28)／エタノール(99.5)／1－ブタノール／クロロホルム混液(5：5：4：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧した後，約100℃で約10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3）　本品0.01gを水1mLに溶かし，塩化バリウム試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋100～＋120°(脱水物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水5mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　定量法で得た試料溶液5μLにつき，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，イセパマイシンに対する相対保持時間約0.4のハパゲンタミンBは5.0%以下であり，イセパマイシンに対する相対保持時間約1.3のゲンタマイシンBは3.0%以下である．ただし，ゲンタマイシンBのピーク面積は感度係数1.11を乗じて補正する．

試験条件

装置，検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応試薬流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水を

加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たイセパマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液5μLから得たイセパマイシンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

水分〈2.48〉 12.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

強熱残分〈2.44〉 1.0%以下(1g)．

定量法 本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイセパマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イセパマイシン($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の2つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光検出器(励起波長：360nm，測定波長：440nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

反応コイル：内径0.25mm，長さ5mの管

移動相：無水硫酸ナトリウム28.41g及び1－ペンタンスルホン酸ナトリウム5.23gを水約900mLに溶かし，酢酸(100)1mLを加えた後，水を加えて正確に1000mLとする．

反応試薬：*o*－フタルアルデヒド0.4gをエタノール(95)5mLに溶かした液，2－メルカプトエタノール1mL及びラウロマクロゴール溶液(1→4)2mLをpH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液500mLに加える．

反応温度：45℃付近の一定温度

移動相流量：毎分約0.6mL

反応試薬流量：毎分約0.5mL

システム適合性

システムの性能：ゲンタマイシンB 2mgを標準溶液10mLに溶かし，この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，イセパマイシン，ゲンタマイシンBの順に溶出し，その分離度は1.0以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，イセパマイシンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

イセパマイシン硫酸塩注射液

Isepamicin Sulfate Injection

硫酸イセパマイシン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するイセパマイシン($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$：569.60)を含む．

製法 本品は「イセパマイシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

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

浸透圧比 別に規定する．

ｐＨ〈2.54〉 5.5～7.5

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

試験条件

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

面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

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

検出の確認：試料溶液1mLに水を加えて10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たイセパマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のイセパマイシンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

エンドトキシン〈4.01〉 0.50EU/mg(力価)未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

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

に100mLとし，標準溶液とする．以下「イセパマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

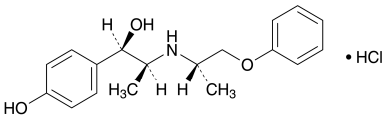
イセパマイシン($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 10$

M_S：イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器.
有効期間　製造後24箇月.

イソクスプリン塩酸塩

Isoxsuprine Hydrochloride
塩酸イソクスプリン



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$：337.84
(1*RS*,2*SR*)-1-(4-Hydroxyphenyl)-2-{[(2*SR*)-1-phenoxypropan-2-yl]amino}propan-1-ol monohydrochloride
[*579-56-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である.

本品はギ酸又はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい.

融点：約204℃(分解).

本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない.

確認試験

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

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

（3）　本品0.5gを水50mLに加温して溶かし，放冷した液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水50mLに加温して溶かし，放冷した液のpHは4.5～6.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品0.1gを水10mLに必要ならば加温して溶かし，放冷した液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイソクスプリン以外のピークの面積は，標準溶液のイソクスプリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のイソクスプリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のイソクスプリンのピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム4.3g及び1－ペンタンスルホン酸ナトリウム3.2gを水に溶かし，1000mLとした液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液770mLにアセトニトリル230mLを加える.

流量：イソクスプリンの保持時間が約18分となるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイソクスプリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液　1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たイソクスプリンのピーク面積が，標準溶液のイソクスプリンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：試料溶液1mLにパラオキシ安息香酸メチル溶液(1→25000)2.5mLを加え，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，イソクスプリンの順に溶出し，その分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，1時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.78mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器.

イソクスプリン塩酸塩錠

Isoxsuprine Hydrochloride Tablets
塩酸イソクスプリン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$：337.84)を含む.

製法　本品は「イソクスプリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法に

より製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「イソクスプリン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，水150mLを加え，振り混ぜた後，水を加えて200mLとし，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267～271nm及び272～276nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，メタノールを加え，振り混ぜながら崩壊させる．1mL中にイソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)約0.4mgを含む液となるようにメタノールを加え，正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

イソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V \times 1/100$

M_S：定量用塩酸イソクスプリンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にイソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸イソクスプリンを105℃で1時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイソクスプリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 36$

M_S：定量用塩酸イソクスプリンの秤取量(mg)
C：1錠中のイソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソクスプリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)約40mgに対応する量を精密に量り，メタノール60mLを加え，20分間振り混ぜる．これにメタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離し，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸イソクスプリンを105℃で1時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイソクスプリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イソクスプリン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

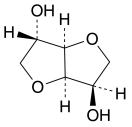
M_S：定量用塩酸イソクスプリンの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム4.3g及び1－ペンタンスルホン酸ナトリウム3.2gを水に溶かし，1000mLとした液に，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液600mLにメタノール400mLを加える．
流量：イソクスプリンの保持時間が約9分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソクスプリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

イソソルビド

Isosorbide



$C_6H_{10}O_4$：146.14
1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol
[652-67-5]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イソソルビド($C_6H_{10}O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.1gに薄めた硫酸(1→2)6mLを加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液(1→30)1mLを加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液10mLを加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（2）　本品2gにピリジン30mL及び塩化ベンゾイル4mLを加え，還流冷却器を付け，50分間煮沸した後，冷却し，この液を100mLの冷水中に徐々に流し込む．生じた沈殿をガラスろ過器(G3)を用いてろ取し，水で洗い，エタノール(95)から2回再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で，4時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は102～103℃である．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋45.0～＋46.0°(脱水物に換算したもの5g，水，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品25gをネスラー管にとり，水に溶かして50mLとするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液3.0mLをとり，水を加えて50mLとする．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(95)／シクロヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにエタノール(95)／硫酸混液(9：1)を均等に噴霧し，150℃で30分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　1.5%以下(2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

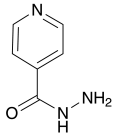
定量法　本品の換算した脱水物約10gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液につき，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

イソソルビド($C_6H_{10}O_4$)の量(g)＝α_D×2.1978

貯法　容器　気密容器．

イソニアジド

Isoniazid



$C_6H_7N_3O$：137.14

Pyridine-4-carbohydrazide

[*54-85-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イソニアジド($C_6H_7N_3O$)98.5%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品約20mgを水に溶かし，200mLとする．この液5mLに0.1mol/L塩酸試液1mL及び水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である．

融点〈2.60〉　170～173℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(5ppm以下)．

（4）　ヒドラジン　本品0.10gを水5mLに溶かし，サリチルアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→20)0.1mLを加え，速やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mL及び無水酢酸10mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液0.5mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝13.71mg $C_6H_7N_3O$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

イソニアジド錠

Isoniazid Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイソニアジド($C_6H_7N_3O$：137.14)を含む.

製法　本品は「イソニアジド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「イソニアジド」0.02gに対応する量をとり，水200mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．この液5mLに0.1mol/L塩酸試液1mL及び水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長264～268nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にイソニアジド($C_6H_7N_3O$)約0.5mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，よく振り混ぜて崩壊させる．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

イソニアジド($C_6H_7N_3O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：定量用イソニアジドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長267nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イソニアジド($C_6H_7N_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 90$

M_S：定量用イソニアジドの秤取量(mg)

C：1錠中のイソニアジド($C_6H_7N_3O$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イソニアジド($C_6H_7N_3O$)約0.1gに対応する量を精密に量り，水150mLを加え，30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に200mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイソニアジドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イソニアジド($C_6H_7N_3O$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用イソニアジドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし，1000mLとする．別にリン酸5.76gを水に溶かし1000mLとする．これらの液を混和してpH2.5に調整する．この液400mLにメタノール600mLを加え，更にトリデカンスルホン酸ナトリウム2.86gを加えて溶かす．

流量：イソニアジドの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニアジド及びイソニコチン酸5mgずつを移動相100mLに溶かした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸，イソニアジドの順で溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イソニアジドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

イソニアジド注射液

Isoniazid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイソニアジド($C_6H_7N_3O$：137.14)を含む.

製法　本品は「イソニアジド」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：6.5～7.5

確認試験　本品の表示量に従い「イソニアジド」20mgに対応する容量をとり，水を加えて200mLとする．この液5mLに0.1mol/L塩酸試液1mL及び水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長264～268nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のイソニアジド($C_6H_7N_3O$)約50mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イソニアジド($C_6H_7N_3O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用イソニアジドの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし，1000mLとする．別にリン酸5.76gを水に溶かし1000mLとする．これらの液を混和してpH2.5に調整する．この液500mLにメタノール500mLを加え，更にトリデカンスルホン酸ナトリウム2.86gを加えて溶かす．

流量：イソニアジドの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニアジド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.3%以下である．

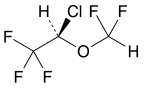
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イソフルラン

Isoflurane



及び鏡像異性体

$C_3H_2ClF_5O$：184.49

(2*RS*)-2-Chloro-2-(difluoromethoxy)-1,1,1-trifluoroethane

[*26675-46-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イソフルラン($C_3H_2ClF_5O$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色透明の流動性の液である．

本品はエタノール(99.5)，メタノール又は*o*－キシレンと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は揮発性で引火性はない．

本品は旋光性を示さない．

屈折率　n_D^{20}：約1.30

沸点：47～50℃

確認試験

（1）　本品50μLをとり，水40mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイソフルラン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.500～1.520

純度試験

（1）　液性　本品10mLに新たに煮沸して冷却した水5mLを加え，1分間振り混ぜた後，分取した水層は中性である．

（2）　可溶性塩化物　本品60gをとり，水40mLを加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．その20mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(3ppm以下)．

（3）　可溶性フッ化物　本品6gをとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)12mLを加え，10分間振り混ぜた後，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)層4.0mLをとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)30mLを加え，水を加えて50mLとした後60分間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準溶液0.4mL及び薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)4.0mLをとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリ

ウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)30mLを加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)4.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長600nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(2ppm以下).

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム2.21gを正確に量り，水を加えて溶かして正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはフッ素(F)0.01mgを含む.

（４）　類縁物質　本品を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，*o*ーキシレンを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，*o*ーキシレンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイソフルラン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のイソフルランのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のイソフルラン以外のピークの合計面積は，標準溶液のイソフルランのピーク面積の3倍より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：イソフルランの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，*o*ーキシレンを加えて正確に2mLとする．この液5μLから得たイソフルランのピーク面積が，標準溶液5μLから得たイソフルランのピーク面積の35～65%になることを確認する.

（５）　過酸化物　本品10mLをネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加えて激しく振り混ぜ，暗所に1時間放置するとき，水層は黄色を呈しない.

（６）　蒸発残留物　本品65mLを正確に量り，水浴上で蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である.

水分〈*2.48*〉　0.1%以下(2g，電量滴定法).

定量法　本品及びイソフルラン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準物質として酢酸エチル3mLを正確に加えた後，*o*ーキシレンを加えて50mLとする．これらの液5mLずつをとり，*o*ーキシレンを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイソフルランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

本品5mL中のイソフルラン($C_3H_2ClF_5O$)の量(mg)

$= V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.506$

V_S：脱水物に換算したイソフルラン標準品の秤取量(mL)

1.506：イソフルランの比重(d_{20}^{20})

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3.5mのステンレス管に，125～149μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノールを10%，ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールを15%の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度：80℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：イソフルランの保持時間が約7分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イソフルランのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

保存条件　30℃以下で保存する.

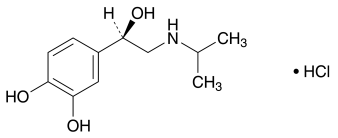
容器　気密容器.

*l*ーイソプレナリン塩酸塩

l-Isoprenaline Hydrochloride

*l*ー塩酸イソプレナリン

*l*ー塩酸イソプロテレノール



$C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$：247.72

4-{(1*R*)-1-Hydroxy-2-[(1-methylethyl)amino]ethyl}benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*5984-95-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*l*ーイソプレナリン塩酸塩($C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸(100)，無水酢酸，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない.

本品は空気又は光によって徐々に着色する.

確認試験

（１）　本品0.01gを水5mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃緑色を呈し，放置するとき，黄緑色を経て褐色に変わる.

（２）　本品1mgずつを試験管A及びBにとり，それぞれを水

1mLずつに溶かし，AにpH3.5のフタル酸水素カリウム緩衝液10mLを，BにpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加える．それぞれにヨウ素試液1mLずつを加えて5分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液2mLずつを加えるとき，Aは赤色を呈し，Bは濃赤色を呈する．

（３）　本品0.01gを水1mLに溶かし，リンタングステン酸試液1mLを加えるとき，淡褐色の沈殿を生じる．

（４）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（５）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－36～－41°(乾燥後，0.25g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを0.1mol/L塩酸試液20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.192%以下).

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４）　イソプロテレノン　本品50mgをとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長310nmにおける吸光度は0.040以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)／無水酢酸混液(3：2)100mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.77mg $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$

貯法

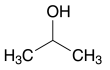
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

イソプロパノール

Isopropanol

イソプロピルアルコール



C_3H_8O：60.10

Propan-2-ol

[*67-63-0*]

性状　本品は無色澄明の液で，特異なにおいがある．

本品は水，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は燃えやすく，揮発性である．

確認試験

（１）　本品1mLにヨウ素試液2mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて振り混ぜるとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（２）　本品5mLに二クロム酸カリウム試液20mL及び硫酸5mLを注意して加え，水浴中で穏やかに加熱するとき，アセトン臭を発し，発生するガスは，サリチルアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→10)及び水酸化ナトリウム溶液(3→10)で潤したろ紙を赤褐色に変える．

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.785～0.788

純度試験

（１）　溶状　本品2.0mLに水8mLを加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．

（２）　酸　本品15.0mLに新たに煮沸して冷却した水50mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加え，これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（３）　蒸発残留物　本品20.0mLを水浴上で蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

水分〈*2.48*〉　0.75w/v%以下(2mL，容量滴定法，直接滴定).

蒸留試験〈*2.57*〉　81～83℃，94vol%以上.

貯法

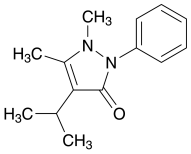
保存条件　火気を避けて保存する．

容器　気密容器．

イソプロピルアンチピリン

Isopropylantipyrine

プロピフェナゾン



$C_{14}H_{18}N_2O$：230.31

1,5-Dimethyl-4-(1-methylethyl)-2-phenyl-1,2-dihydro-3*H*-pyrazol-3-one

[*479-92-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イソプロピルアンチピリン($C_{14}H_{18}N_2O$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→500)2mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は淡赤色を呈し，更にこの液に硫酸3滴を加え

るとき，微黄色に変わる．

（２） ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加え，これに本品の水溶液(1→500)5mLを加えるとき，液は徐々に暗緑色を呈する．

（３） 本品の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

融点〈2.60〉 103～105℃

純度試験

（１） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gを希エタノール30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに希硝酸6mL，希エタノール30mL及び水を加えて50mLとする(0.014%以下).

（２） 硫酸塩〈1.14〉 本品1.0gを希エタノール30mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに希塩酸1mL，希エタノール30mL及び水を加えて50mLとする(0.019%以下).

（３） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL，アセトン25mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（４） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５） アンチピリン 本品1.0gを希エタノール10mLに溶かし，亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希硫酸1mLを加えるとき，液は緑色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，5時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

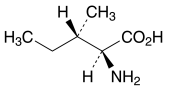
定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)／無水酢酸混液(2：1)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝23.03mg $C_{14}H_{18}N_2O$

貯法 容器 気密容器.

L－イソロイシン

L-Isoleucine



$C_6H_{13}NO_2$：131.17

(2*S*,3*S*)-2-Amino-3-methylpentanoic acid

[*73-32-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋39.5～＋41.5°(乾燥後，1g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である．

純度試験

（１） 溶状 本品0.5gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

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

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

（５） 重金属〈1.07〉 本品1.0gに水40mL及び希酢酸2mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（６） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（７） 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.13gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝13.12mg $C_6H_{13}NO_2$

貯法 容器 気密容器.

イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒

L-Isoleucine, L-Leucine and L-Valine Granules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するＬ－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$：131.17)，Ｌ－ロイシン

($C_6H_{13}NO_2$：131.17)及びL－バリン($C_5H_{11}NO_2$：117.15)を含む．

製法　本品は「L－イソロイシン」，「L－ロイシン」及び「L－バリン」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「L－イソロイシン」約92mgに対応する量をとり，移動相に溶かし，100mLとし，試料溶液とする．別にL–イソロイシン0.46g，L－ロイシン0.92g及びL－バリン0.55gを移動相に溶かし，100mLとする．この液10mLをとり，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれのピークの保持時間は等しい．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物31.2gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.8に調整する．この液970mLにアセトニトリル30mLを加える．

流量：L－バリンの保持時間が約2.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，バリン，イソロイシン，ロイシンの順に溶出し，イソロイシンとロイシンの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イソロイシン，ロイシン及びバリンの保持時間の相対標準偏差は，それぞれ1.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，内標準溶液 V／25 mLを正確に加え，更に1mL中にL－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$)約3.8mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて溶かし，V mLとする．この液2mLを量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて200mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

L－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$)の量(mg)
$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times V / 50$

L－ロイシン($C_6H_{13}NO_2$)の量(mg)
$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times V / 50$

L－バリン($C_5H_{11}NO_2$)の量(mg)$= M_{Sc} \times Q_{Tc} / Q_{Sc} \times V / 50$

M_{Sa}：定量用L－イソロイシンの秤取量(mg)
M_{Sb}：定量用L－ロイシンの秤取量(mg)
M_{Sc}：定量用L－バリンの秤取量(mg)

内標準溶液　グリシンの0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20)

崩壊性〈6.09〉　試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は15分間とする．

定量法　本品10包以上をとり，内容物を取り出し，粉末とする．L－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$)約0.95gに対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，250mLとする．この液2mLを量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて200mLとし，試料溶液とする．別に定量用L－イソロイシン，定量用L－ロイシン及び定量用L－バリンを105℃で3時間乾燥し，それぞれ約0.2g，約0.4g及び約0.24gを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に0.1mol/L塩酸試液を加えて溶かし，100mLとする．この液2mLを量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するL－イソロイシン，L－ロイシン及びL－バリンのピーク面積の比 Q_{Ta}，Q_{Tb}及び Q_{Tc}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するL－イソロイシン，L－ロイシン及びL－バリンのピーク面積の比 Q_{Sa}，Q_{Sb}及び Q_{Sc}を求める．

L－イソロイシン($C_6H_{13}NO_2$)の量(mg)
$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 5$

L－ロイシン($C_6H_{13}NO_2$)の量(mg)$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 5$

L－バリン($C_5H_{11}NO_2$)の量(mg)$= M_{Sc} \times Q_{Tc} / Q_{Sc} \times 5$

M_{Sa}：定量用L－イソロイシンの秤取量(mg)
M_{Sb}：定量用L－ロイシンの秤取量(mg)
M_{Sc}：定量用L－バリンの秤取量(mg)

内標準溶液　グリシンの0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20)

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：570nm)

カラム：内径4.6mm，長さ6cmのステンレス管に3μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充てんする．

カラム温度：57℃付近の一定温度

反応槽温度：130℃付近の一定温度

反応時間：約1分

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

	移動相 A	移動相 B	移動相 C	移動相 D	移動相 E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	－
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	－
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	－
水酸化ナトリウム	－	－	－	－	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	－	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	－	－
ベンジルアルコール	－	－	－	5mL	－
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

移動相の切換え：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，バリン，イソロイシン及びロイシンの順に溶出し，イソロイシンとロイシンの分離度が1.2以上になるように，移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eを順次切り換える．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物407gを水に溶かし，酢酸(100)245mL，1－メトキシ－2－プロパノール801mL及び水を加えて2000mLとし，10分間窒素を通じ，(Ⅰ)液とする．別に1－メトキシ－2－プロパノール1957mLにニンヒドリン77gを加え，5分間窒素を通じた後，水素化ホウ素ナトリウム0.161gを加え，30分間窒素を通じる．この液に等容量の(Ⅰ)液を加える．用時製する．

移動相流量：毎分0.40mL

反応試薬流量：毎分0.35mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，バリン，イソロイシン及びロイシンの順に溶出し，イソロイシンとロイシンの分離度は1.2以上である．

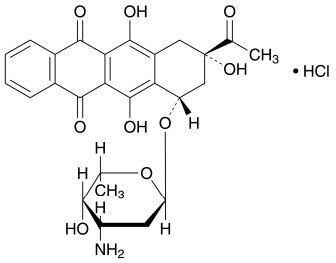
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイソロイシン，ロイシン及びバリンのピーク面積の比の相対標準偏差は，それぞれ1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

イダルビシン塩酸塩

Idarubicin Hydrochloride

塩酸イダルビシン



$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl：533.95

(2*S*,4*S*)-2-Acetyl-4-(3-amino-2,3,6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

[*57852-57-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり960～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，イダルビシン塩酸塩($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄赤色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイダルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びイダルビシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとイダルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品2mgを水3mLに溶かし，希硝酸1mL及び硝酸銀試液3滴を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(482nm)：204～210(脱水物に換算したもの20mg，メタノール，1000mL)．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋191～＋197°(脱水物に換算したもの20mg，メタノール，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.05gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属　別に規定する．

（3）　類縁物質　別に規定する．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　5.0%　以下(0.1g，電量滴定法)．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　8.9EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びイダルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイダルビシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イダルビシン塩酸塩($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径3.9mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム10.2gを水に溶かし，リン酸1mL及び水を加えて750mLとした液にテトラヒドロフラン250mLを加える．この液500mLにラウリル硫酸ナトリウム0.72g及び*N,N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン0.5mLを加えた後，2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH4に調整する．
流量：イダルビシンの保持時間が約15分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，イダルビシンのピークの理論段数は，3000段以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イダルビシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

注射用イダルビシン塩酸塩

Idarubicin Hydrochloride for Injection
注射用塩酸イダルビシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．
本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するイダルビシン塩酸塩($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl：533.95)を含む．

製法　本品は，「イダルビシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は黄赤色の塊である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」2mg(力価)に対応する量をとり，水酸化ナトリウム試液5mLに溶かすとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」1mg(力価)に対応する量をとり，水1mLに溶かし，メタノールを加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長250～254nm，285～289nm，480～484nm及び510～520nmに吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」5mg(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」5mg(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かすとき，液は黄赤色澄明である．

水分〈2.48〉　本品1個の質量を精密に量り，次いでシリンジを用いて水分測定用メタノール5mLを加え，よく振り混ぜて内容物を溶かした後，その4mLを量り，容量滴定法の直接滴定により試験を行う．ただし，空試験には水分測定用メタノール4mLを用い，また，内容物の質量は，先のバイアル及びゴム栓を水，次いでエタノール(95)で洗い，105℃で1時間乾燥後デシケーター中に移し室温になるまで放置した後，質量を精密に量り，先の本品の質量との差から求める(4.0%以下)．

エンドトキシン〈4.01〉　8.9EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．
本品1個をとり，1mL中にイダルビシン塩酸塩($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl)0.2mg(力価)を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相を加えて正確にV mLとし，試料溶液とする．別にイダルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用する．

イダルビシン塩酸塩($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「イダルビシン塩酸塩」約5mg(力価)に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に25mLとし，試料溶液とする．別にイダルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用する．

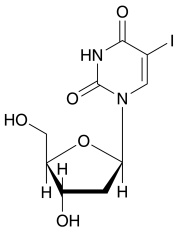
イダルビシン塩酸塩($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．

イドクスウリジン

Idoxuridine



$C_9H_{11}IN_2O_5$：354.10

5-Iodo-2′-deoxyuridine

[*54-42-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イドクスウリジン($C_9H_{11}IN_2O_5$)98.0%以上を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は*N,N*−ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

融点：約176℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.01gに水5mLを加え，加温して溶かした後，ジフェニルアミン・酢酸試液5mLを加えて5分間加熱するとき，液は青色を呈する.

（2）　本品0.1gを加熱するとき，紫色のガスを発生する.

（3）　本品2mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液50mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイドクスウリジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋28～＋31°(乾燥後，0.2g，水酸化ナトリウム試液，20mL，100mm).

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水酸化ナトリウム溶液(1→200)5mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをとり，希エタノール／アンモニア水(28)混液(99：1)10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液50μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／薄めた2−プロパノール(2→3)混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．更に展開の方法を直角に変え，同様に操作して二次展開を行い，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない.

（4）　ヨウ素及びヨウ化物　本品0.10gに水20mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かした後，直ちに氷冷しながら希硫酸5mLを加え，時々振り混ぜ10分間放置した後，ろ過する．ろ液をネスラー管に入れ，クロロホルム10mL及びヨウ素酸カリウム溶液(1→100)3滴を加え，30秒間振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない.

比較液：ヨウ化カリウム0.111gを正確に量り，水に溶かし，1000mLとする．この液1mLを正確に量り，水19mL，水酸化ナトリウム試液5mL及び希硫酸5mLを加え，振り混ぜた後にろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，以下同様に操作する.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミド80mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*−ジメチルホルムアミド試液5滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝35.41mg $C_9H_{11}IN_2O_5$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

イドクスウリジン点眼液

Idoxuridine Ophthalmic Solution

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するイドクスウリジン($C_9H_{11}IN_2O_5$：354.10)を含む.

製法　本品は「イドクスウリジン」をとり，点眼剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5mgに対応する容量をとり，ジフェニルアミン・酢酸試液5mLを加えて20分間加熱するとき，液は淡青色を呈する.

（2）　本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5mgに対応する容量を磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム0.1gを加え，徐々に加熱して蒸発乾固した後，残留物が灰化するまで強熱する．残留物を水5mLに溶かし，塩酸を加えて酸性とし，亜硝酸ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，液は黄褐色を呈し，これにデンプン試液2～3滴を加えるとき，液は濃青色を呈する.

（3）　本品の表示量に従い「イドクスウリジン」2mgに対応する容量をとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～281nmに吸収の極大を示す.

ｐＨ〈*2.54*〉　4.5～7.0

純度試験　5－ヨードウラシル及び2′－デオキシウリジン　本品の表示量に従い「イドクスウリジン」4.0mgに対応する容量をとり，水を加えて正確に5mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用5－ヨードウラシル12.0mg及び液体クロマトグラフィー用2′－デオキシウリジン4.0mgをとり，水に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の5－ヨードウラシル及び2′－デオキシウリジンのピーク面積を測定するとき，試料溶液の5－ヨードウラシル及び2′－デオキシウリジンのピーク面積は，それぞれ標準溶液の5－ヨードウラシル及び2′－デオキシウリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(24：1)

流量：2′－デオキシウリジンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，2′－デオキシウリジン，5－ヨードウラシルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，2′－デオキシウリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

不溶性異物〈*6.11*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.08*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のイドクスウリジン($C_9H_{11}IN_2O_5$)約3mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にイドクスウリジン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に10mLとする．この液3mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水を加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イドクスウリジン($C_9H_{11}IN_2O_5$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3/10$

M_S：イドクスウリジン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　スルファチアゾールの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(87：13)

流量：イドクスウリジンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イドクスウリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

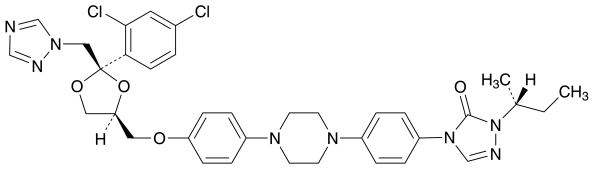
貯法

保存条件　遮光して，凍結を避け，冷所に保存する．

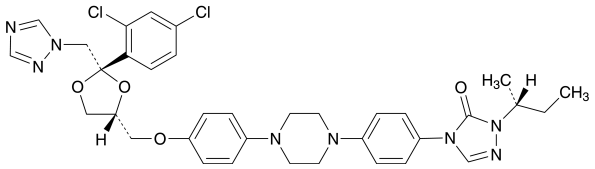
容器　気密容器．

イトラコナゾール

Itraconazole



及び鏡像異性体



及び鏡像異性体

$C_{35}H_{38}Cl_2N_8O_4$：705.63

4-(4-{4-[4-({(2*RS*,4*SR*)-2-(2,4-Dichlorophenyl)-2-[(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)methyl]-1,3-dioxolan-4-yl}methoxy)phenyl]piperazin-1-yl}phenyl)-2-[(1*RS*)-1-methylpropyl]-2,4-dihydro-3*H*-1,2,4-triazol-3-one

4-(4-{4-[4-({(2*SR*,4*RS*)-2-(2,4-Dichlorophenyl)-2-[(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)methyl]-1,3-dioxolan-4-yl}methoxy)phenyl]piperazin-1-yl}phenyl)-2-[(1*RS*)-1-methylpropyl]-2,4-dihydro-3*H*-1,2,4-triazol-3-one

[*84625-61-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，イトラコナゾール($C_{35}H_{38}Cl_2N_8O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水及び2－プロパノールにほとんど溶けない．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の2－プロパノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉 166～170℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し、試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） 類縁物質 本品0.10gをメタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイトラコナゾール以外のピークの面積は，標準溶液のイトラコナゾールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のイトラコナゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のイトラコナゾールのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(17→625)

移動相B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 20	80 → 50	20 → 50
20 ～ 25	50	50

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイトラコナゾールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たイトラコナゾールのピーク面積が，標準溶液のイトラコナゾールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品1mg及び硝酸ミコナゾール1mgをメタノール／テトラヒドロフラン混液(1：1)20mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ミコナゾール，イトラコナゾールの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イトラコナゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.3gを精密に量り，2－ブタノン／酢酸(100)混液(7：1)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

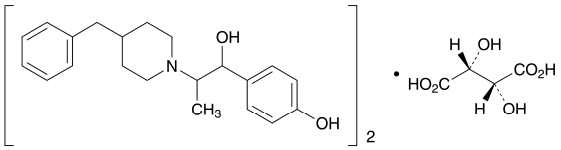
0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.28mg $C_{35}H_{38}Cl_2N_8O_4$

貯法 容器 気密容器.

イフェンプロジル酒石酸塩

Ifenprodil Tartrate

酒石酸イフェンプロジル



$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$：800.98

(1*RS*,2*SR*)-4-[2-(4-Benzylpiperidin-1-yl)-1-hydroxypropyl]phenol hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

[*23210-58-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イフェンプロジル酒石酸塩[$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$]98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$：＋11～＋15°(脱水物に換算したもの1g，エタノール(95)，20mL，100mm).

融点：約148℃(分解).

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品0.4gに水40mLを加え，加温して溶かす．冷後，

この液にアンモニア試液0.5mLを加え，クロロホルム40mLずつで2回抽出し，水層を分取する．水層30mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物を水6mLに溶かした液は，酒石酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.30gを薄めたエタノール(3→4)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→4)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル／ヘキサン／1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(140：40：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.05mg $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$

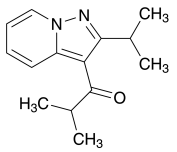
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

イブジラスト

Ibudilast



$C_{14}H_{18}N_2O$：230.31

1-[2-(1-Methylethyl)pyrazolo[1,5-*a*]pyridin-3-yl]-2-methylpropan-1-one

[*50847-11-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イブジラスト($C_{14}H_{18}N_2O$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　54～58℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイブジラスト以外のピークの面積は，標準溶液のイブジラストのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のイブジラスト以外のピークの合計面積は，標準溶液のイブジラストのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：292nm)

カラム：内径2.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／酢酸エチル混液(50：1)

流量：イブジラストの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からイブジラストの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たイブジラストのピーク面積が，標準溶液のイブジラストのピーク面積の40～60%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて50mLとする．この液2mLに移動相を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イブジラストのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イブジラストのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，減圧，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

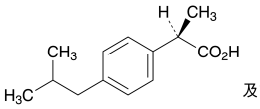
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，無水酢酸50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝23.03mg $C_{14}H_{18}N_2O$

貯法 容器 気密容器.

イブプロフェン

Ibuprofen



及び鏡像異性体

$C_{13}H_{18}O_2$：206.28

(2*RS*)-2-[4-(2-Methylpropyl)phenyl]propanoic acid

[*15687-27-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イブプロフェン($C_{13}H_{18}O_2$)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1） 本品15mgを希水酸化ナトリウム試液100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈*2.60*〉 75～77℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品3.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品0.50gをとり，アセトン5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(15：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝20.63mg $C_{13}H_{18}O_2$

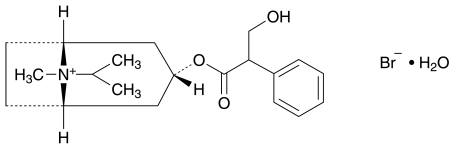
貯法 容器 密閉容器.

イプラトロピウム臭化物水和物

Ipratropium Bromide Hydrate

イプラトロピウム臭化物

臭化イプラトロピウム



$C_{20}H_{30}BrNO_3 \cdot H_2O$：430.38

(1*R*,3*r*,5*S*)-3-[(2*RS*)-3-Hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-methyl-8-(1-methylethyl)-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide monohydrate

[*66985-17-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イプラトロピウム臭化物($C_{20}H_{30}BrNO_3$：412.36)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，アセトニトリル又は酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である.

融点：約223℃(分解，ただし乾燥後).

確認試験

（1） 本品5mgに発煙硝酸0.5mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物をアセトン5mLに溶かし，水酸化カリウム・エタノール試液2滴を加えるとき，液は紫色を呈する.

（2） 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(3→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（4） 本品の水溶液(1→100)は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下).

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

下).

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)を用いる(1ppm以下).

（5）　臭化イソプロピルアトロピン　本品25mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液25μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．イプラトロピウムのピーク面積A_a及びイプラトロピウムに対する相対保持時間約1.3のピーク面積A_bを自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.01以下である．また，溶媒のピークの後から保持時間約14分の間に，イプラトロピウムのピーク及びイプラトロピウムに対する相対保持時間約1.3のピーク以外にピークを認めない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ10～15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル／メタンスルホン酸混液(1000：120：1)

流量：イプラトロピウムの保持時間が約7分になるように調整する．

カラムの選定：本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→100)を100℃で1時間加熱する．冷後，この液2.5mLに移動相を加えて100mLとする．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，イプラトロピウムのピークとイプラトロピウムに対する保持時間の比が約0.6のピークの分離度が3以上のものを用いる．

検出感度：試料溶液25μLから得たイプラトロピウムのピークが，フルスケールの50～80%になるように調整する．

（6）　アポ化合物　本品0.14gをとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．波長246nm及び263nmにおける吸光度A_1及びA_2を測定するとき，A_1/A_2は0.91以下である．

乾燥減量〈2.41〉　3.9～4.4%(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

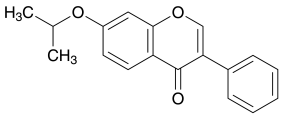
定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，1,4－ジオキサン40mL及び硝酸ビスマス試液2.5mLを加え0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.24mg $C_{20}H_{30}BrNO_3$

貯法　容器　気密容器.

イプリフラボン

Ipriflavone



$C_{18}H_{16}O_3$：280.32

7-(1-Methylethyl)oxy-3-phenyl-4*H*-chromen-4-one

[*35212-22-7*]

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

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

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

本品は光により徐々に黄色となる.

確認試験

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

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

融点〈2.60〉　116～119℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

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

（3）　類縁物質　本品30mgをアセトニトリル50mLに溶かす．この液5mLをとり，アセトニトリルを加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイプリフラボン以外のピークの面積は，標準溶液のイプリフラボンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のイプリフラボン以外のピークの合計面積は，標準溶液のイプリフラボンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイプリフラボンの

保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

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

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

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イプリフラボンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びイプリフラボン標準品を乾燥し，その約30mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に50mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイプリフラボンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イプリフラボン($C_{18}H_{16}O_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：イプリフラボン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フタル酸ジ－*n*－ブチルのアセトニトリル溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(3：2)

流量：イプリフラボンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，イプリフラボン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイプリフラボンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

イプリフラボン錠

Ipriflavone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイプリフラボン($C_{18}H_{16}O_3$：280.32)を含む．

製法 本品は「イプリフラボン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「イプリフラボン」11mgに対応する量をとり，メタノール100mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLにメタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長247～251nm及び297～301nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性 別に規定する．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イプリフラボン($C_{18}H_{16}O_3$)約30mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル30mLを加え，15分間激しく振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にイプリフラボン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「イプリフラボン」の定量法を準用する．

イプリフラボン($C_{18}H_{16}O_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：イプリフラボン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フタル酸ジ－*n*－ブチルのアセトニトリル溶液(1→100)

貯法

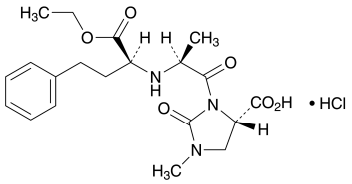
保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

イミダプリル塩酸塩

Imidapril Hydrochloride

塩酸イミダプリル



$C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl：441.91

(4*S*)-3-{(2*S*)-2-[(1*S*)-1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropylamino]propanoyl}-1-methyl-2-oxoimidazolidine-4-carboxylic acid monohydrochloride

[*89396-94-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶である.

本品はメタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい.

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは約2である.

融点：約203℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)3mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－65.0～－69.0°(乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品25mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイミダプリルのピークに対する相対保持時間約0.45のピーク面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の2／5より大きくなく，試料溶液のイミダプリル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のイミダプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の1／2より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.7に調整する．この液600mLにメタノール400mLを加える.

流量：イミダプリルの保持時間が約8分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダプリルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たイミダプリルのピーク面積が，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（3）　残留溶媒　別に規定する.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水70mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝44.19mg $C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

イミダプリル塩酸塩錠

Imidapril Hydrochloride Tablets

塩酸イミダプリル錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するイミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl：441.91)を含む.

製法　本品は「イミダプリル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「イミダプリル塩酸塩」25mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸イミダプリル25mgをエタノール(99.5)5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／

酢酸エチル／水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(16：16：7：2：2)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品を粉末とし，表示量に従い「イミダプリル塩酸塩」25mgに対応する量をとり，薄めたメタノール(2→5)40mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，薄めたメタノール(2→5)を加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(2→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイミダプリルのピークに対する相対保持時間約0.45のピーク面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積より大きくなく，相対保持時間約0.8のピーク面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の7／10より大きくなく，試料溶液のイミダプリル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のイミダプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の1.5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダプリルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(2→5)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たイミダプリルのピーク面積が，標準溶液のイミダプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2V／5mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1mL中にイミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)約0.1mgを含む液となるように薄めたメタノール(2→3)を加えて正確にV mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸イミダプリルを105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(2→5)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイミダプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：定量用塩酸イミダプリルの秤取量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にイミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)約2.8μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸イミダプリルを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイミダプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用塩酸イミダプリルの秤取量(mg)

C：1錠中のイミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミダプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イミダプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，薄めたメタノール(2→5)30mLを加え，更に内標準溶液5mLを正確に加えて10分間激しく振り混ぜた後，薄めたメタノール(2→5)を加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初め

のろ液2mLを除き，次のろ液5mLを量り，薄めたメタノール(2→5)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸イミダプリルを105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて溶かした後，薄めたメタノール(2→5)を加えて50mLとする．この液5mLを量り，薄めたメタノール(2→5)を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイミダプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イミダプリル塩酸塩($C_{20}H_{27}N_3O_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸イミダプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール(2→5)溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.7に調整する．この液600mLにメタノール400mLを加える．

流量：イミダプリルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミダプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

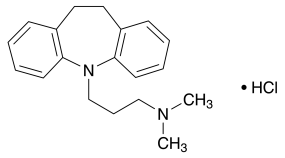
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイミダプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

イミプラミン塩酸塩

Imipramine Hydrochloride

塩酸イミプラミン



$C_{19}H_{24}N_2$・HCl：316.87

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*b*, *f*]azepin-5-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

[*113-52-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品5mgを硝酸2mLに溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品5mgを0.01mol/L塩酸試液250mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミプラミン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.05gを水5mLに溶かし，アンモニア試液1mLを加えて5分間放置した後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　170～174℃(分解)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mL，硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.4mL及び薄めた塩酸(1→40)6.2mLをそれぞれ正確に量り，混和する．この液0.5mLを正確に量り，水9.5mLを正確に加え，混和する．

（2）　イミノジベンジル　本品50mgを25mLの褐色のメスフラスコにとり，塩酸／エタノール(95)混液(1：1)10mLを加えて溶かし，氷水中で冷却しながら，フルフラールのエタノール(95)溶液(1→250)5mL及び塩酸5mLを加え，25℃で3時間放置する．次に塩酸／エタノール(95)混液(1：1)を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長565nmにおける吸光度は0.16以下である．

（3）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)／塩酸／水混液(11：7：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，水20mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液5mLを加え，クロロホルム20mLずつで3回抽出する．クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する．全クロ

ロホルム抽出液を合わせ，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メタニルイエロー試液10滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.69mg $C_{19}H_{24}N_2$・HCl

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

イミプラミン塩酸塩錠

Imipramine Hydrochloride Tablets
塩酸イミプラミン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するイミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl：316.87)を含む．

製法　本品は「イミプラミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「イミプラミン塩酸塩」0.25gに対応する量をとり，クロロホルム25mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「イミプラミン塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．
（2）　(1)の残留物から「イミプラミン塩酸塩」5mgに対応する量をとり，これを0.01mol/L塩酸試液250mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長249～253nmに吸収の極大を示し，270～280nmに吸収の肩を示す．
（3）　(1)の残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は170～174℃(分解)である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．
本品1個をとり，0.01mol/L塩酸試液40mLを正確に加え，超音波により粒子を小さく分散させた後，よく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にイミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)約20μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長251nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長330nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

イミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 4 / 125$

M_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にイミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)約10μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長250nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のイミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個をとり，0.01mol/L塩酸試液200mLを正確に加え，錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．この液を遠心分離した後，イミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)約25mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3mLずつを正確に量り，それぞれをpH5.6のフタル酸水素カリウム緩衝液15mL，ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液8mL及びクロロホルム30mLを入れた分液漏斗に加えて振り混ぜる．クロロホルム層は少量の脱脂綿を置いた漏斗を用いてろ過し，100mLのメスフラスコに入れる．更にクロロホルム30mLずつで2回同様の操作を繰り返し，クロロホルム層を先のメスフラスコに合わせ，クロロホルムを加えて100mLとする．これらの液につき，0.01mol/L塩酸試液3mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長416nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

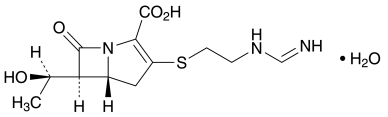
M_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

イミペネム水和物

Imipenem Hydrate

イミペネム



$C_{12}H_{17}N_3O_4S \cdot H_2O$：317.36

(5*R*,6*S*)-3-[2-(Formimidoylamino)ethylsulfanyl]-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid monohydrate

[*74431-23-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり980～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，イミペネム($C_{12}H_{17}N_3O_4S$：299.35)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のpH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミペネム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋89～＋94°(脱水物に換算したもの50mg，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをるつぼにとり，硝酸5mL及び硫酸1mLを加え，白煙が発生するまで，注意して加熱する．冷後，硝酸2mLずつを2回加えて加熱し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgをpH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイミペネムに対する相対保持時間約0.8のチエナマイシンのピーク面積は，標準溶液のイミペネムのピーク面積の1.4倍より大きくなく，試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外の各々のピークの面積は，標準溶液のイミペネムのピーク面積の1／3より大きくない．また，試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イミペネムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たイミペネムのピーク面積が，標準溶液のイミペネムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イミペネムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0～8.0%(20mg，電量滴定法，水分気化温度140℃)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本操作は試料溶液及び標準溶液調製後，30分以内に行う．本品及びイミペネム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイミペネムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

イミペネム($C_{12}H_{17}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：イミペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液／アセトニトリル混液(100：1)

流量：イミペネムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品50mg及びレソルシノール75mgをpH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンス

ルホン酸緩衝液50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミペネム，レソルシノールの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，イミペネムのピーク面積の相対標準偏差は0.80%以下である．

貯法　容器　密封容器．

注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム

Imipenem and Cilastatin Sodium for Injection

本品は用時溶解又は懸濁して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～115.0%に対応するイミペネム($C_{12}H_{17}N_3O_4S$：299.35)及びシラスタチン($C_{16}H_{26}N_2O_5S$：358.45)として表示量の93.0～115.0%に対応するシラスタチンナトリウム($C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43)を含む．

製法　本品は「イミペネム水和物」及び「シラスタチンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→100)1mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴中で5分間加熱するとき，液は紫色を呈する(シラスタチン)．

（２）　本品の水溶液(1→1000)2mLにpH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長296～300nmに吸収の極大を示す(イミペネム)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「イミペネム水和物」0.5g(力価)に対応する量を生理食塩液100mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である．ただし，筋肉内に投与する注射剤のpHは6.0～7.5である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「イミペネム水和物」0.5g(力価)に対応する量を生理食塩液100mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，減圧下，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値をTとする．

本品1個をとり，その内容物の全量を生理食塩液に溶かし，100mLとする．「イミペネム水和物」約25mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

イミペネム($C_{12}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_{TI} / A_{SI} \times 100 / V$

M_S：イミペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

シラスタチン($C_{16}H_{26}N_2O_5S$)の量(mg)

$= M_S \times A_{TC} / A_{SC} \times 100 / V \times 0.955$

M_S：脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラスタチンアンモニウムの秤取量(mg)

不溶性異物〈*6.06*〉　用時溶解して用いる注射剤は，第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　用時溶解して用いる注射剤は，第1法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．1個に対応する量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，正確に100mLとする．この液のイミペネム約25mg(力価)に対応する量を正確に量り，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にイミペネム標準品約25mg(力価)に対応する量及び定量用シラスタチンアンモニウム約25mgを精密に量り，生理食塩液10mLを加えて溶かし，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイミペネムのピーク面積A_{TI}及びA_{SI}，並びにシラスタチンのピーク面積A_{TC}及びA_{SC}を測定する．

イミペネム($C_{12}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]$= M_S \times A_{TI} / A_{SI}$

M_S：イミペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

シラスタチン($C_{16}H_{26}N_2O_5S$)の量(mg)

$= M_S \times A_{TC} / A_{SC} \times 0.955$

M_S：脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラスタチンアンモニウムの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸0.836g，1－ヘキサンスルホン酸ナトリウム1.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物50mgを水800mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

流量：イミペネムの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イミペネム，シラスタチンの順に溶出し，その分離度は2.0以上であり，イミペネム及びシラスタチンのピークのシンメトリー係数は2.0以下である．

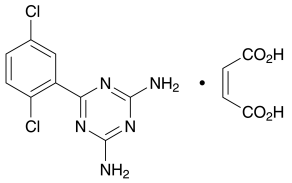
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イミペネム及びシラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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

イルソグラジンマレイン酸塩

Irsogladine Maleate

マレイン酸イルソグラジン



$C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$：372.16

6-(2,5-Dichlorophenyl)-1,3,5-triazine-2,4-diamine monomaleate

[*84504-69-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味はやや苦い．

本品は酢酸(100)又はエチレングリコールにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品20mgをメタノールに溶かし，20mLとする．この液2mLを量り，水を加えて20mLとする．更にこの液2mLを量り，水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品10mgを希塩酸1mL及び水4mLに溶かし，過マンガン酸カリウム試液3滴を加えるとき，試液の色は直ちに消える．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgをエチレングリコール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エチレングリコールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びイルソグラジン以外のピークの面積は，標準溶液のイルソグラジンのピーク面積の1／10より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸溶液(1→1000)／メタノール混液(4：1)

流量：イルソグラジンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイルソグラジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，エチレングリコールを加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たイルソグラジンのピーク面積が，標準溶液のイルソグラジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，イルソグラジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イルソグラジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)25mLに溶かし，無水酢酸25mLを加えた後，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L 過塩素酸1mL＝18.61mg $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　密閉容器．

イルソグラジンマレイン酸塩細粒

Irsogladine Maleate Fine Granules

マレイン酸イルソグラジン細粒

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$：372.16)を含む．

製法　本品は「イルソグラジンマレイン酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「イルソグラジンマレイン酸塩」2mgに対応する量をとり，メタノール5mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にマレイン酸イルソグラジン2mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ

ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に石油エーテル／アセトン／酢酸(100)混液(12：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，水2mLを加えた後，イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)1mg当たりメタノール2mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，1mL中にイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)約40μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長210nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品の表示量に従いイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)約4mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長210nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)約5mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，分散するまで振り混ぜた後，水5mLを加える．更にエチレングリコール25mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，エチレングリコールを加えて50mLとする．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，エチレングリコールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水5mL及びエチレングリコールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイルソグラジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→2500)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：25℃付近の一定温度
- 移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(750：250：3)
- 流量：イルソグラジンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性
- システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，イルソグラジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．
- システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイルソグラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

イルソグラジンマレイン酸塩錠

Irsogladine Maleate Tablets

マレイン酸イルソグラジン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$：372.16)を含む．

製法　本品は「イルソグラジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「イルソグラジンマレイン酸塩」2mgに対応する量をとり，メタノール5mLを

加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にマレイン酸イルソグラジン2mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に石油エーテル／アセトン／酢酸(100)混液(12：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2mLを加えた後，イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)1mg当たりメタノール2mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，1mL中にイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)約40μgを含む液となるように水を加え，正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長210nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)約2.2μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長210nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

C：1錠中のイルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)約5mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，分散するまで振り混ぜた後，水5mLを加える．更にエチレングリコール25mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，エチレングリコールを加えて50mLとする．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，エチレングリコールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水5mL及びエチレングリコールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイルソグラジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

イルソグラジンマレイン酸塩($C_9H_7Cl_2N_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(750：250：3)

流量：イルソグラジンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

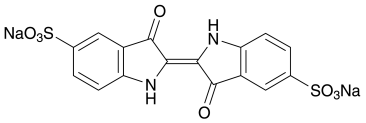
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，イルソグラジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイルソグラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

インジゴカルミン

Indigocarmine



$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$：466.35

Disodium 3,3′-dioxo-[$\Delta^{2,2'}$-biindoline]-5,5′-disulfonate

[*860-22-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，インジゴカルミン($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$)95.0%以上を含む.

性状　本品は青色～暗青色の粉末又は粒で，においはない.

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

本品は圧縮するとき，銅に似た色沢を呈する.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)は暗青色を呈する．この液を試料溶液とし，次の試験を行うとき，それぞれの液の暗青色は消える.

（i）　試料溶液2mLに硝酸1mLを加える.

（ii）　試料溶液2mLに臭素試液1mLを加える.

（iii）　試料溶液2mLに塩素試液1mLを加える.

（iv）　試料溶液2mLに水酸化ナトリウム試液2mL及び亜鉛粉末0.2gを加えて加温する.

（2）　本品0.1gを酢酸アンモニウム溶液(1→650)100mLに溶かす．この液1mLに酢酸アンモニウム溶液(1→650)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品1gを強熱して炭化し，冷後，残留物に水20mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である.

純度試験

（1）　水不溶物　本品1.00gに水200mLを加えて振り混ぜ，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が青色を呈しなくなるまで水で洗い，105℃で4時間乾燥するとき，その量は5.0mg以下である.

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.8gをケルダールフラスコに入れ，硫酸5mL及び硝酸5mLを加え，静かに加熱する．更に時々硝酸2～3mLずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して2～3mLとする．冷後，水を加えて10mLとし，この液5mLを検液とし，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　28～38%(乾燥後，1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酒石酸水素ナトリウム一水和物15g及び水200mLを加えて溶かし，二酸化炭素を通じながら煮沸し，熱時0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の青色が黄色～だいだい色に変わるときとする.

0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液1mL＝23.32mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

インジゴカルミン注射液

Indigocarmine Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するインジゴカルミン($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$：466.35)を含む.

製法　本品は「インジゴカルミン」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は暗青色の液である.

pH：3.0～5.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02gに対応する容量をとり，硝酸1mLを加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる.

（2）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02gに対応する容量をとり，臭素試液1mLを加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる.

（3）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02gに対応する容量をとり，塩素試液1mLを加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる.

（4）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.01gに対応する容量をとり，酢酸アンモニウム溶液(1→650)を加えて1000mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長610～614nmに吸収の極大を示す.

エンドトキシン〈*4.01*〉　7.5EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第2法により試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のインジゴカルミン($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$)約0.2gに対応する容量を正確に量り，酒石酸水素ナトリウム一水和物6g及び水を加えて溶かし200mLとし，二酸化炭素を通じながら煮沸し，以下「インジゴカルミン」の定量法を準用する.

0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液1mL＝23.32mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる.

ヒトインスリン（遺伝子組換え）

Insulin Human (Genetical Recombination)

インスリン(ヒト)(遺伝子組換え)

```
GIVEQCCTSI CSLYQLENYCN
FVNQHLCGSH LVEALYLVCG ERGFFYTPLT
```

$C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$：5807.57

[*11061-68-0*]

本品は遺伝子組換え技術を用いて製造されたもので，血糖を降下させる作用がある．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，1mg当たり27.5インスリン単位以上を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は0.01mol/L塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品適量を精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，1mL中に2.0mgを含むように調製する．この液500μLを清浄な試験管にとり，pH7.5のヘペス緩衝液2.0mL及びV8プロテアーゼ酵素試液400μLを加え，25℃で6時間反応した後，硫酸アンモニウム緩衝液2.9mLを加えて反応を停止し，試料溶液とする．別にヒトインスリン標準品を同様の方法で操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られたクロマトグラムにつき，溶媒ピークの直後に溶出するピーク及びその後に順次溶出するこれより明らかにピーク高さの大きい3本のピークを比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：A液－水／硫酸アンモニウム緩衝液／アセトニトリル混液(7：2：1)

B液－水／アセトニトリル／硫酸アンモニウム緩衝液混液(2：2：1)

試料注入後60分間にA液／B液混液(9：1)からA液／B液混液(3：7)となるように直線的勾配で移動相B液の割合を増加させながら送液し，次の5分間でB液100％となるように直線的勾配でB液の割合を増加させ，更にその後5分間はB液を送液する．

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，溶媒ピーク直後に溶出するピークの後に溶出する，これより大きな最初の2つのピークのシンメトリー係数はそれぞれ1.5以下であり，両者のピークの分離度は3.4以上である．

純度試験

（1）　類縁物質　本操作は，速やかに行う．本品7.5mgを0.01mol/L塩酸試液2mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．別に，0.01mol/L塩酸試液20μLにつき，同様に試験を行い，溶媒由来のピークを確認する．試料溶液の各々のピーク面積を測定し，ヒトインスリンのピーク面積A_I，ヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約1.3のデスアミド体のピーク面積A_D及び溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積A_Tを求めるとき，デスアミド体の量及びデスアミド体以外の類縁物質の量は，それぞれ2.0％以下である．

デスアミド体の量(%)＝A_D／A_T × 100

デスアミド体以外の類縁物質の量(%)

＝[{A_T－(A_I＋A_D)}／A_T] × 100

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：A液－pH2.3のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(41：9)

B液－pH2.3のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)

試料注入前及び試料注入後36分間はA液／B液混液(78：22)を送液する．次の25分間はA液／B液混液(33：67)となるようにB液の割合を直線的勾配で増加しながら送液し，更に次の6分間はA液／B液混液(33：67)を送液する．次の15分間はA液／B液混液(78：22)を送液する．なお，ヒトインスリンの保持時間が約25分になるように試料注入前のA液／B液混液の混合比を調整する．

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：試料注入直後から約75分間の範囲

システム適合性

検出の確認：ヒトインスリンデスアミド体含有試液20μLから得たデスアミド体のピーク高さがフルスケールの30～70％になることを確認する．

システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒトインスリン，ヒトインスリンデスアミド体の順に溶出し，その分離度は2.0以上で，ヒトインスリンのピークのシンメトリー係数は1.8以下である．

（2）　高分子たん白質　本品4mgを0.01mol/L塩酸試液1mLに溶かし，この液100μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．この液の各々のピーク面積を測定するとき，ヒトインスリンのピークよりも保持時間の小さいピークの合計面積は，全面積の1.0％以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：276nm)

カラム：内径7.5mm，長さ30cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：L－アルギニン溶液(1→1000)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(13：4：3)
流量：ヒトインスリンの保持時間が約20分になるように調整する．
面積測定範囲：ヒトインスリンの単量体のピークまでの範囲

システム適合性
検出の確認：ヒトインスリン二量体含有試液100μLから得た二量体のピーク高さがフルスケールの10～50%になることを確認する．
システムの性能：ヒトインスリン二量体含有試液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，多量体，二量体，単量体の順に溶出し，二量体のピーク高さH_1及び二量体と単量体のピーク間の谷の高さH_2を測定するとき，H_1／H_2が2.0以上である．

（3） その他の目的物質関連不純物　別に規定する．
（4） 工程由来不純物　別に規定する．

亜鉛含量　本品約50mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとし，必要ならば，更に0.01mol/L塩酸試液を加えて，1mL中に亜鉛(Zn：65.38)0.4～1.6μgを含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて1mL中に亜鉛(Zn：65.38)0.40μg，0.80μg，1.20μg及び1.60μgを含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛(Zn：65.38)を定量するとき，換算した乾燥物に対し1.0%以下である．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9nm

乾燥減量〈2.41〉　10.0%以下(0.2g，105℃，24時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　10EU/mg未満．

定量法　本操作は，速やかに行う．本品約7.5mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に5mLとし，試料溶液とする．別に，ヒトインスリン標準品適量を精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，表示単位に従い1mL中にヒトインスリン約40インスリン単位を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のヒトインスリンのピーク面積A_{TI}及びヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約1.3のデスアミド体のピーク面積A_{TD}，並びに標準溶液のヒトインスリンのピーク面積A_{SI}及びデスアミド体のピーク面積A_{SD}を測定する．

ヒトインスリン($C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$)の量(インスリン単位/mg)
$= (M_S \times F) / D \times (A_{TI} + A_{TD}) / (A_{SI} + A_{SD}) \times 5 / M_T$

F：ヒトインスリン標準品の表示単位(インスリン単位/mg)
D：ヒトインスリン標準品の溶解に用いた0.01mol/L塩酸試液の量(mL)
M_T：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)
M_S：ヒトインスリン標準品の秤取量(mg)

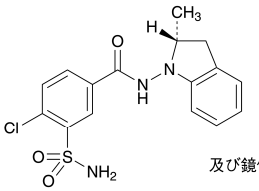
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：pH2.3のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：1)．なお，ヒトインスリンの保持時間が10～17分になるように移動相組成の混合比を調整する．
流量：毎分1.0mL

システム適合性
システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒトインスリン，デスアミド体の順に溶出し，その分離度が2.0以上で，ヒトインスリンのピークのシンメトリー係数が1.8以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヒトインスリンのピーク面積の相対標準偏差は1.6%以下である．

貯法
保存条件　遮光して，－20℃以下で保存する．
容器　気密容器．

インダパミド

Indapamide



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$：365.83
4-Chloro-*N*-[(2*RS*)-2-methyl-2,3-dihydro-1*H*-indol-1-yl]-3-sulfamoylbenzamide
[*26807-65-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，インダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．
本品のエタノール(99.5)溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験
（1） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，

本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインダパミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　167～171℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品1.5gに水50mLを加えて15分間振り混ぜた後，氷水中で30分間放置し，ろ過する．ろ液30mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.01%以下).

（2） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） 類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをエタノール(99.5)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちに酢酸エチル／シクロヘキサン／酢酸(100)混液(100：80：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た各類縁物質のスポットの濃さを標準溶液(1)及び標準溶液(2)と比較して各類縁物質の量を求めるとき，その合計は2.0%以下である．

（4） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　3.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，110℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びインダパミド標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを水／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液2mLずつを正確に加え，更に水／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインダパミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

インダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの水／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(3→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：287nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル／メタノール混液(6：3：1)

流量：インダパミドの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，インダパミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインダパミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

インダパミド錠

Indapamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～103.0%に対応するインダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$：365.83)を含む．

製法　本品は「インダパミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「インダパミド」10mgに対応する量をとり，酢酸エチル5mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にインダパミド標準品10mgを酢酸エチル5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちに酢酸エチル／シクロヘキサン／酢酸(100)混液(100：80：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内標準溶液V／10 mLを正確に加え，1mL中にインダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)約0.1mgを含む液となるように水／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えてV mLとし，振り混ぜて崩壊させた後，10分間超音波処理する．更に10分間振り混ぜ，遠心分離した後，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

インダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$

M_S：乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの水／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(3→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，1mg錠の45分間の溶出率及び2mg錠の90分間の溶出率は，それぞれ70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にインダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)約1.1μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にインダパミド標準品(別途「インダパミド」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，インダパミドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

インダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のインダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)の表示量(mg)

試験条件
「インダパミド」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，インダパミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，インダパミドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本品20個をとり，水／エタノール(99.5)混液(1：1)80mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，10分間超音波処理する．更に10分間振り混ぜた後，水／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．インダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)約2mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に水／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて20mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にインダパミド標準品(別途「インダパミド」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし正確に100mLとする．この液10mLを正確にとり，内標準溶液2mLを正確に加え，更に水／エタノール(99.5)混液(1：1)を加え，20mLとし，標準溶液とする．以下「インダパミド」の定量法を準用する．

インダパミド($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$

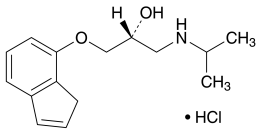
M_S：乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの水／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(3→1000)

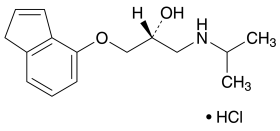
貯法　容器　気密容器．

インデノロール塩酸塩

Indenolol Hydrochloride
塩酸インデノロール



及び鏡像異性体



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$：283.79
(2*RS*)-1-(3*H*-Inden-4-yloxy)-
3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride
(2*RS*)-1-(3*H*-Inden-7-yloxy)-
3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride
[*68906-88-7*]

本品は，(2*RS*)－1－(3*H*－インデン－4－イルオキシ)－3－(1－メチルエチル)アミノプロパン－2－オール一塩酸塩と(2*RS*)－1－(3*H*－インデン－7－イルオキシ)－3－(1－メチルエチル)アミノプロパン－2－オール一塩酸塩の混合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，インデノロール塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)又はクロロホルムにやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，酢酸エチルに極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品0.1gに希塩酸1～2滴及び水5mLを加えて溶かし，ライネッケ塩試液1mLを加えるとき，赤紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと

本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(250nm)：330～340(乾燥後，10mg，水，1000mL).

融点〈2.60〉　140～143℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(70：15：2)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

異性体比　本品5mgを酢酸エチル／ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸混液(9：1)1.0mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．保持時間16分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$は0.6～0.7である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約2mm，長さ約2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用65%フェニルーメチルシリコーンポリマーを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に2%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：150～170℃の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：インデノロール塩酸塩の2つのピークのうち，先に流出するピークの保持時間が約16分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，2つのピークの分離度が1.1以上のものを用いる．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴).ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.38mg $C_{15}H_{21}NO_2$・HCl

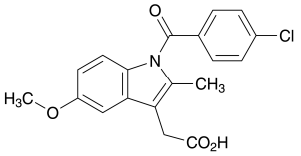
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

インドメタシン

Indometacin



$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79

[1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1*H*-indol-3-yl]acetic acid

[*53-86-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の微細な結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって着色する．

融点：155～162℃

確認試験

（１）　本品2mgをメタノール100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインドメタシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したインドメタシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれをジエチルエーテルから再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（３）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（１）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，5分間振り混ぜてろ過し，ろ液に0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に無水ジエチルエーテル／酢酸(100)混液(100：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，メタノール60mLに溶かし，水30mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝35.78mg $C_{19}H_{16}ClNO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

インドメタシンカプセル

Indometacin Capsules

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するインドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79)を含む.

製法 本品は「インドメタシン」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験 本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「インドメタシン」0.1gに対応する量をとり，クロロホルム20mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をろ過する．ろ液を蒸発乾固し，冷後，メタノール20mLを加えて溶かす．その液10mLにメタノールを加えて50mLとする．この液2mLにメタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長317～321nmに吸収の極大を示す.

純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「インドメタシン」0.10gに対応する量をとり，メタノール10mLを正確に加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品25mgをとり，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．以下「インドメタシン」の純度試験(4)を準用する.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，内容物を取り出し，1mL中にインドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)約1mgを含む液となるようにメタノールに溶かし，正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する.

インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：インドメタシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水／pH7.2のリン酸塩緩衝液混液(4：1)900mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は75%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にインドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)約28μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を105℃で4時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長320nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：インドメタシン標準品の秤取量(mg)

C：1カプセル中のインドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を注意して取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)約50mgに対応する量を精密に量り，メタノール40mLに溶かし，更にメタノールを加えて正確に50mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：インドメタシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めたリン酸(1→1000)混液(7：3)

流量：インドメタシンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：4－クロロ安息香酸50mg，パラオキシ安息香酸ブチル30mg及びインドメタシン50mgをメタノール50mLに溶かす．この液5mLに移動相を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－クロロ安息香酸，パラオキシ安息香酸ブチル，インドメタシンの順に溶出し，4－クロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は2.0以上，パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシンの分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

インドメタシン坐剤

Indometacin Suppositories

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するインドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79)を含む．

製法　本品は「インドメタシン」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「インドメタシン」0.05gに対応する量をとり，メタノール20mLを加え，加温して溶かし，メタノールを加えて50mLとし，必要ならばろ過し，この液2mLにメタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長317～321nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，メタノール／酢酸(100)混液(200：1)80mLを加え，加温して溶かし，メタノール／酢酸(100)混液(200：1)を加えて正確に100mLとする．この液のインドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)約2mgに対応する容量V mLを正確に量り，メタノール／酢酸(100)混液(200：1)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を105℃で4時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，メタノール／酢酸(100)混液(200：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，メタノール／酢酸(100)混液(200：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長320nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 2 / V$

M_S：インドメタシン標準品の秤取量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)約50mgに対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン40mLを加え，40℃に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に50mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとする．この液を30分間放置し，孔径0.5μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

インドメタシン($C_{19}H_{16}ClNO_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：インドメタシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めたリン酸(1→1000)混液(7：3)

流量：インドメタシンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：4－クロロ安息香酸50mg，パラオキシ安息香酸ブチル30mg及びインドメタシン50mgをメタノール50mLに溶かす．この液5mLに移動相を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－クロロ安息香酸，パラオキシ安息香酸ブチル，インドメタシンの順に溶出し，4－クロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は2.0以上，パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシンの分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　密閉容器．

インフルエンザHAワクチン

Influenza HA Vaccine

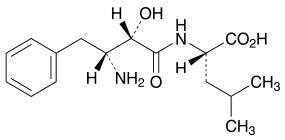
本品はインフルエンザウイルスのヘムアグルチニンを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のインフルエンザHAワクチンの条に適合する．

性状　本品は澄明又はわずかに白濁した液である．

ウベニメクス

Ubenimex



$C_{16}H_{24}N_2O_4$：308.37

(2*S*)-2-[(2*S*,3*R*)-3-Amino-2-hydroxy-4-phenylbutanoylamino]-4-methylpentanoic acid

[*58970-76-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は1mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約230℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15.5～－17.5°(乾燥後，0.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品30mgを移動相A10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のウベニメクス以外のピークの面積は，標準溶液のウベニメクスのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のウベニメクス以外のピークの合計面積は，標準溶液のウベニメクスのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めた0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液(13→20)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(17：3)

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／薄めた0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液(13→20)混液(2：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 20	100	0
20 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 70	0	100

流量：ウベニメクスの保持時間が約14分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からウベニメクスの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たウベニメクスのピーク面積が，標準溶液のウベニメクスのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウベニメクスのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ウベニメクスのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，80℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.84mg $C_{16}H_{24}N_2O_4$

貯法　容器　気密容器．

ウベニメクスカプセル

Ubenimex Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$：308.37)を含む．

製法　本品は「ウベニメクス」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ウベニメクス」25mgに対応する量をとり，水を加えて50mLとし，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長250～254nm，255～259nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル混液(7：3)30mLを加え，30分間よく振り混ぜた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液のウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)約3mgに対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ウベニメクスを80℃で4時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に100mLとする．この液15mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するウベニメクスのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 15 / 2$

M_S：定量用ウベニメクスの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→2000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システムの適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウベニメクス，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するウベニメクスのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)約11μgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ウベニメクスを80℃で4時間減圧乾燥し，その約22mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，ウベニメクスのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用ウベニメクスの秤取量(mg)

C：1カプセル中のウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウベニメクスのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ウベニメクスのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品10個をとり，水／アセトニトリル混液(7：3)140mLを加え，30分間よく振り混ぜた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液のウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)約7.5mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ウベニメクスを80℃で4時間減圧乾燥し，その約30mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するウベニメクスのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ウベニメクス($C_{16}H_{24}N_2O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 4$

M_S：定量用ウベニメクスの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：200nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→100)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(83：17)

流量：ウベニメクスの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

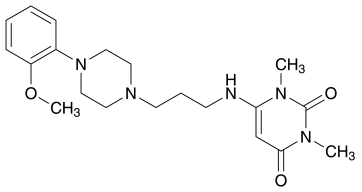
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウベニメクス，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するウベニメクスのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ウラピジル

Urapidil



$C_{20}H_{29}N_5O_3$：387.48

6-{3-[4-(2-Methoxyphenyl)piperazin-1-yl]propylamino}-1,3-dimethyluracil

[*34661-75-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ウラピジル($C_{20}H_{29}N_5O_3$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は苦い．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

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

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

融点〈*2.60*〉　156～161℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品3.0gをアセトン40mL及び希硝酸6mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLにアセトン40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.003%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品40mgをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(22：13：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，1個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約70mgを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝12.92mg $C_{20}H_{29}N_5O_3$

貯法　容器　気密容器．

ウリナスタチン

Ulinastatin

本品はヒト尿から分離精製して得たトリプシン阻害活性を有する糖たん白質を含む液である．

本品は定量するとき，1mL中45000単位以上のウリナスタチンを含み，たん白質1mg当たり2500単位以上を含む．

性状　本品は淡褐色～褐色の澄明な液である．

確認試験

（1）　本品の適量に水を加え，1mL中に4000単位を含むように調製した液1mLに，フェノール溶液(1→20)1mLを加え，更に注意しながら硫酸5mLを加えて振り混ぜるとき，液はだいだい色～赤だいだい色を呈する．

（2）　本品の適量に水を加え，1mL中に2000単位を含むように調製した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の適量にpH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，1mL中に500単位を含むように調製し，試料溶液とする．別にpH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液をとり，対照液とする．試料溶液及び対照液それぞれ0.1mLをとり，これにpH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液1.6mLを加え，更にウリナスタチン試験用トリプシン試液0.2mLを加えて振り混ぜた後，25℃の水浴中で1分間放置する．この液に*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド試液1mLを加えて振り混ぜ，更に25℃の水浴中で2分間放置するとき，試料溶液は無色，対照液は黄色を呈する．

（4）　カンテン末1.5gにpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム

緩衝液100mLを加え，水浴中で加熱して溶かし，直ちに水平な台の上に置いたガラスシャーレにカンテン層が約2mmの厚さになるように注ぐ．カンテン溶液が固まった後，6mmの間隔で直径約2.5mmの穴を2個(穴A，穴B)あける．

本品の適量にpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液を加え，1mL中に500単位を含むように調製した液を穴Aに，抗ウリナスタチンウサギ血清を穴Bにそれぞれ10μLずつ入れ，カンテン板が乾燥しないようふたをして室温で一夜放置するとき，1本の明瞭な沈降線を生じる．

ｐＨ〈*2.54*〉　6.0～8.0

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり2500単位以上のウリナスタチンを含む．

（ｉ）　試料溶液　本品の表示量に従いウリナスタチン約10000単位に対応する量を正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．

（ii）　標準溶液　ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液に水を加え，1mL中にウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約18mm，長さ約130mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体1mL中の含量を計算する．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品10mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(1ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品の適量に水を加え，1mL中に12500単位を含むように調製し，試料原液とする．試料原液0.25mLを正確に量り，これにグリセリン0.2mL及び0.05%ブロモフェノールブルー試液0.05mLを正確に加えて混和し，試料溶液とする．別に，試料原液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液0.25mLを正確に量り，グリセリン0.2mL及び0.05%ブロモフェノールブルー試液0.05mLを正確に加えて混和し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の方法により試験を行うとき，試料溶液から得た主泳動帯以外の泳動帯は標準溶液から得た泳動帯より濃くない．

（ｉ）　ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液A　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール18.2gを水80mLに溶かし，6mol/L塩酸試液を加えてpH8.8に調整し，水を加えて100mLとする．

（ii）　ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液B　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6.0gを水80mLに溶かし，6mol/L塩酸試液を加えてpH8.8に調整し，水を加えて100mLとする．

（iii）　ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液C　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール3.0g及びグリシン14.4gを水に溶かし，1000mLとする．

（iv）　ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液　アクリルアミド30g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド0.8gを水に溶かし，100mLとする．

（ｖ）　分離用ゲル　ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液A15mL，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液20mL，水24.5mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.022mL，10%ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液0.32mL及び1mol/L亜硫酸ナトリウム試液0.3mLの割合の各液を加えて静かに振り混ぜ，ゲル作成用プレートに静かに注ぎ，その上に水を重層して1時間静置する．

（vi）　濃縮用ゲル　分離用ゲル上の水を除き，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液B2.5mL，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液2.66mL，水14.6mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.01mL，10%ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液0.2mL及び1mol/L亜硫酸ナトリウム試液0.04mLの割合の各液を加えて混合した液を，分離用ゲル上に加える．濃縮用ゲルの高さが約15mmになるようにプラスチックの溝枠を水平に取り付け，2時間静置する．

（vii）　操作法　泳動　スラブゲル電気泳動装置に調製したゲルを取り付け，上下の電極槽にそれぞれ必要量のポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液Cを入れる．マイクロシリンジを用いて標準溶液及び試料溶液10μLずつを濃縮用ゲルの溝に静かに注ぎ，下側を陽極として，電気泳動を行う．ブロモフェノールブルーの帯が分離用ゲルの下端から約10mmの位置に達したとき，電気泳動を終了させる．

染色　クーマシーブリリアントブルーR－250 2.0gをメタノール400mL及び酢酸(100)100mLに溶かし，更に水を加えて1000mLとし，染色液とする．ゲルを取り出し，40℃に加温した染色液に2時間浸して染色する．

脱色　メタノール100mL，酢酸(100)75mLに水を加えて1000mLとし，脱色液とする．染色液から取り出したゲルを，脱色液に浸して脱色する．

（３）　カリジノゲナーゼ　本品の適量に水を加え，1mL中に約50000単位を含むように調製し，試料溶液とする．試験管に試料溶液0.4mLを正確に入れ，pH8.2のトリス緩衝液0.5mLを正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2℃の恒温槽に入れる．5分後にカリジノゲナーゼ測定用基質試液(4)0.1mLを正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2℃の恒温槽に戻す．更に30分後，薄めた酢酸(100)(1→2)0.1mLを正確に加えて振り混ぜたものを酵素反応液とする．別の試験管に試料溶液0.4mLを正確に入れ，pH8.2のトリス緩衝液0.5mLを正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2℃の恒温槽に入れる．35分後に薄めた酢酸(100)(1→2)0.1mLを正確に加えて振り混ぜた後，更にカリジノゲナーゼ測定用基質試液(4)0.1mLを正確に加え振り混ぜたものをブランクとする．水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により酵素反応液及びブランクの波長405nmにおける吸光度を測定し，酵素反応液の吸光度とブランクの吸光度の差を求めるとき，0.050以下である．

分子量試験　本品の適量に移動相を加え，1mL中に約6500単位を含むように調製し，試料溶液とする．別に，γ－グロブリン(分子量：160000)，ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン(分子量：67000)及びミオグロビン(分子量：17000)をそれぞれ1.0mgずつ量り，移動相約1mLに溶かし，分子量標準品溶液とする．試料溶液及び分子量標準品溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．各分子量標準品の保持時間から，縦軸を分子量の対数，横軸を保持時間(分)とする検量線を作成する．これに本品の保持時間をあてて分子量を求めるとき，分子量は67000±5000である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径約7mm，長さ約60cmのステンレス管に10～12μmの液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム16.33g及びエチレングリコール124.15gを水に溶かし，1000mLとする．必要ならば，リン酸を加えてpH4.0に調整する．

流量：ウシ血清アルブミンの保持時間が約36分になるように調整する．

カラムの選定：分子量標準品溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，γ－グロブリン，ウシ血清アルブミン及びミオグロビンの順に溶出し，γ－グロブリンとウシ血清アルブミン，ウシ血清アルブミンとミオグロビンのそれぞれの分離度が1.5以上のものを用いる．

抗原性試験　本品の適量に生理食塩液を加え，1mL中に15000単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重250～300gの栄養状態のよい健康なモルモット4匹を用い，第1日目，第3日目及び第5日目に試料溶液0.10mLずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清0.10mLを腹腔内に注射する．第15日目に2匹，第22日目に残りの2匹に，試料溶液を注射したモルモットには試料溶液0.20mLを静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットには馬血清0.20mLを静脈内に注射する．

注射後30分間及び24時間の呼吸困難，虚脱及び致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの4匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3匹以上が死亡する．

毒性試験　体重18～25gの栄養状態のよい健康なマウス5匹を使用し，それぞれに本品0.50mLを尾静脈内に注射するとき，注射後48時間以内にいずれも死亡しない．注射後48時間以内に死亡したものがあるときは，更にいまだ試験に使用していない体重19～21gのマウス5匹につき，試験を繰り返す．48時間以内にそのいずれもが生存する．

定量法　本品の適量を正確にとり，表示量に従い1mL中に約150単位を含むようにpH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，試料溶液とする．ウリナスタチン標準品にpH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，その1mL中にウリナスタチンとして正確に300，200，100，50及び0単位を含むように調製し，それぞれ標準溶液とする．pH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液及び*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド試液は，25±1℃の恒温槽であらかじめ温めておく．試験管に各標準溶液及び試料溶液0.1mLずつを正確にとり，それぞれにpH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液1.6mLを正確に加えて振り混ぜ，25±1℃の恒温槽に入れる．pH7.8の2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて1分後に，氷冷してあるウリナスタチン試験用トリプシン試液0.2mLを正確に加えて振り混ぜ，再び恒温槽に戻す．更に1分後，*N*－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－ニトロアニリド試液1mLを正確に加えて振り混ぜ，恒温槽に入れ反応させる．2分後に酢酸(100)(1→2)0.1mLを正確に加えて反応を停止させ，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長405nmにおける吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度をもとに作成した検量線に試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のウリナスタチンの単位を求める．

貯法

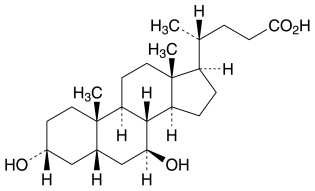
保存条件　－20℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ウルソデオキシコール酸

Ursodeoxycholic Acid

ウルソデスオキシコール酸



$C_{24}H_{40}O_4$：392.57

3α,7β-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid

[*128-13-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は粉末で，味は苦い．

本品はメタノール，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋59.0～＋62.0°(乾燥後，1g，エタノール(99.5)，25mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　200～204℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gを酢酸(100)20mLに溶かし，水を加えて200mLとし，10分間放置する．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mL

に酢酸(100)4mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（2） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） バリウム　本品2.0gに水100mL及び塩酸2mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が100mLになるまで水で洗う．この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない.

（4） 類縁物質　本品0.10gをとり，メタノール1mLに溶かし，アセトンを加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液1mL及び2mLを正確に量り，それぞれアセトンを加えて正確に20mLとし，標準溶液(A)及び標準溶液(B)とする．別に薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸50mgをとり，メタノール5mLに溶かし，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとし標準溶液(1)とする．更に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸25mgをとり，メタノール5mLに溶かし，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(A)及び標準溶液(B)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタン／エタノール(99.5)／酢酸エチル／酢酸(100)混液(10：6：3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．更に120℃で30分間乾燥後，直ちに，リンモリブデン酸*n*水和物5gをエタノール(99.5)約50mLに溶かして，硫酸5mLを滴下し，更にエタノール(99.5)を加えて100mLとした液を均等に噴霧し，120℃で3～5分間加熱するとき，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)及び標準溶液(2)のスポットより濃くなく，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(B)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(A)及び標準溶液(B)から得たスポットと比較して総量を求めるとき，0.25%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)40mL及び水20mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝39.26mg $C_{24}H_{40}O_4$

貯法　容器　密閉容器.

ウルソデオキシコール酸顆粒

Ursodeoxycholic Acid Granules

ウルソデスオキシコール酸顆粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$：392.57)を含む.

製法　本品は「ウルソデオキシコール酸」をとり，顆粒剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ウルソデオキシコール酸」20mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えて20分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液4mLをとり，減圧で留去する．残留物にアセトン4mLを加え，超音波処理により分散させた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にウルソデオキシコール酸10mgをアセトン5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタン／エタノール(99.5)／酢酸エチル／酢酸(100)混液(10：6：3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．更に120℃で30分間乾燥後，直ちにリンモリブデン酸*n*水和物のエタノール(99.5)溶液(1→5)を均等に噴霧し，120℃で3～5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し，それらのR_f値は等しい.

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である.

本品の表示量に従いウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約50mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ウルソデオキシコール酸を105℃で2時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 225$

M_S：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウルソデオキシコール酸のピークの理

論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品を粉末とし，ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ウルソデオキシコール酸を105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸エチルの薄めたメタノール(4→5)溶液(7→200000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウルソデオキシコール酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ウルソデオキシコール酸錠

Ursodeoxycholic Acid Tablets

ウルソデスオキシコール酸錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$：392.57)を含む．

製法　本品は「ウルソデオキシコール酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ウルソデオキシコール酸」20mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えて20分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液4mLをとり，減圧で留去する．残留物にアセトン4mLを加え，超音波処理により分散させた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にウルソデオキシコール酸10mgをアセトン5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタン／エタノール(99.5)／酢酸エチル／酢酸(100)混液(10：6：3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．更に120℃で30分間乾燥後，直ちにリンモリブデン酸n水和物のエタノール(99.5)溶液(1→5)を均等に噴霧し，120℃で3～5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約5mgを含む液となるように内標準溶液V mLを正確に加え，超音波処理により分散させ，更に10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸エチルの薄めたメタノール(4→5)溶液(7→200000)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，50mg錠の30分間の溶出率は80%以上であり，100mg錠の45分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ウルソデオキシコール酸を105℃で2時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 225$

M_S：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

C：1錠中のウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウルソデオキシコール酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ウルソデオキシコール酸を105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸エチルの薄めたメタノール(4→5)溶液(7→200000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ウルソデオキシコール酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ウロキナーゼ

Urokinase

[*9010-53-1*]

本品はヒト尿から得たもので，プラスミノーゲンを活性化する作用のある分子量約54000の酵素である．

本品は適当な緩衝液を溶媒とした液である．

本品は定量するとき，1mL中60000単位以上を含み，たん白質1mg当たり120000単位以上を含む．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品のpHは5.5～7.5である．

確認試験

（1）　フィブリノーゲン0.07gをpH7.4のリン酸塩緩衝液10mLに溶かす．この液に，トロンビンを生理食塩液に溶かして1mL中に10単位を含むように調製した液1mLを加えて混和し，内径約90mmのシャーレに入れ，液が凝固するまで水平に静置する．この表面に，本品にゼラチン・トリス緩衝液を加えて1mL中に100単位を含むように調製した液10μLを滴加し，一夜静置するとき，溶解円を生じる．

（2）　カンテン末1.0gをpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液100mLに加温して溶かし，シャーレに液の深さが約2mmになるように入れる．冷後，直径2.5mmの2個の穴を6mmの間隔で作る．それぞれの穴に，本品に生理食塩液を加えて1mL中に30000単位を含むように調製した液10μL及び抗ウロキナーゼ血清10μLを別々に入れ，一夜静置するとき，明瞭な沈降線を生じる．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　血液型物質　本品に生理食塩液を加えて1mL中に12000単位を含むように調製し，試料溶液とする．抗A血液型判定用抗体に生理食塩液を加え，それぞれ32倍，64倍，128倍，256倍，512倍及び1024倍に薄め，V字型96穴マイクロプレートの第1列及び第2列の6穴に，それぞれ25μLずつを別々に入れる．次に第1列の6穴に試料溶液25μLずつを加え，第2列の6穴に生理食塩液25μLずつを加える．振り混ぜて30分間放置した後，更に各穴にA型赤血球浮遊液50μLずつを加えて振り混ぜ，2時間静置する．両列の赤血球の凝集を比較するとき，凝集を示す穴の抗A抗体の希釈倍数は等しい．

抗B血液型判定用抗体及びB型赤血球浮遊液を用いて同様の試験を行う．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1mL中に12000単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約350gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使用し，1匹当たり試料溶液5.0mLずつを腹腔内に注射し，7日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

高分子量ウロキナーゼ　本品にゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位を含むように調製し，試料溶液とする．試料溶液100μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．保持時間35分付近に近接し

て現れる2つのピークのうち，保持時間の小さいほうのピーク面積A_a及び保持時間の大きいほうのピーク面積A_bを自動面積積分法により測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$は0.85以上である．

操作条件

装置：移動相送液用ポンプ，試料導入部，カラム，反応試薬送液用ポンプ，反応コイル，反応槽，蛍光光度計及び記録装置を用い，カラムの移動相出口に3方管を付け，反応試薬送液用ポンプ及び反応コイルに連結し，反応コイル出口を蛍光光度計に連結する．

検出器：蛍光光度計(励起波長：365nm，蛍光波長：460nm)

カラム：内径約7.5mm，長さ約60cmのステンレス管に充てん剤として10～12μmの液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

反応コイル：内径0.25mm，長さ150cmのステンレス管

反応コイル温度：37℃

移動相：ゼラチン・リン酸塩緩衝液

移動相流量：毎分0.5mL

反応試薬：7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－4－メチルクマリン試液

反応試薬流量：毎分0.75mL

カラムの選定：本品に水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.5に調整した後，37℃で24時間以上放置する．これにゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20000単位を含むように調製する．この液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，分子量54000の高分子量ウロキナーゼ，分子量33000の低分子量ウロキナーゼの順に溶出し，その分離度が1.0以上のものを用いる．

定量法

（1） ウロキナーゼ　本品1mLを正確に量り，ゼラチン・トリス緩衝液を加えて1mL中に約30単位を含むように正確に薄め，試料溶液とする．高分子量ウロキナーゼ標準品1アンプルの全量にゼラチン・トリス緩衝液2mLを正確に加えて溶かし，その1mLを正確に量り，ゼラチン・トリス緩衝液を加えて1mL中に約30単位を含むように正確に薄め，標準溶液とする．L－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩試液1.0mLずつを，内径約10mmのシリコーンコート処理した試験管2本に入れ，35±0.2℃の水浴中で5分間加温した後，試料溶液及び標準溶液0.50mLを別々に加え，35±0.2℃で正確に30分加温し，薄めた酢酸(100)(2→5)0.50mLずつを加える．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長405nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．別にL－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩試液1.0mLずつを試験管2本に入れ，薄めた酢酸(100)(2→5)0.50mLずつを加えた後，試料溶液及び標準溶液0.50mLを別々に加える．これらの液につき，水を対照とし，同様に波長405nmにおける吸光度A_{T0}及びA_{S0}を測定する．

ウロキナーゼの量(単位)$=(A_T-A_{T0})/(A_S-A_{S0})\times a\times b$

a：標準溶液1mL中のウロキナーゼの量(単位)

b：試料溶液を製したときの全容量(mL)

（2） たん白質　本品のたん白質約15mgに相当する容量を正確に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005mol/L硫酸1mL＝0.8754mgたん白質

貯法

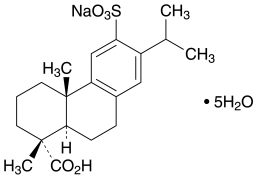
保存条件　－20℃以下で保存する．

容器　気密容器．

エカベトナトリウム水和物

Ecabet Sodium Hydrate

エカベトナトリウム



$C_{20}H_{27}NaO_5S\cdot 5H_2O$：492.56

(1*R*,4a*S*,10a*S*)-1,4a-Dimethyl-7-(1-methylethyl)-6-sodiosulfonato-1,2,3,4,4a,9,10,10a-octahydrophenanthrene-1-carboxylic acid pentahydrate

[*219773-47-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エカベトナトリウム($C_{20}H_{27}NaO_5S$：402.48)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は白色の結晶である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは約3.5である．

確認試験

（1） 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(3→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品1gを磁製るつぼにとり，炭化する．冷後，硝酸0.5mLを加え，徐々に加熱して灰化した後，残留物を水10mLに溶かした液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋69～＋76°(脱水物に換算したもの0.25g，メタノール，25mL，100mm)．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

下).

（2）　類縁物質　本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエカベト以外のピークの面積は，標準溶液のエカベトのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH3.0に調整する．この液730mLにアセトニトリル270mLを加える．

流量：エカベトの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエカベトの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エカベトのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エカベトのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　17.3～19.2%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約1.2gを精密に量り，メタノール30mLに溶かし，水30mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液4滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{20}H_{27}NaO_5S$

貯法　容器　密閉容器.

エカベトナトリウム顆粒

Ecabet Sodium Granules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するエカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$：492.56)を含む.

製法　本品は「エカベトナトリウム水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する.

確認試験　本品の表示量に従い「エカベトナトリウム水和物」50mgに対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液25mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液3mLをとり，希水酸化ナトリウム試液を加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nm及び278～282nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，希水酸化ナトリウム試液70mLを加え，時々振り混ぜながら，5分間超音波処理を行った後，1mL中にエカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$)約10mgを含む液となるように希水酸化ナトリウム試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用エカベトナトリウム水和物(別途「エカベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液2mLに溶かした後，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長271nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

エカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2 \times 1.224$

M_S：脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物の秤取量(mg)

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

本品の表示量に従い「エカベトナトリウム水和物」約1gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用エカベトナトリウム水和物(別途「エカベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，メタノール1mLに溶かした後，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長271nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

エカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 4500 \times 1.224$

M_S：脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のエカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$)の表示量(mg)

定量法　本品のエカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$)約30mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)25mLを加えて20分間激しく振り混ぜ，孔径0.45μm以下のメンブランフィ

ルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液3mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用エカベトナトリウム水和物(別途「エカベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，30mLとする．この液3mLを量り，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエカベトのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エカベトナトリウム水和物($C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.224$

M_S：脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール(1→2)溶液(3→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH3.0に調整する．この液730mLにアセトニトリル270mLを加える．

流量：エカベトの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エカベト，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエカベトのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

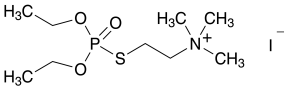
貯法　容器　密閉容器．

エコチオパートヨウ化物

Ecothiopate Iodide

ヨウ化エコチオパート

ヨウ化エコチオフェイト



$C_9H_{23}INO_3PS$：383.23

2-(Diethoxyphosphorylsulfanyl)-*N,N,N*-trimethylethylaminium iodide

[*513-10-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，エコチオパートヨウ化物($C_9H_{23}INO_3PS$)95.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品0.1gを水2mLに溶かし，硝酸1mLを加えるとき，褐色の沈殿を生じる．また，この沈殿を含む混濁液1滴をとり，ヘキサン1mLを加えて振り混ぜるとき，ヘキサン層は淡赤色を呈する．

（２）　(1)で得られた沈殿を含む混濁液を無色になるまで加熱し，冷後，水10mLを加え，試料溶液とする．試料溶液2mLはリン酸塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

（３）　(2)で得られた試料溶液2mLは硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを水40mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

融点〈2.60〉　116～122℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをケルダールフラスコに入れ，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱する．これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて，液が無色となり，白煙が発生するまで加熱する．冷後，少量の水と共にネスラー管に移し，更に水を加えて約20mLとする．アンモニア水(28)及びアンモニア試液を加えてpH3.0～3.5に調整し，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，50℃，3時間)．

定量法　本品約0.125gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水30mLを加え，更にpH12のリン酸塩緩衝液10mLを正確に加え，栓をして25±3℃に20分間放置する．この液に酢酸(100)2mLをすばやく加えた後，0.002mol/Lヨウ素液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様な方法でpH12のリン酸塩緩衝液を加えずに試験を行い，補正する．

0.002mol/Lヨウ素液1mL＝1.533mg $C_9H_{23}INO_3PS$

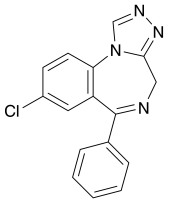
貯法

保存条件　遮光して，0℃以下で保存する．

容器　気密容器．

エスタゾラム

Estazolam



$C_{16}H_{11}ClN_4$：294.74

8-Chloro-6-phenyl-4*H*-

[1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]benzodiazepine

[*29975-16-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エスタゾラム($C_{16}H_{11}ClN_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸3mLに溶かし，この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　229～233℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gにエタノール(95)10mLを加え，加熱して溶かし，水40mLを加え，氷水中で振り混ぜながら冷却した後，常温になるまで放置し，ろ過する．ろ液30mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01mol/L塩酸0.25mL及びエタノール(95)6mLを加える(0.015%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／クロロホルム／メタノール混液(5：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，無水酢酸100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

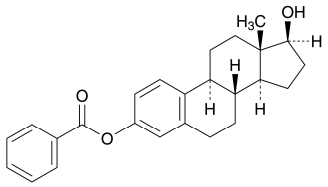
0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.74mg $C_{16}H_{11}ClN_4$

貯法　容器　密閉容器．

エストラジオール安息香酸エステル

Estradiol Benzoate

安息香酸エストラジオール



$C_{25}H_{28}O_3$：376.49

Estra-1,3,5(10)-triene-3,17β-diol 3-benzoate

[*50-50-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は帯黄緑色を呈し，青色の蛍光を発する．この液に注意して水2mLを追加するとき，うすいだいだい色に変わる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストラジオール安息香酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋54～＋58°(乾燥後，0.1g，アセトン，10mL，100mm)．

融点〈2.60〉　191～198℃

純度試験

（1）　3,17α－エストラジオール　本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品5.0mgずつをとり，それぞれをアセトンに溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを共栓試験管に正確に量り，沸騰石を入れ，水浴中で加熱してアセトンを蒸発し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で1時間乾燥する．それぞれに希鉄・フェノール試液1.0mLを加え，ゆるく栓をして水浴中で30秒間加熱した後，水浴中で数秒間振り動かし，更に2分間加熱する．次に2分間氷冷した後，薄めた硫酸(7→20)4.0mLを加え，よく混和するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（2）　類縁物質　本品40mgをアセトン2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.1g)．

定量法　本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液(13→80000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(7：3)

流量：エストラジオール安息香酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エストラジオール安息香酸エステルの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エストラジオール安息香酸エステル注射液

Estradiol Benzoate Injection

安息香酸エストラジオール注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$：376.49)を含む．

製法　本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は澄明な油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エステル」1mgに対応する容量をとり，クロロホルムを加えて5mLとし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品1mgをクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタンを展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．更にクロロホルム／メタノール混液(99：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これらに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のエストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$)約10mgに対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，薄めたメタノール(9→10)を飽和したヘキサン30mLを加え，ヘキサンを飽和した薄めたメタノール(9→10)15mLずつで5回抽出する．抽出液は薄めたメタノール(9→10)10mLで洗ったろ紙を用いてろ過し，ろ液にメタノールを加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれ遮光した20mLのメスフラスコに入れ，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物をメタノール1mLに溶かし，更にホウ

酸・メタノール緩衝液10mLを加えて振り混ぜた後，還流冷却器を付けて30分間煮沸する．冷後，ホウ酸・メタノール緩衝液5mLを加え，振り混ぜた後，氷冷する．それぞれの液に氷冷したジアゾ試液2mLを速やかに加え，激しく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，更に水を加えて20mLとし，振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液につき，メタノール2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．層長4cmのセルを用い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長490nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2/5$

M_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密封容器.

エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液

Estradiol Benzoate Injection (Aqueous Suspension)
安息香酸エストラジオール水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$：376.49)を含む．

製法　本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり，注射液の製法により製する．

性状　本品は振り混ぜるとき，白濁する．

確認試験　本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エステル」1mgに対応する容量をとり，クロロホルム5mLで抽出した液を試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品1mgをクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(99：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，たやすく検出される異物を認めない．

無菌〈4.06〉　直接法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品をよく振り混ぜ，エストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$)約2mgに対応する容量を正確に量り，メタノールを加えて結晶を溶かし，正確に20mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「エストラジオール安息香酸エステル」の定量法を準用する．

エストラジオール安息香酸エステル($C_{25}H_{28}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

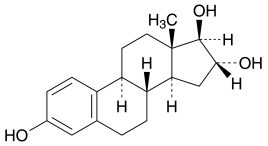
M_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液(13→100000)

貯法　容器　密封容器.

エストリオール

Estriol



$C_{18}H_{24}O_3$：288.38
Estra-1,3,5(10)-triene-3,16α,17β-triol
[*50-27-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)又は1,4－ジオキサンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gをエタノール(95)100mLに加温して溶かし，試料溶液とする．この液1mLを水浴上で蒸発乾固し，これに*p*－フェノールスルホン酸ナトリウムのリン酸溶液(1→50)5mLを加え，150℃で10分間加熱し，冷却するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　(1)の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエストリオール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストリオール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋54～＋62°(乾燥後，40mg，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

融点〈2.60〉　281～286℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） 類縁物質 本品40mgをエタノール(95)10mLに加温して溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アセトン／酢酸(100)混液(18：1：1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(1→2)を均等に噴霧した後，105℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(0.5g).

定量法 本品及びエストリオール標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエストリオールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：エストリオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(51：49)

流量：エストリオールの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エストリオール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエストリオールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

エストリオール錠

Estriol Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエストリオール($C_{18}H_{24}O_3$：288.38)を含む.

製法 本品は「エストリオール」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「エストリオール」2mgに対応する量をとり，エタノール(95)20mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液につき，「エストリオール」の確認試験(1)を準用する.

（2） (1)の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長279～283nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水5mLを正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，メタノール15mLを正確に加え，15分間振り混ぜる．この液を10分間遠心分離し，上澄液一定量を正確に量り，1mL中にエストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)約5μgを含む液となるようにメタノールを加え，正確に一定量とする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，以下「エストリオール」の定量法を準用する．ただし，内標準溶液はエストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液(1→40000)とする．試料10個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差(%)が15%以内のときは適合とする．また，偏差(%)が15%を超え，25%以内のものが1個のときは，新たに試料20個をとって試験を行う．2回の試験の合計30個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差(%)を計算するとき，15%を超え，25%以内のものが1個以下で，かつ25%を超えるものがないときは適合とする.

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)約0.1μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，エストリオールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 10$

M_S：エストリオール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のエストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)の表示量(mg)

試験条件
「エストリオール」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
「エストリオール」の定量法のシステム適合性を準用する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)約1mgに対応する量を精密に量り，水5mLを正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，メタノール25mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．更にメタノール25mLを加え，同様の操作を2回繰り返し，上澄液を合わせ，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，以下「エストリオール」の定量法を準用する．

エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：エストリオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液(1→5000)

貯法　容器　気密容器．

エストリオール水性懸濁注射液

Estriol Injection (Aqueous Suspension)

本品は水性の懸濁注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエストリオール($C_{18}H_{24}O_3$：288.38)を含む．

製法　本品は「エストリオール」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は振り混ぜるとき，白濁する．

確認試験

（1）　本品をよく振り混ぜ，表示量に従い「エストリオール」2mgに対応する容量をとり，エタノール(95)を加えて20mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，「エストリオール」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長279～283nmに吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，たやすく検出される異物を認めない．

無菌〈*4.06*〉　直接法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品をよく振り混ぜ，エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)約5mgに対応する容量を正確に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「エストリオール」の定量法を準用する．

エストリオール($C_{18}H_{24}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

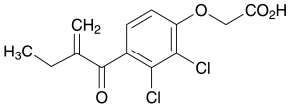
M_S：エストリオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液(1→5000)

貯法　容器　密封容器．

エタクリン酸

Etacrynic Acid



$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$：303.14
[2,3-Dichloro-4-(2-ethylacryloyl)phenoxy]acetic acid
[*58-54-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．
本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品0.2gを酢酸(100)10mLに溶かし，この液5mLをとり，臭素試液0.1mLを加えるとき，試液の色は消える．また，残りの5mLに過マンガン酸カリウム試液0.1mLを加えるとき，試液の色は直ちにうすいだいだい色に変わる．

（2）　本品0.01gに水酸化ナトリウム試液1mLを加え，水浴中で3分間加熱する．冷後，クロモトロープ酸試液1mLを加えて水浴中で10分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

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

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　121～125℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき，液

は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／酢酸エチル／酢酸(100)混液(6：5：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.25%以下(1g，減圧，60℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，酢酸(100)20mLに溶かし，0.05mol/L臭素液20mLを正確に加える．これに塩酸3mLを加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，60分間暗所に放置する．次に水50mL及びヨウ化カリウム試液15mLを注意して加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝15.16mg $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

貯法 容器 密閉容器.

エタクリン酸錠

Etacrynic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$：303.14)を含む.

製法 本品は「エタクリン酸」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「エタクリン酸」0.3gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液25mLを加え，ジクロロメタン50mLで抽出する．ジクロロメタン抽出液をろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「エタクリン酸」の確認試験(1)，(2)及び(4)を準用する.

（2） (1)の残留物につき，メタノールを加えて溶かし，「エタクリン酸」のメタノール溶液(1→20000)を調製する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長268～272nmに吸収の極大を示す.

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$)約28μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用エタクリン酸を60℃で2時間減圧乾燥し，その約55mgを精密に量り，メタノール10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長277nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

エタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用エタクリン酸の秤取量(mg)

C：1錠中のエタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エタクリン酸($C_{13}H_{12}Cl_2O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液25mLを加え，ジクロロメタン30mLずつで3回抽出する．ジクロロメタン抽出液は脱脂綿を用いてヨウ素瓶にろ過する．次にジクロロメタン少量で脱脂綿を洗い，洗液は先の抽出液と合わせる．この液を水浴上で空気を送りながら蒸発乾固し，残留物を酢酸(100)20mLに溶かし，以下「エタクリン酸」の定量法を準用する.

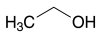
0.05mol/L臭素液1mL＝15.16mg $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

貯法 容器 密閉容器.

エタノール

Ethanol

アルコール



C_2H_6O：46.07

Ethanol

[*64-17-5*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である.

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す.

本品は15℃でエタノール(C_2H_6O)95.1～96.9vol%を含む(比重による).

◆**性状** 本品は無色澄明の液である.

本品は水と混和する.

本品は燃えやすく，点火するとき，淡青色の炎をあげて燃

える．

本品は揮発性である．◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈2.56〉　d_{15}^{15}：0.809～0.816

純度試験

（1）　溶状　本品は無色澄明である．また，本品1.0mLに水を加えて20mLとし，5分間放置するとき，液は澄明である．

比較液：水

（2）　酸又はアルカリ　本品20mLに新たに煮沸して冷却した水20mL及びフェノールフタレイン試液1.0mLにエタノール(95)7.0mL及び水2.0mLを加えた液0.1mLを加えるとき，液は無色である．これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加えるとき，液は淡紅色を呈する．

（3）　揮発性混在物　本品500mLを正確に量り，4－メチルペンタン－2－オール150μLを加えて試料溶液とする．別に無水メタノール100μLに本品を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，本品を加えて正確に50mLとし，標準溶液(1)とする．また，無水メタノール及びアセトアルデヒド50μLずつをとり，本品を加えて正確に50mLとする．この液100μLに本品を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．更に，アセタール150μLに本品を加えて正確に50mLとする．この液100μLに本品を加えて正確に10mLとし，標準溶液(3)とする．更に，ベンゼン100μLに本品を加えて正確に100mLとする．この液100μLに本品を加えて正確に50mLとし，標準溶液(4)とする．本品，試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，本品のアセトアルデヒドのピーク面積A_E，ベンゼンのピーク面積B_E，アセタールのピーク面積C_E及び標準溶液(1)のメタノールのピーク面積，標準溶液(2)のアセトアルデヒドのピーク面積A_T，標準溶液(3)のアセタールのピーク面積C_T，標準溶液(4)のベンゼンのピーク面積B_Tを求めるとき，本品のメタノールのピーク面積は，標準溶液(1)のメタノールのピーク面積の1／2以下である．また，次式により混在物の量を求めるとき，アセトアルデヒド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして10vol ppmより大きくなく，ベンゼンの量は2vol ppmより大きくない．また，試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積は，4－メチルペンタン－2－オールのピーク面積以下である．ただし，4－メチルペンタン－2－オールのピーク面積の3%以下のピークは用いない．

アセトアルデヒド及びアセタールの量の和(vol ppm)

$=(10\times A_E)/(A_T-A_E)+(30\times C_E)/(C_T-C_E)$

ベンゼンの量(vol ppm)$=2B_E/(B_T-B_E)$

必要ならば，異なる極性の固定相(液相)の他の適切なクロマトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピルフェニル－94%ジメチルシリコーンポリマーを厚さ1.8μmで被覆する．

カラム温度：40℃付近の一定温度で注入し，12分間保った後，240℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温し，240℃付近の一定温度で10分間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35cm/秒

スプリット比：1：20

システムの性能：標準溶液(2)1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトアルデヒド，メタノールの順に流出し，その分離度は1.5以上である．

（4）　他の混在物(吸光度)　本品につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長240nm，250nm～260nm及び270nm～340nmにおける吸光度は，それぞれ0.40，0.30及び0.10以下である．また，水を対照とし，層長5cmのセルを用い，波長235nm～340nmにおける吸収スペクトルを測定するとき，吸収曲線は平坦である．

（5）　蒸発残留物　本品100mLを正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.5mg以下である．

貯法

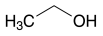
保存条件　遮光して保存する．

◆容器　気密容器．◆

無水エタノール

Anhydrous Ethanol

無水アルコール



C_2H_6O：46.07

Ethanol

[*64-17-5*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は15℃でエタノール(C_2H_6O)99.5vol%以上を含む(比重による)．

◆**性状**　本品は無色澄明の液である．

本品は水と混和する．

本品は燃えやすく，点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．

本品は揮発性である．

沸点：78～79℃◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈2.56〉　d_{15}^{15}：0.794～0.797

純度試験

（1）　溶状　本品は無色澄明である．また，本品1.0mLに水を加えて20mLとし，5分間放置するとき，液は澄明である．

比較液：水

（2）　酸又はアルカリ　本品20mLに新たに煮沸して冷却した水20mL及びフェノールフタレイン試液1.0mLにエタノール(95)7.0mL及び水2.0mLを加えた液0.1mLを加えるとき，液は無色である．これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加えるとき，液は淡紅色を呈する．

（3）　揮発性混在物　本品500mLを正確に量り，4－メチルペンタン－2－オール150μLを加えて試料溶液とする．別に無水メタノール100μLに本品を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，本品を加えて正確に50mLとし，標準溶液(1)とする．また，無水メタノール及びアセトアルデヒド50μLずつをとり，本品を加えて正確に50mLとする．この液100μLに本品を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．更に，アセタール150μLに本品を加えて正確に50mLとする．この液100μLに本品を加えて正確に10mLとし，標準溶液(3)とする．更に，ベンゼン100μLに本品を加えて正確に100mLとする．この液100μLに本品を加えて正確に50mLとし，標準溶液(4)とする．本品，試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，本品のアセトアルデヒドのピーク面積A_E，ベンゼンのピーク面積B_E，アセタールのピーク面積C_E及び標準溶液(1)のメタノールのピーク面積，標準溶液(2)のアセトアルデヒドのピーク面積A_T，標準溶液(3)のアセタールのピーク面積C_T，標準溶液(4)のベンゼンのピーク面積B_Tを求めるとき，本品のメタノールのピーク面積は，標準溶液(1)のメタノールのピーク面積の1／2以下である．また，次式により混在物の量を求めるとき，アセトアルデヒド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして10vol ppmより大きくなく，ベンゼンの量は2vol ppmより大きくない．また，試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積は，4－メチルペンタン－2－オールのピーク面積以下である．ただし，4－メチルペンタン－2－オールのピーク面積の3%以下のピークは用いない．

アセトアルデヒド及びアセタールの量の和(vol ppm)
$=(10\times A_E)/(A_T-A_E)+(30\times C_E)/(C_T-C_E)$
ベンゼンの量(vol ppm)$=2B_E/(B_T-B_E)$

必要ならば，異なる極性の固定相(液相)の他の適切なクロマトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピルフェニル－94%ジメチルシリコーンポリマーを厚さ1.8μmで被覆する．

カラム温度：40℃付近の一定温度で注入し，12分間保った後，240℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温し，240℃付近の一定温度で10分間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35cm/秒

スプリット比：1：20

システムの性能：標準溶液(2)1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトアルデヒド，メタノールの順に流出し，その分離度は1.5以上である．

（4）　他の混在物(吸光度)　本品につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長240nm，250nm～260nm及び270nm～340nmにおける吸光度は，それぞれ0.40，0.30及び0.10以下である．また，水を対照とし，層長5cmのセルを用い，波長235nm～340nmにおける吸収スペクトルを測定するとき，吸収曲線は平坦である．

（5）　蒸発残留物　本品100mLを正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.5mg以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

◆容器　気密容器．◆

消毒用エタノール

Ethanol for Disinfection

消毒用アルコール

本品は15℃でエタノール(C_2H_6O：46.07)76.9～81.4vol%を含む(比重による)．

製法

エタノール	830mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は水と混和する．

本品は点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．

本品は揮発性である．

確認試験

（1）　本品1mLにヨウ素試液2mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品1mLに酢酸(100)1mL及び硫酸3滴を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

比重〈2.56〉　d_{15}^{15}：0.860～0.873

純度試験　「エタノール」の純度試験を準用する．

貯法

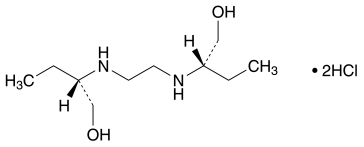
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エタンブトール塩酸塩

Ethambutol Hydrochloride

塩酸エタンブトール



$C_{10}H_{24}N_2O_2$・2HCl：277.23

2,2′-(Ethylenediimino)bis[(2*S*)-butan-1-ol] dihydrochloride

[*1070-11-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エタンブトール塩酸塩($C_{10}H_{24}N_2O_2$・2HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.4～4.0である.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに硫酸銅(Ⅱ)試液0.5mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，液は濃青色を呈する.

（2）　本品0.1gを水40mLに溶かし，2,4,6－トリニトロフェノール試液20mLを加え，1時間放置する．生じた沈殿をろ取し，水50mLで洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は193～197℃である.

（3）　本品の水溶液(1→30)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋5.5～＋6.1°(乾燥後，5g，水，50mL，200mm).

融点〈*2.60*〉　200～204℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　2－アミノブタノール　本品5.0gをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別に2－アミノ－1－ブタノール0.05gをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)／塩酸／水混液(11：7：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，105℃で5分間加熱する．冷後，ニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液を均等に噴霧し，風乾後，105℃で5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

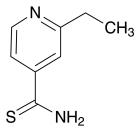
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水20mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液1.8mLを加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液7mLを振り混ぜながら加えた後，水を加えて正確に50mLとし，遠心分離する．その上澄液10mLを正確に量り，pH10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mL及び水100mLを加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：Cu－PAN試液0.15mL)．ただし，滴定の終点は液の青紫色が淡赤色を経て淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝2.772mg $C_{10}H_{24}N_2O_2$・2HCl

貯法　容器　気密容器.

エチオナミド

Ethionamide



$C_8H_{10}N_2S$：166.24

2-Ethylpyridine-4-carbothioamide

[*536-33-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある.

本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(3→160000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈*2.60*〉　161～165℃

純度試験

（1）　酸　本品3.0gにメタノール30mLを加え，加温して溶かし，更に水90mLを加え，氷水中で1時間放置し，ろ過す

る．ろ液80mLにクレゾールレッド試液0.8mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.20gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液0.5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．別に，試料溶液0.2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル／ヘキサン／メタノール混液(6：2：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットで，標準溶液(2)のスポットより濃いものは1個以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

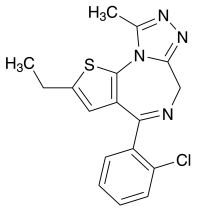
定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*−ナフトールベンゼイン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.62mg $C_8H_{10}N_2S$

貯法 容器 密閉容器.

エチゾラム

Etizolam



$C_{17}H_{15}ClN_4S$：342.85

4-(2-Chlorophenyl)-2-ethyl-9-methyl-6*H*-thieno[3,2-*f*][1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]diazepine

[*40054-69-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)98.5～101.0%を含む.

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，アセトニトリル又は無水酢酸にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉 146～149℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品20mgをアセトニトリル50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエチゾラム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のエチゾラムのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かして1000mLとした液に，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える.

流量：エチゾラムの保持時間が約6分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエチゾラムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たエチゾラムのピーク面積が，標準溶液のエチゾラムのピーク面積の8～12%になることを確認する.

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸エチル0.02gずつを移動相に溶かし，50mLとする．この液1mLに移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，エチゾラムの順に溶出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は2%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第二変曲点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝17.14mg $C_{17}H_{15}ClN_4S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

エチゾラム細粒

Etizolam Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$：342.85)を含む.

製法　本品は「エチゾラム」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「エチゾラム」5mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えて振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固して得た残留物に，冷後，硫酸2mLに溶かす．この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，淡黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「エチゾラム」1mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液80mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長249～253nm及び292～296nmに吸収の極大を示す．ただし，測定は10分以内に行う．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品の表示量に従いエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)約1mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，アセトニトリル2mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリル2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエチゾラムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 18 / 5$

M_S：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：243nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：エチゾラムの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチゾラムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)約4mgに対応する量を精密に量り，水30mLを加えてかき混ぜる．次にメタノール60mLを加えて20分間かき混ぜた後，更にメタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，薄めたメタノール(7→10)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100mLとする．次にこの液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(7→10)を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエチゾラムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 25$

M_S：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール(7→10)溶液(1→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし，1000mLとした液に，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える．

流量：エチゾラムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エチゾラムの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエチゾラムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エチゾラム錠

Etizolam Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$：342.85)を含む．

製法　本品は「エチゾラム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「エチゾラム」5mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，冷後，硫酸2mLに溶かす．この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，淡黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「エチゾラム」1mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液80mLを加えて振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長249～253nm及び292～296nmに吸収の極大を示す．ただし，測定は10分以内に行う．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2.5mLを加えて崩壊するまでかき混ぜる．次にメタノール20mLを加え，20分間かき混ぜた後，更にメタノールを加えて正確に25mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，1mL中にエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)約8μgを含む液となるように薄めたメタノール(9→10)を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 1 / 20$

M_S：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール(9→10)溶液(1→50000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)約0.56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリル2mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かした後，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリル2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエチゾラムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 5$

M_S：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

C：1錠中のエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：243nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：エチゾラムの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチゾラムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個をとり，水50mLを加えて崩壊するまでかき混ぜる．次にメタノール400mLを加えて20分間かき混ぜた後，更にメタノールを加えて正確に500mLとし，遠心分離する．エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)約0.2mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(9→10)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し，その約100mgを精密に量り，薄めたメタノール(9→10)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(9→10)を加えて25mLとし，標準溶液と

する．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエチゾラムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/500$

M_S：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノール(9→10)溶液(1→50000)

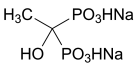
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし，1000mLとした液に，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える．
流量：エチゾラムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エチゾラムの順に溶出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエチゾラムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

エチドロン酸二ナトリウム

Etidronate Disodium



$C_2H_6Na_2O_7P_2$：249.99
Disodium dihydrogen 1-hydroxyethane-1,1-diyldiphosphonate
[*7414-83-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．
本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．
本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.4～5.4である．
本品は吸湿性である．

確認試験
（1）　本品の水溶液(1→100)5mLに，硫酸銅(Ⅱ)試液1mLを加えて10分間振り混ぜるとき，青色の沈殿を生じる．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験
（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．ただし，希酢酸2mLを加えた後，遠心分離を行い，上澄液を用いる．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．
（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．
（3）　亜リン酸塩　本品約3.5gを精密に量り，0.1mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整した液100mLに溶かした後，0.05mol/Lヨウ素液20mLを正確に加え，直ちに密栓する．この液を暗所で30分間放置した後，酢酸(100)1mLを加え，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．亜リン酸塩(NaH_2PO_3)の量を求めるとき，1.0%以下である．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝5.199mg NaH_2PO_3

（4）　メタノール　本品約0.5gを精密に量り，水に溶かし正確に5mLとし，試料溶液とする．別にメタノール1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のメタノールのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，メタノール(CH_4O)の量を求めるとき，0.1%以下である．

メタノール(CH_4O)の量(%)
$= 1/M \times A_T / A_S \times 1/20 \times 0.79$

M：試料の秤取量(g)
0.79：メタノールの密度(g/mL)

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管に180～250μmのガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを充てんする．
カラム温度：130℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：メタノールの保持時間が約2分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：メタノール及びエタノール(99.5)1mLをとり，水を加えて100mLとする．この液1mLをとり，水を加えて100mLとする．この液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，メタノール，エタノール

の順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の試験を6回繰り返すとき，メタノールのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0%以下(0.5g，210℃，2時間).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液15mLを正確に量り，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)5mLを用いて調製した内径10mmのカラムに入れ，1分間に約1.5mLの流速で流出させる．次に水25mLずつを用いてカラムを2回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.50mg $C_2H_6Na_2O_7P_2$

貯法 容器 気密容器.

エチドロン酸二ナトリウム錠

Etidronate Disodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するエチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$：249.99)を含む．

製法 本品は「エチドロン酸二ナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「エチドロン酸二ナトリウム」0.2gに対応する量をとり，水20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，「エチドロン酸二ナトリウム」の確認試験(1)を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「エチドロン酸二ナトリウム」0.4gに対応する量をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液の全量を減圧下蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)15mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．エタノールを除き，残留物を150℃で4時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1170cm^{-1}，1056cm^{-1}，916cm^{-1}，811cm^{-1}付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)約0.22mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用エチドロン酸二ナトリウムを210℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，水を加えて1mL中にエチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)約0.12，0.21及び0.24mgを含む液となるように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及びそれぞれの標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれに硫酸銅(Ⅱ)溶液(7→10000)2mLを正確に加えた後，水を加えて正確に10mLとする．これらの液につき，硫酸銅(Ⅱ)溶液(7→10000)2mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長233nmにおける吸光度を測定し，標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウムの濃度C_Tを求める．

エチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= C_T \times V' / V \times 1 / C \times 90$

C_T：試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)の濃度(μg/mL)

C：1錠中のエチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)の表示量(mg)

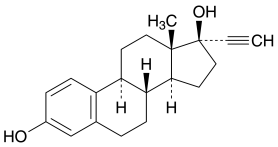
定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチドロン酸二ナトリウム($C_2H_6Na_2O_7P_2$)約0.5gに対応する量を精密に量り，水30mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．ろ液15mLを正確に量り，以下「エチドロン酸二ナトリウム」の定量法を準用する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.50mg $C_2H_6Na_2O_7P_2$

貯法 容器 気密容器.

エチニルエストラジオール

Ethinylestradiol



$C_{20}H_{24}O_2$：296.40

19-Nor-17α-pregna-1,3,5(10)-triene-20-yne-3,17-diol

[*57-63-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)98.0%以上を含む．

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジン又はテトラヒドロフランに溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品2mgを硫酸／エタノール(95)混液(1：1)1mLに溶かすとき，液は帯紫赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水2mLを加えるとき，液は赤紫色に変わる．

（2） 本品0.02gを共栓試験管にとり，水酸化カリウム溶液(1→20)10mLに溶かし，塩化ベンゾイル0.1gを加えて振り混ぜ，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，デシケ

ーター(減圧，酸化リン(V))で乾燥するとき，その融点〈2.60〉は200～202℃である．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－26～－31°(乾燥後，0.1g，ピリジン，25mL，100mm).

融点〈2.60〉　180～186℃又は142～146℃.

純度試験　エストロン　本品5mgをエタノール(95)0.5mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン0.05gを加え，これに新たに製した希水酸化カリウム・エタノール試液0.5mLを加え，暗所に1時間放置した後，更にエタノール(95)10mLを加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：本品を用いないで同様に操作して製する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，テトラヒドロフラン40mLに溶かし，硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝29.64mg $C_{20}H_{24}O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

エチニルエストラジオール錠

Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$：296.40)を含む．

製法　本品は「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法で得た試料溶液5mLを蒸発乾固し，残留物を硫酸／エタノール(95)混液(2：1)2mLに溶かすとき，液の色は淡赤色を呈し，黄色の蛍光を発する．この液に注意して水4mLを加えるとき，液の色は赤紫色に変わる．

（2）　定量法で得た試料溶液10mLをとり，これを蒸発乾固し，残留物に酢酸(31)0.2mL及びリン酸2mLを加え，水浴上で5分間加熱するとき，液の色は紅色で，黄緑色の蛍光を発する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を分液漏斗にとり，崩壊試験第2液10mLを加え，崩壊するまで振り混ぜた後，希硫酸10mL及びクロロホルム20mLを加え，5分間激しく振り混ぜ，クロロホルム層を無水硫酸ナトリウム5gを置いたろ紙を通して三角フラスコ中にろ過する．水層は更にクロロホルム20mLずつで2回抽出し，同様に操作して先のろ液に合わせる．これを水浴上で窒素を送風しながら穏やかに蒸発し，残留物にメタノール100mLを正確に加えて溶かし，必要ならば遠心分離する．上澄液x mLを正確に量り，1mL中にエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)約40ngを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，試料溶液とする．別にエチニルエストラジオール標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，1mL中にエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)約40ngを含む液となるように調製し，標準溶液とする．共栓試験管T，S及びBに硫酸・メタノール試液4mLずつを正確に量り，氷冷した後，試料溶液，標準溶液及びメタノールをそれぞれ正確に1mLずつ加えて直ちに振り混ぜ，30℃の水浴中に40分間放置した後，20℃の水浴中に5分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長460nm，蛍光の波長493nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の量(mg)

$$= M_S \times (F_T - F_B)/(F_S - F_B) \times V/2500 \times 1/x$$

M_S：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

溶出性　別に規定する．

定量法

（i）　クロマトグラフィー管　内径25mm，長さ300mmの管を用い，下部にはガラスウールを入れ，この上に無水硫酸ナトリウム5gを入れる．

（ii）　カラム　クロマトグラフィー用ケイソウ土5gをとり，200mLのビーカーに入れ，これに1mol/L塩酸試液4mLを加えてよくしみ込ませ，均一になるまでよく混ぜる．これをクロマトグラフィー管に少しずつ入れ，60～80mmの層になるように圧さく棒で適度にかたく詰める．

（iii）　標準溶液　エチニルエストラジオール標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．

（iv）　試料　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)約0.5mgに対応する量を精密に量り，50mLのビーカーに入れ，これに水2mLを加え，よく振り混ぜた後，更にクロロホルム3mLを加えてよく振り混ぜる．これにクロマトグラフィー用ケイソウ土4gを加え，内容物が器壁に付かなくなるまでよく混ぜて試料とする．

（v）　操作法　試料は漏斗を用いてカラムに加え，適度にかたく詰める．ビーカーに付着した試料はクロマトグラフィー用ケイソウ土0.5gを加えてよく混ぜた後，クロマトグラフィー管に入れる．更に，ビーカー及び圧さく棒に付着した試料はガラスウールでぬぐいとり，クロマトグラフィー管に入れる．これを圧さく棒で押し下げ，カラムの上部から軽く押さえる．カラムの高さは110～130mmにする．次にクロロホルム70mLを量り，クロマトグラフィー管の内壁を洗った後，残りをクロマトグラフィー管に入れる．流出速度は1分間0.8mL以下とし，流出液を集める．流出が終わったらクロマトグラフィー管の下部を少量のクロロホルムで洗い込み，更にクロロホルムを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液6mLずつを正確に量り，それぞれを分液漏斗に入れ，これにイソオクタン20mLを加える．更に硫酸／メタノール混液(7：3)10mLを正確に加え，5分

間激しく振り混ぜた後，暗所に15分間放置し，遠心分離する．ここで得た呈色液につき，クロロホルム6mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長540nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

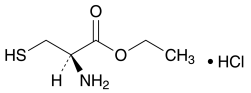
エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器.

L－エチルシステイン塩酸塩

Ethyl L-Cysteine Hydrochloride
塩酸エチルシステイン
塩酸L－エチルシステイン



$C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$：185.67
Ethyl (2*R*)-2-amino-3-sulfanylpropanoate monohydrochloride
[*868-59-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－エチルシステイン塩酸塩($C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味は初め苦く，後に舌を焼くようである.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすい.

融点：約126℃(分解).

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－10.0～－13.0°(乾燥後，2g，1mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

純度試験

（1）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には，0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

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

（3）　類縁物質　本操作は速やかに行う．本品及び*N*－エチルマレイミド0.05gずつを移動相5mLに溶かし，30分間放置し，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，標準溶液のL－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体に対する相対保持時間約0.7の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液のL－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体のピーク面積より大きくない．また試料溶液のL－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体及び*N*－エチルマレイミド以外の各々のピーク面積は，標準溶液のL－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体のピーク面積の1／3より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径約6mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(2：1)

流量：L－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体の保持時間が約4分になるように調整する.

カラムの選定：本品0.05g，L－システイン塩酸塩一水和物0.01g及び*N*－エチルマレイミド0.05gを移動相25mLに溶かし，30分間放置する．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，L－システインの*N*－エチルマレイミド付加体，L－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体，*N*－エチルマレイミドの順に溶出し，各成分が完全に分離し，L－システインの*N*－エチルマレイミド付加体とL－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体の分離度が3以上のものを用いる.

検出感度：標準溶液2μLから得たL－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体のピーク高さが10～20mmになるように調整する.

面積測定範囲：L－エチルシステインの*N*－エチルマレイミド付加体の保持時間の約3倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，5時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

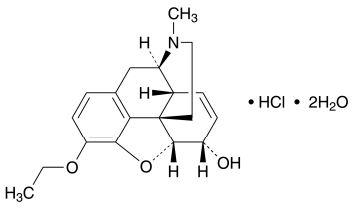
定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを共栓フラスコに精密に量り，新たに煮沸し，窒素気流中で5℃以下に冷却した水10mLに溶かし，あらかじめ5℃以下に冷却した0.05mol/Lヨウ素液20mLを正確に加え，30秒間放置した後，5℃以下に冷却しながら0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝18.57mg $C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器.

エチルモルヒネ塩酸塩水和物

Ethylmorphine Hydrochloride Hydrate
エチルモルヒネ塩酸塩
塩酸エチルモルヒネ
ジオニン



$C_{19}H_{23}NO_3$・HCl・$2H_2O$：385.88
(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-ethoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-6-ol monohydrochloride dihydrate
[*125-30-4*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エチルモルヒネ塩酸塩($C_{19}H_{23}NO_3$・HCl：349.85)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

融点：約123℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－103～－106°(脱水物に換算したもの0.4g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験　類縁物質　本品0.20gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，薄めたエタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／トルエン／アセトン／アンモニア水(28)混液(14：14：7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　8.0～10.0%(0.25g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

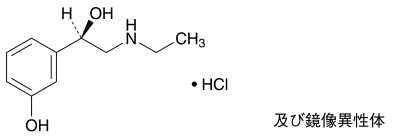
0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.99mg $C_{19}H_{23}NO_3$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

エチレフリン塩酸塩

Etilefrine Hydrochloride
塩酸エチレフリン



$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl：217.69
(1*RS*)-2-Ethylamino-1-(3-hydroxyphenyl)ethanol monohydrochloride
[*943-17-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は光によって徐々に黄褐色に着色する．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品5mgを薄めた塩酸(1→1000)100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→1000)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　118～122℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品の水溶液(1→50)10mLに酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液0.1mL及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.2mLを加えるとき，液は黄色を呈する．この液に液が赤色を呈するまで0.01mol/L塩酸を加えるとき，その量は0.4mL以下である．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.85gをとり，試験を行う．比較

液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.020%以下).

（4） 重金属〈1.07〉 本品1.0gを水30mL及び酢酸(100)2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.3に調整し，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.77mg $C_{10}H_{15}NO_2$・HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

エチレフリン塩酸塩錠

Etilefrine Hydrochloride Tablets

塩酸エチレフリン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するエチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl：217.69)を含む.

製法 本品は「エチレフリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エチレフリン塩酸塩」5mgに対応する量をとり，薄めた塩酸(1→1000)60mLを加え，よく振り混ぜた後，更に薄めた塩酸(1→1000)40mLを加えてろ過する．ろ液につき，薄めた塩酸(1→1000)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長271～275nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，薄めた塩酸(1→1000)60mLを加え，以下定量法を準用する.

エチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)約5μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸エチレフリンを105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエチレフリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

エチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$

M_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量(mg)

C：1錠中のエチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチレフリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，0.9～1.2である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エチレフリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)約5mgに対応する量を精密に量り，薄めた塩酸(1→1000)60mLを加え，10分間振り混ぜた後，薄めた塩酸(1→1000)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エチレフリンを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，薄めた塩酸(1→1000)に溶かし，正確に100mLとする．更にこの液10mLを正確に量り，薄めた塩酸(1→1000)を加えて，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエチレフリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

エチレフリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム5gを水940mL及びアセトニトリル500mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.3に調整する.

流量：エチレフリンの保持時間が約6分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：硫酸バメタン4mg及び塩酸エチレフリン4mgを，移動相に溶かし，50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチレフリン，バメタンの順に溶出し，その分離度は5以上で

ある．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エチレフリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

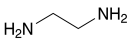
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エチレンジアミン

Ethylenediamine



$C_2H_8N_2$：60.10

Ethane-1,2-diamine

[*107-15-3*]

本品は定量するとき，エチレンジアミン($C_2H_8N_2$)97.0%以上を含む．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，アンモニアようの特異なにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は腐食性及び刺激性がある．

本品は空気中に放置するとき，徐々に変化する．

比重　d_{20}^{20}：約0.898

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である．

（2）　本品2滴を硫酸銅(Ⅱ)試液2mLを加えて振り混ぜるとき，青紫色を呈する．

（3）　本品0.04gに塩化ベンゾイル6滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)2mLを加え，時々振り混ぜながら2～3分間加温する．生じた白色の沈殿をろ取し，水で洗い，エタノール(95)8mLを加え加温して溶かす．直ちに水8mLを加え，冷却し，生じた結晶をろ取し，水で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は247～251℃である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをるつぼに量り，水浴上で蒸発乾固した後，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．以下第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　蒸発残留物　本品5mLを正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は3.0mg以下である．

蒸留試験〈*2.57*〉　114～119℃，95vol%以上．

定量法　本品約0.7gを水25mLを入れた共栓三角フラスコに精密に量り，水50mLを加え，1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモフェノールブルー試液3滴)．

1mol/L塩酸1mL＝30.05mg $C_2H_8N_2$

貯法

保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．

容器　気密容器．

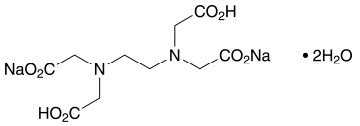
エデト酸ナトリウム水和物

Disodium Edetate Hydrate

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム

エデト酸ナトリウム

EDTAナトリウム



$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24

Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate dihydrate

[*6381-92-6*]

本品は定量するとき，エデト酸ナトリウム水和物($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gを水5mLに溶かし，クロム酸カリウム溶液(1→200)2mL及び三酸化二ヒ素試液2mLを加え，水浴中で2分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品0.5gを水20mLに溶かし，希塩酸1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水50mLで洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は240～244℃(分解)である．

（3）　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.3～4.7である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　シアン化物　本品1.0gを丸底フラスコにとり，水100mLに溶かし，リン酸10mLを加えて蒸留する．受器にはあらかじめ0.5mol/L水酸化ナトリウム液15mLを入れた100mLのメスシリンダーを用い，これに冷却器の先端を浸し，全量が100mLとなるまで蒸留し，試料溶液とする．試料溶液20mLを共栓試験管にとり，フェノールフタレイン試液1滴を加え，希酢酸で中和し，pH6.8のリン酸塩緩衝液5mL及び薄めたトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液(1→5)1.0mLを加えて直ちに栓をして静かに混和した後，2～3分間放置し，ピリジン・ピラゾロン試液5mLを加えてよく混和し，20～30℃で50分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液1.0mLを正確に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液15mL及び水を加えて正確に1000mLとする．この液20mLを共栓試験管にとり，以下試料溶液

と同様に操作する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

強熱残分〈*2.44*〉　37～39%(1g).

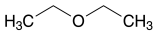
定量法　本品約1gを精密に量り，水50mLに溶かし，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え，0.1mol/L亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．ただし，滴定の終点は，液の青色が赤色に変わるときとする．

0.1mol/L亜鉛液1mL＝37.22mg $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

貯法　容器　密閉容器.

エーテル

Ether



$C_4H_{10}O$：74.12

Diethyl ether

[*60-29-7*]

本品はエーテル($C_4H_{10}O$)96～98%を含む(比重による).

本品は少量のエタノール及び水を含む.

本品は麻酔用に使用できない.

性状　本品は無色澄明の流動しやすい液で，特異なにおいがある.

本品はエタノール(95)と混和する.

本品は水にやや溶けやすい.

本品は極めて揮発しやすく，引火しやすい.

本品は空気及び光によって徐々に酸化され，過酸化物を生じる.

本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する.

沸点：35～37℃

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.718～0.721

純度試験

（1）　異臭　本品10mLを蒸発皿にとり，揮発して1mLとするとき，異臭はない．また，残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき，異臭を発しない.

（2）　酸　薄めたエタノール(4→5)10mL及びフェノールフタレイン試液0.5mLを50mLの共栓フラスコに入れ，0.02mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，液が赤色を呈し，振り混ぜてその色が30秒間持続する赤色を呈するようにする．この液に本品25mLを加え，密栓し，穏やかに振り混ぜた後，再び振り混ぜながら，0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（3）　アルデヒド　本品10mLをネスラー管にとり，水酸化カリウム試液1mLを加え，光を遮り，しばしば振り混ぜ2時間放置するとき，ジエチルエーテル層及び水層は着色しない.

（4）　過酸化物　本品10mLをネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加えて1分間振り混ぜた後，デンプン試液1mLを加えてよく振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない.

（5）　蒸発残留物　本品140mLを蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である.

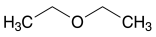
貯法

保存条件　全満せずに入れ，遮光して，火気を避け，25℃以下で保存する.

容器　気密容器.

麻酔用エーテル

Anesthetic Ether



$C_4H_{10}O$：74.12

Diethyl ether

[*60-29-7*]

本品はエーテル($C_4H_{10}O$)96～98%を含む(比重による).

本品は少量のエタノール及び水を含み，安定剤を加えることができる.

本品は容器から取り出した後，24時間以上経過したときは麻酔用に使用できない.

性状　本品は無色澄明の流動しやすい液で，特異なにおいがある.

本品はエタノール(95)と混和する.

本品は水にやや溶けやすい.

本品は極めて揮発しやすく，引火しやすい.

本品は空気及び光によって徐々に酸化され，過酸化物を生じる.

本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する.

沸点：35～37℃

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.718～0.721

純度試験

（1）　異臭　本品10mLを蒸発皿にとり，揮発して1mLとするとき，異臭はない．また，残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき，異臭を発しない.

（2）　酸　薄めたエタノール(4→5)10mL及びフェノールフタレイン試液0.5mLを50mLの共栓フラスコに入れ，0.02mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，液が赤色を呈し，振り混ぜてその色が30秒間持続する赤色を呈するようにする．この液に本品25mLを加え，密栓し，穏やかに振り混ぜた後，再び振り混ぜながら，0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（3）　アルデヒド　本品10mL及び亜硫酸水素ナトリウム溶液(1→1000)1mLをあらかじめ200mLの共栓フラスコに入れた水100mLに加え，密栓して10秒間激しく振り混ぜ，遮光して冷所に30分間放置する．次にデンプン試液2mLを加え，液が微青色を呈するまで，0.01mol/Lヨウ素液を滴加する．これに炭酸水素ナトリウム約2gを加えて振り混ぜ，液の青

色を消した後，薄めた0.01mol/Lヨウ素液(9→40)1mLを加えるとき，液は青色を呈する．ただし，操作中の溶液の温度は18℃以下とする．

（4） 過酸化物　本品10mLをネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加え，光を遮り，しばしば振り混ぜ1時間放置し，デンプン試液1mLを加えてよく振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない．

（5） 蒸発残留物　本品50mLを蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

貯法

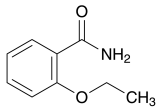
保存条件　全満せずに入れ，遮光して，火気を避け，25℃以下で保存する．

容器　気密容器．

エテンザミド

Ethenzamide

エトキシベンズアミド



$C_9H_{11}NO_2$：165.19

2-Ethoxybenzamide

[*938-73-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エテンザミド($C_9H_{11}NO_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は約105℃でわずかに昇華し始める．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエテンザミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエテンザミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　131～134℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.7mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.050%以下)．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをアセトン30mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLにアセトン30mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gに硝酸カリウム0.3g及び無水炭酸ナトリウム0.5gを加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，冷後，残留物を希硫酸10mLに溶かし，白煙が発生するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(5ppm以下)．

（5） サリチルアミド　本品0.20gを薄めたエタノール(2→3)15mLに溶かし，希塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加えるとき，液は紫色を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，シリカゲル，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びエテンザミド標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれに70mLのエタノール(95)を加え，加温して溶かす．冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール(95)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長290nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

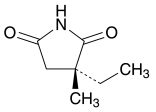
エテンザミド($C_9H_{11}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：エテンザミド標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

エトスクシミド

Ethosuximide



及び鏡像異性体

$C_7H_{11}NO_2$：141.17

(2*RS*)-2-Ethyl-2-methylsuccinimide

[*77-67-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エトスクシミド($C_7H_{11}NO_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色のパラフィン状の固体又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール，エタノール(95)，ジエチルエーテル又は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

融点：約48℃

確認試験

（1） 本品0.2gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて煮沸

するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（２） 本品0.05gをエタノール(95)1mLに溶かし，酢酸銅(Ⅱ)一水和物溶液(1→100)3滴を加え，わずかに加温した後，水酸化ナトリウム試液1～2滴を滴加するとき，液は紫色を呈する．

（３） 本品のエタノール(95)溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２） 塩化物〈*1.03*〉 本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下).

（３） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５） 酸無水物 本品0.50gをエタノール(95)1mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて5分間放置した後，水3mLを加えて混和する．5分間放置した後に比較するとき，液の赤～赤紫色は次の比較液より濃くない．

比較液：無水コハク酸70mgをエタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液1.0mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加え，以下同様に操作する．

（６） シアン化物 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かし，硫酸鉄(Ⅱ)試液3滴，水酸化ナトリウム試液1mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加え，穏やかに加温した後，希硫酸を加えて酸性にするとき，15分以内に青色の沈殿を生じないか又は青色を呈しない．

水分〈*2.48*〉 0.5%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

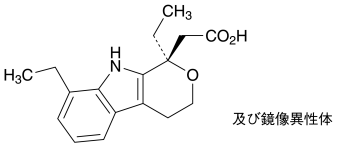
定量法 本品約0.2gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝14.12mg $C_7H_{11}NO_2$

貯法 容器 気密容器.

エトドラク

Etodolac



$C_{17}H_{21}NO_3$：287.35

2-[(1*RS*)-1,8-Diethyl-1,3,4,9-tetrahydropyrano[3,4-*b*]indol-1-yl]acetic acid

[*41340-25-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エトドラク($C_{17}H_{21}NO_3$)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない．

融点：約147℃(分解).

確認試験

（１） 本品のエタノール(99.5)溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（１） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２） 類縁物質 本品0.5gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)4mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板を，L－アスコルビン酸0.5gをメタノール／水混液(4：1)100mLに溶かした液を2cmの高さまで入れた展開槽に入れ，下端から3cmの高さまで展開した後，30分間風乾する．この薄層板の下端から2.5cmの位置に試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを速やかにスポットし，直ちに，トルエン／エタノール(95)／酢酸(100)混液(140：60：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，エタノール(99.5)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝28.74mg $C_{17}H_{21}NO_3$

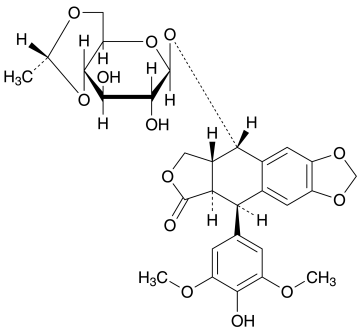
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

エトポシド

Etoposide



$C_{29}H_{32}O_{13}$：588.56

(5*R*,5a*R*,8a*R*,9*S*)-9-{[4,6-*O*-(1*R*)-Ethylidene-β-D-glucopyranosyl]oxy}-5-(4-hydroxy-3,5-dimethoxyphenyl)-5,8,8a,9-tetrahydrofuro[3′,4′:6,7]naphtho[2,3-*d*][1,3]dioxol-6(5a*H*)-one

[*33419-42-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エトポシド($C_{29}H_{32}O_{13}$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい.

融点：約260℃(分解).

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエトポシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－100～－105°(脱水物に換算したもの0.1g，メタノール，20mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgをメタノール10mLに溶かし，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエトポシド以外のピークの面積は，標準溶液のエトポシドのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のエトポシド以外のピークの合計面積は，標準溶液のエトポシドのピーク面積の1／2より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエトポシドの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液50μLから得たエトポシドのピーク面積が標準溶液のエトポシドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エトポシドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びエトポシド標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エトポシド($C_{29}H_{32}O_{13}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したエトポシド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2,6－ジクロロフェノールのメタノール溶液(3→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：290nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：硫酸ナトリウム十水和物6.44gを薄めた酢酸(100)(1→100)に溶かし，1000mLとした液にアセト

ニトリル250mLを加える．

流量：エトポシドの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品10mgをメタノール2mLに溶かし，移動相8mLを加えてよく振り混ぜる．薄めた酢酸(100)(1→25)0.1mL及びフェノールフタレイン試液0.1mLを加え，液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加える．15分間放置後，薄めた酢酸(100)(1→25)0.1mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エトポシド及びエトポシドのピークに対する相対保持時間が約1.3のピークの分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

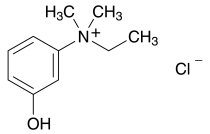
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エドロホニウム塩化物

Edrophonium Chloride

塩化エドロホニウム



$C_{10}H_{16}ClNO$：201.69

N-Ethyl-3-hydroxy-*N*,*N*-dimethylanilinium chloride

[*116-38-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エドロホニウム塩化物($C_{10}H_{16}ClNO$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸又はジエチルエーテルにはほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエドロホニウム塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.0である．

融点〈*2.60*〉　166～171℃(分解)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.50gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(16：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.17mg $C_{10}H_{16}ClNO$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エドロホニウム塩化物注射液

Edrophonium Chloride Injection

塩化エドロホニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するエドロホニウム塩化物($C_{10}H_{16}ClNO$：201.69)を含む．

製法　本品は「エドロホニウム塩化物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「エドロホニウム塩化物」0.04gに対応する容量をとり，硝酸バリウム試液4mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，「エドロホニウム塩化物」の確認試験(1)を準用する．

（2）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法

〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長272～276nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　6.5～8.0

エンドトキシン〈4.01〉　15EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のエドロホニウム塩化物($C_{10}H_{16}ClNO$)約50mgに対応する容量を正確に量り，カラム(50～150μmの弱塩基性DEAE－架橋デキストラン陰イオン交換体(Cl型)10mLを内径約2cm，高さ約10cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，水25mLを用いて1分間1～2mLの速度で流出する．次に水25mLを用いて1分間1～2mLの速度でカラムを2回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液10mL及び塩化ナトリウム5gを加え，ジエチルエーテル／ヘキサン混液(1：1)20mLで4回洗い，水層を分取し，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にエドロホニウム塩化物標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長273nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エドロホニウム塩化物($C_{10}H_{16}ClNO$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：エドロホニウム塩化物標準品の秤取量(mg)

貯法

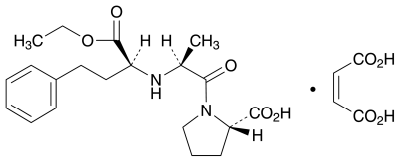
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

エナラプリルマレイン酸塩

Enalapril Maleate

マレイン酸エナラプリル



$C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$：492.52

(2*S*)-1-{(2*S*)-2-[(1*S*)-1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropylamino]propanoyl}pyrrolidine-2-carboxylic acid monomaleate

[*76095-16-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくい．

融点：約145℃(分解)．

確認試験

（１）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエナラプリルマレイン酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品20mgに1mol/L塩酸試液5mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて5分間振り混ぜる．上層3mLをとり，水浴上でジエチルエーテルを留去して得た残留物に水5mLを加えて振り混ぜた後，過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－41.0～－43.5°(乾燥後，0.25g，メタノール，25mL，100mm)．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品30mgをpH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(19：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，pH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びエナラプリル以外のピークの面積は，標準溶液のエナラプリルのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びエナラプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のエナラプリルのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，移動相の送液及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からエナラプリルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に10mLとする．この液50μLから得たエナラプリルのピーク面積が，標準溶液のエナラプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，エナラプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エナラプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，60℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品及びエナラプリルマレイン酸塩標準品を乾燥し，その約30mgずつを精密に量り，それぞれをpH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(19：1)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエナラプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

エナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.1mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：70℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水900mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加えてpH6.8に調整し，水を加えて1000mLとする．この液950mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル50mLを加える．

移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水900mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加えてpH6.8に調整し，水を加えて1000mLとする．この液340mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル660mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0	95	5
0 ～ 20	95 → 40	5 → 60
20 ～ 25	40	60

流量：毎分1.4mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，エナラプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エナラプリルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

エナラプリルマレイン酸塩錠

Enalapril Maleate Tablets

マレイン酸エナラプリル錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するエナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$：492.52)を含む.

製法 本品は「エナラプリルマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エナラプリルマレイン酸塩」50mgに対応する量をとり，メタノール20mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にマレイン酸エナラプリル25mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／アセトン／1－ブタノール／酢酸(100)／トルエン混液(1：1：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポット及び標準溶液から得た2個のスポットのそれぞれのR_f値は等しい.

純度試験 エナラプリラート及びエナラプリルジケトピペラジン体 定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエナラプリルに対する相対保持時間約0.5のエナラプリラートのピーク面積は，標準溶液のエナラプリルのピーク面積の2倍より大きくない．また，試料溶液のエナラプリルに対する相対保持時間約1.5のエナラプリルジケトピペラジン体のピーク面積は，標準溶液のエナラプリルのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に10mLとする．この液50μLから得たエナラプリルのピーク面積が，標準溶液のエナラプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エナラプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液V／2 mLを加えて15分間超音波処理し，更に30分間振り混ぜた後，1mL中にエナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)約0.1mgを含む液となるように，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確にV mLとする．この液を15分間超音波処理し，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する.

エナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，2.5mg錠及び5mg錠の15分間の溶出率及び10mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)約2.8μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にエナラプリルマレイン酸塩標準品を60℃で2時間減圧乾燥し，その約14mgを精密に量り，水に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエナラプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

エナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のエナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

試験条件
検出器，カラム，カラム温度及び流量は定量法の試験条件を準用する．
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.88gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.2に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液750mLにアセトニトリル250mLを加える．
システム適合性
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，エナラプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ300段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エナラプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)約10mgに対応する量を精密に量り，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液50mLを加えて15分間超音波処理し，更に30分間振り混ぜた後，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に100mLとする．この液を15分間超音波処理し，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にエナラプリルマレイン酸塩標準品を60℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエナラプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

エナラプリルマレイン酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 2$

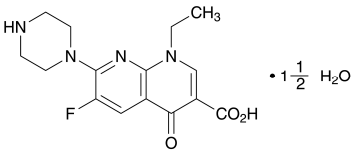
M_S：エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(3：1)
流量：エナラプリルの保持時間が約5分となるように調整する．
システム適合性
システムの性能：マレイン酸エナラプリル約20mgを加熱融解する．冷後，アセトニトリル50mLを加え，超音波処理して溶かす．この液1mLに標準溶液を加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，エナラプリル，エナラプリルに対する相対保持時間約1.5のエナラプリルジケトピペラジン体の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エナラプリルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

エノキサシン水和物

Enoxacin Hydrate
エノキサシン



$C_{15}H_{17}FN_4O_3$・$1\frac{1}{2}$ H_2O：347.34
1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid sesquihydrate
[*84294-96-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エノキサシン($C_{15}H_{17}FN_4O_3$：320.32)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，クロロホルムに極めて溶けにくく，水，エタノール(95)又は

ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品0.02g及びナトリウム0.05gを試験管に入れ，注意して徐々に赤熱するまで加熱する．冷後，メタノール0.5mLを加え，更に水5mLを加えて沸騰するまで加熱する．この液に希酢酸2mLを加えてろ過した液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品0.05gを希水酸化ナトリウム試液に溶かし，100mLとする．この液1mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉 225～229℃(乾燥後).

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品1.0gを希水酸化ナトリウム試液50mLに溶かし，希塩酸10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液30mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mL，希水酸化ナトリウム試液25mL，希塩酸5mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品50mgをクロロホルム／メタノール混液(7：3)25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(7：3)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0～9.0%(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.03mg $C_{15}H_{17}FN_4O_3$

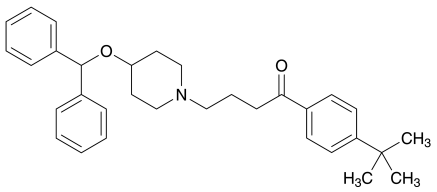
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

エバスチン

Ebastine



$C_{32}H_{39}NO_2$：469.66

1-[4-(1,1-Dimethylethyl)phenyl]-4-[4-(diphenylmethoxy)piperidin-1-yl]butan-1-one

[*90729-43-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)99.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に帯黄白色となる．

確認試験

（1） 本品20mgをエタノール(95)5mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液2mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

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

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

融点〈*2.60*〉 84～87℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．ただし，白金るつぼを使用することができる．

（2） 類縁物質 本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエバスチン以外のピークの面積は，標準溶液のエバスチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のエバスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエバスチンのピーク面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水900mLに溶かし，薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液375mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル625mLを加えた液にラウリル硫酸ナトリウム0.72gを溶かす．

流量：エバスチンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエバスチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たエバスチンのピーク面積が，標準溶液のエバスチンのピーク面積の35～65%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エバスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エバスチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝46.97mg $C_{32}H_{39}NO_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

エバスチン錠

Ebastine Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$：469.66)を含む．

製法　本品は「エバスチン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「エバスチン」30mgに対応する量をとり，メタノール70mLを加え，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLにメタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長251～255nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を粉末とし，表示量に従い「エバスチン」50mgに対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用メタノール30mLを加え，10分間振り混ぜた後，移動相を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエバスチン以外のピークの面積は，標準溶液のエバスチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のエバスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエバスチンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエバスチンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たエバスチンのピーク面積が，標準溶液のエバスチンの15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エバスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エバスチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液 V／10 mLを加え，時々振り混ぜながら，超音波処理により粒子を小さく分散させる．メタノール3 V／5 mLを加え，10分間振り混ぜた後，1mL中にエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)約0.1mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：定量用エバスチンの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液 V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)

約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用エバスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用エバスチンの秤取量(mg)
C：1錠中のエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)約20mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液20mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．メタノール120mLを加え，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に200mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用エバスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液5mL及びメタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエバスチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2/5$

M_S：定量用エバスチンの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→40000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水900mLに溶かし，薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液375mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル625mLを加えた液にラウリル硫酸ナトリウム0.72gを溶かす．
流量：エバスチンの保持時間が約9分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エバスチンの順に溶出し，その分離度は5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエバスチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

エバスチン口腔内崩壊錠

Ebastine Orally Disintegrating Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$：469.66)を含む．

製法　本品は「エバスチン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「エバスチン」30mgに対応する量をとり，メタノール70mLを加え，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLにメタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長251～255nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を粉末とし，表示量に従い「エバスチン」50mgに対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用メタノール30mLを加え，10分間振り混ぜた後，移動相を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエバスチン以外のピークの面積は，標準溶液のエバスチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のエバスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエバスチンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件
カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)
面積測定範囲：溶媒のピークの後からエバスチンの保持時間の約3倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たエバスチンのピーク面積が，標準溶液のエバスチンのピーク面積の15～25%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エバスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エバスチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液$V/10$ mLを加え，時々振り混ぜながら，超音波処理により粒子を小さく分散させる．メタノール$3V/5$ mLを加え，10分間振り混ぜた後，

1mL中にエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)約0.1mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：定量用エバスチンの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

崩壊性　別に規定する．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用エバスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用エバスチンの秤取量(mg)
C：1錠中のエバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)約20mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液20mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．メタノール120mLを加え，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に200mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用エバスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液5mL及びメタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエバスチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エバスチン($C_{32}H_{39}NO_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

M_S：定量用エバスチンの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水900mLに溶かし，薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液375mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル625mLを加えた液にラウリル硫酸ナトリウム0.72gを溶かす．

流量：エバスチンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エバスチンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエバスチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

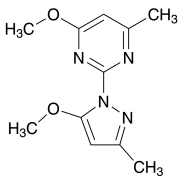
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エピリゾール

Epirizole

メピリゾール



$C_{11}H_{14}N_4O_2$：234.25

4-Methoxy-2-(5-methoxy-3-methyl-1*H*-pyrazol-1-yl)-6-methylpyrimidine

[*18694-40-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エピリゾール($C_{11}H_{14}N_4O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品は希塩酸又は硫酸に溶ける．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である．

確認試験

（1）　本品0.1gにバニリン0.1g，水5mL及び硫酸2mLを加えてしばらく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.1gを水10mLに溶かし，2,4,6－トリニトロフェ

ノール試液10mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水50mLで洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は163～169℃である．

（3） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉 88～91℃

純度試験

（1） 溶状 本品0.20gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.5gを硝酸カリウム0.7g及び無水炭酸ナトリウム1.2gをすり混ぜた混合物に加えてよくかき混ぜ，これを少量ずつ赤熱した白金るつぼに加え，反応が終わるまで赤熱する．冷後，残留物に希硫酸15mL及び水5mLを加え，5分間煮沸してろ過し，不溶物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，これに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，0.01mol/L塩酸0.25mL及び水を加えて50mLとする(0.018%以下).

（3） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5） 類縁物質 本品1.0gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル／エタノール(95)／水混液(23：10：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（6） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品0.10gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

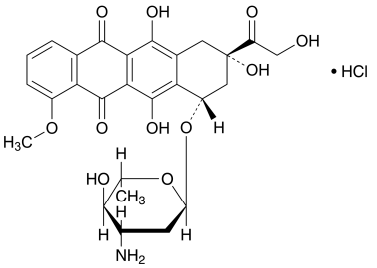
0.1mol/L過塩素酸1mL＝23.43mg $C_{11}H_{14}N_4O_2$

貯法 容器 密閉容器.

エピルビシン塩酸塩

Epirubici Hydrochloride

塩酸エピルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98

(2*S*,4*S*)-4-(3-Amino-2,3,6-trideoxy-α-L-*arabino*-hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

[*56390-09-1*]

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物1mg当たり970～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，エピルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は微帯黄赤色～帯褐赤色の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びエピルビシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋310～＋340°(脱水及び脱残留溶媒物に換算したもの10mg，メタノール，20mL，100mm).

pH〈2.54〉 本品10mgを水2mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品50mgを水5mLに溶かすとき，液は濃赤色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 類縁物質 定量法の試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりエピルビシン及び2－ナフタレンスルホン酸以外のピークの合計量を求めるとき，5.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエピルビシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液1mLに移動相を加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たエピルビシンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のエピルビシンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

（4）　残留溶媒〈2.46〉　本品約0.3gを精密に量り，内標準溶液0.6mLを正確に加えた後，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて溶かして6mLとし，試料溶液とする．別にメタノール1mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に25mLとし，標準原液とする．アセトン125μL，エタノール(99.5)30μL，1－プロパノール32μL及び標準原液17μLをそれぞれ正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，エタノール，1－プロパノール及びメタノールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Sa}，Q_{Tb}及びQ_{Sb}，Q_{Tc}及びQ_{Sc}並びにQ_{Td}及びQ_{Sd}を求める．次式によりアセトン，エタノール，1－プロパノール及びメタノールの量を求めるとき，それぞれ1.5%以下，0.5%以下，0.5%以下及び0.1%以下である．

アセトンの量(%)＝ $1／M_T \times Q_{Ta}／Q_{Sa} \times 593$

エタノールの量(%)＝ $1／M_T \times Q_{Tb}／Q_{Sb} \times 142$

1－プロパノールの量(%)＝ $1／M_T \times Q_{Tc}／Q_{Sc} \times 154$

メタノールの量(%)＝ $1／M_T \times Q_{Td}／Q_{Sd} \times 2.23$

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　1,4－ジオキサンの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→100)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを厚さ1μmで被覆する．

カラム温度：注入後，40℃を11分間，その後，毎分10℃で90℃まで昇温し，必要ならば，次に毎分50℃で130℃まで昇温する．その後，130℃を30分間保持する．

注入口温度：120℃付近の一定温度

検出器温度：150℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：内標準物質の保持時間が約8分になるように調整する．

スプリット比：1：15

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，エタノール，1－プロパノール，内標準物質の順に流出し，アセトンと内標準物質の分離度は30以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アセトン，メタノール，エタノール及び1－プロパノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ4.0%以下である．

水分〈2.48〉　8.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びエピルビシン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエピルビシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エピルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)の量[μg(力価)]

＝$M_S \times Q_T／Q_S \times 1000$

M_S：エピルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2－ナフタレンスルホン酸ナトリウムの水／アセトニトリル／メタノール／リン酸混液(540：290：170：1)溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に6μmの液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2gを量り，水／アセトニトリル／メタノール／リン酸混液(540：290：170：1)を加えて溶かし，1000mLとする．

流量：エピルビシンの保持時間が約9.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エピルビシンの順に溶出し，その分離度は20以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエピルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

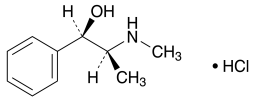
貯法

保存条件　0～5℃に保存する．

容器　気密容器．

エフェドリン塩酸塩

Ephedrine Hydrochloride
塩酸エフェドリン



$C_{10}H_{15}NO$・HCl：201.69
(1*R*,2*S*)-2-Methylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride
[*50-98-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO$・HCl)99.0%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，酢酸(100)に溶けにくく，アセトニトリル又は無水酢酸にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液(1→15)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－33.0～－36.0°(乾燥後，1g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

融点〈*2.60*〉 218～222℃

純度試験

（1） 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩 本品0.05gを水40mLに溶かし，希塩酸1mL及び塩化バリウム試液1mLを加え，10分間放置するとき，液は変化しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（4） 類縁物質 本品0.05gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液のエフェドリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→128)／アセトニトリル／リン酸混液(640：360：1)

流量：エフェドリンの保持時間が約14分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエフェドリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のエフェドリンのピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの性能：定量用塩酸エフェドリン1mg及び硫酸アトロピン4mgを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エフェドリン，アトロピンの順に溶出し，それぞれのピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.17mg $C_{10}H_{15}NO$・HCl

貯法 容器 密閉容器．

エフェドリン塩酸塩散10%

10% Ephedrine Hydrochloride Powder
塩酸エフェドリン散
塩酸エフェドリン散10%

本品は定量するとき，エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO$・HCl：201.69)9.3～10.7%を含む．

製法

エフェドリン塩酸塩	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験 本品0.5gに水100mLを加え，20分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長249～253nm．255～259nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

定量法 本品約0.4gを精密に量り，水150mLを加え，時々振

り混ぜながら10分間超音波抽出し，10分間振り混ぜた後，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は15以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

エフェドリン塩酸塩錠

Ephedrine Hydrochloride Tablets
塩酸エフェドリン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するエフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$：201.69)を含む．

製法　本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05gに対応する量をとり，水100mLを加え，20分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長249～253nm，255～259nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にエフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)約0.25mgを含む液となるように水V mLを加え，次に，内標準溶液V／4mLを正確に加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，更に10分間超音波処理する．この液を10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水に溶かし正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→2000)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエフェドリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 90$

M_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)
C：1錠中のエフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エフェドリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)約40mgに対応する量を精密に量り，水150mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波抽出し，10分間振り混ぜた後，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は15以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

エフェドリン塩酸塩注射液

Ephedrine Hydrochloride Injection

塩酸エフェドリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するエフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO$・HCl：201.69)を含む．

製法　本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：4.5～6.5

確認試験　本品の表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05gに対応する容量をとり，水を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長249～253nm，255～259nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈*4.01*〉　7.5EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のエフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO$・HCl)約40mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて200mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エフェドリン塩酸塩($C_{10}H_{15}NO$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は15以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

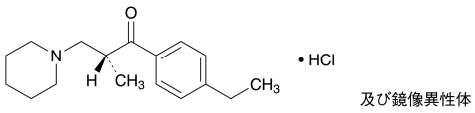
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

エペリゾン塩酸塩

Eperisone Hydrochloride

塩酸エペリゾン



$C_{17}H_{25}NO$・HCl：295.85

(2*RS*)-1-(4-Ethylphenyl)-2-methyl-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride

[*56839-43-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エペリゾン塩酸塩($C_{17}H_{25}NO$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

融点：約167℃(分解)．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

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

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

下).

（２）　塩酸ピペリジン　本品1.0gを水20mLに溶かし，薄めた塩酸(1→2)2.0mL，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→20)2.0mL及びアンモニア水(28)1.5mLを加え，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン溶液(1→1000)2.0mLをとり，水18mLを加え，薄めた塩酸(1→2)2.0mL，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→20)2.0mL及びアンモニア水(28)1.5mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液にイソプロピルエーテル／二硫化炭素混液(3：1)10mLずつを加え，30秒間振り混ぜ，2分間放置した後，それぞれの上層の液の色を比較するとき，試料溶液から得た液の色は標準溶液から得た液の色より濃くない．

（３）　類縁物質　本品0.1gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエペリゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエペリゾンのピーク面積の1／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：メタノール／0.0375mol/L 1－デカンスルホン酸ナトリウム試液／過塩素酸混液(600：400：1)

流量：エペリゾンの保持時間が約17分になるように調整する．

面積測定範囲：エペリゾンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たエペリゾンのピーク面積が，標準溶液のエペリゾンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エペリゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エペリゾンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　0.20%以下(0.1g，電量滴定法).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

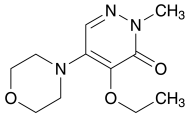
定量法　本品約0.6gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.59mg $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器.

エモルファゾン

Emorfazone



$C_{11}H_{17}N_3O_3$：239.27

4-Ethoxy-2-methyl-5-(morpholin-4-yl)pyridazin-3(2*H*)-one

[*38957-41-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，水又は無水酢酸に溶けやすい．

本品は1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に黄色となり，分解する．

確認試験

（１）　本品20mgを1mol/L塩酸試液2mLに溶かし，ライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の浮遊物を生じる．

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

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

融点〈*2.60*〉　89～92℃(乾燥後).

純度試験

（１）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.50mLを加える(0.018%以下).

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（４）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品0.5gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエモルファゾン以外のピークの面積は，標準溶液のエモルファゾンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のエモルファゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエモルファゾンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／メタノール混液(11：10)
流量：エモルファゾンの保持時間が約5分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からエモルファゾンの保持時間の約2.5倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たエモルファゾンのピーク面積が，標準溶液のエモルファゾンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．
システムの性能：本品16mg及び2,4－ジニトロフェニルヒドラジン30mgをメタノール100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エモルファゾン，2,4－ジニトロフェニルヒドラジンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エモルファゾンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，無水酢酸60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝23.93mg $C_{11}H_{17}N_3O_3$

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

エモルファゾン錠
Emorfazone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するエモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$：239.27)を含む．

製法 本品は「エモルファゾン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エモルファゾン」0.1gに対応する量をとり，水100mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液1mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長237～241nm及び310～314nmに吸収の極大を示し，288～298nmに吸収の肩を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にエモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)約4mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，よく振り混ぜて崩壊させる．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 5$

M_S：定量用エモルファゾンの秤取量(mg)

内標準溶液 2,4－ジニトロフェニルヒドラジンのメタノール溶液(3→2000)．用時製する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にエモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用エモルファゾンを60℃で4時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長239nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用エモルファゾンの秤取量(mg)
C：1錠中のエモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)の表示量(mg)

定量法 本品10個をとり，メタノール200mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，メタノールを加えて正確に250mLとし，遠心分離する．エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)約8mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用エモルファゾンを60℃で4時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエモルファゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

M_S：定量用エモルファゾンの秤取量(mg)

内標準溶液 2,4－ジニトロフェニルヒドラジンのメタノール溶液(3→2000)．用時製する．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：313nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

リカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：10)

流量：エモルファゾンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エモルファゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエモルファゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

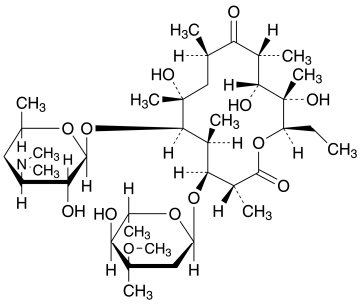
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エリスロマイシン

Erythromycin



$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

[*114-07-8*]

本品は，*Saccharopolyspora erythraea*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン($C_{37}H_{67}NO_{13}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエリスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びエリスロマイシン標準品10mgずつをメタノール1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)混液(50：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，100℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－71～－78°(脱水物に換算したもの1g，エタノール(95)，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第5法により検液を調製し，試験を行う．ただし，薄めた塩酸(1→2)の代わりに塩酸を用いる(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品40mgをメタノール2mLに溶かした後，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別にエリスロマイシン標準品16mgをメタノール2mLに溶かし，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて正確に10mLとし，標準原液とする．エリスロマイシンB及びエリスロマイシンC 5mgずつをメタノール2mLに溶かした後，標準原液2mLを正確に加え，pH7.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(15：1)を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシンB及びエリスロマイシンCのピーク面積は，それぞれ標準溶液のエリスロマイシンB及びエリスロマイシンCのピーク面積より大きくない．また，エリスロマイシン，エリスロマイシンB及びエリスロマイシンC以外の各々のピーク面積は，標準溶液のエリスロマイシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に8μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：70℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム3.5gを水に溶かして100mLとし，薄めたリン酸(1→10)でpH9.0に調整する．この液50mLに，*t*－ブチルアルコール190mL及びアセトニトリル30mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：エリスロマイシンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエリスロマイシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能：*N*−デメチルエリスロマイシン2mgを標準溶液10mLに溶かす．この液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N*−デメチルエリスロマイシン，エリスロマイシンC，エリスロマイシン，エリスロマイシンBの順に溶出し，*N*−デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシンCの分離度は0.8以上，*N*−デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシンの分離度は5.5以上である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，エリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 10.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(1g).

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

(ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

(iii) 標準溶液 エリスロマイシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール25mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール25mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 密閉容器.

エリスロマイシン腸溶錠

Erythromycin Enteric-Coated Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するエリスロマイシン($C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93)を含む．

製法 本品は「エリスロマイシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エリスロマイシン」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にエリスロマイシン標準品10mgをとり，メタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．以下「エリスロマイシン」の確認試験(2)を準用する．

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0%以下(0.2g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

崩壊性〈*6.09*〉 試験を行うとき，適合する．ただし，崩壊試験第2液による試験には補助盤を用いる．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌，培地及び標準溶液は，「エリスロマイシン」の定量法を準用する．

(ii) 試料溶液 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「エリスロマイシン」約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール25mLを加えて激しく振り混ぜ，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．ろ液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

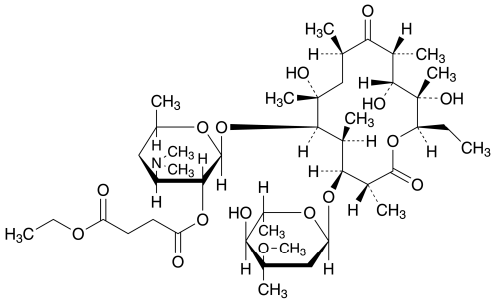
貯法 容器 密閉容器.

エリスロマイシンエチルコハク酸エステル

Erythromycin Ethylsuccinate

エチルコハク酸エリスロマイシン

コハク酸エリスロマイシンエチル



$C_{43}H_{75}NO_{16}$：862.05

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-[3,4,6-Trideoxy-2-*O*-(3-ethoxycarbonylpropanoyl)-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy]-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

[*41342-53-4*]

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり780～900μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン($C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

(1) 本品3mgをアセトン2mLに溶かし，塩酸2mLを加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（2）　本品をデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

（ii）　培地　培地(1)の3)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

（iii）　標準溶液　エリスロマイシン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

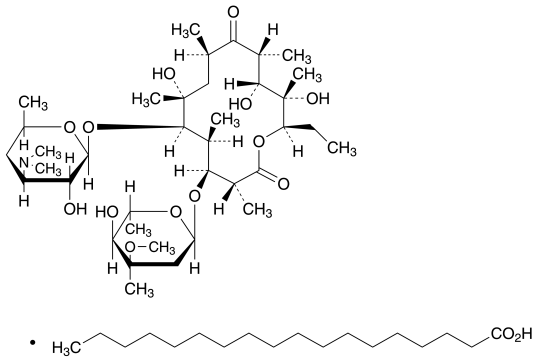
（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

エリスロマイシンステアリン酸塩

Erythromycin Stearate

ステアリン酸エリスロマイシン



$C_{37}H_{67}NO_{13}$・$C_{18}H_{36}O_2$：1018.40

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide monostearate

[*643-22-1*]

本品は，エリスロマイシンのステアリン酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり600～720μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン($C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品3mgをアセトン2mLに溶かし，塩酸2mLを加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（2）　本品をデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

（ii）　培地　培地(1)の3)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

（iii）　標準溶液　エリスロマイシン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

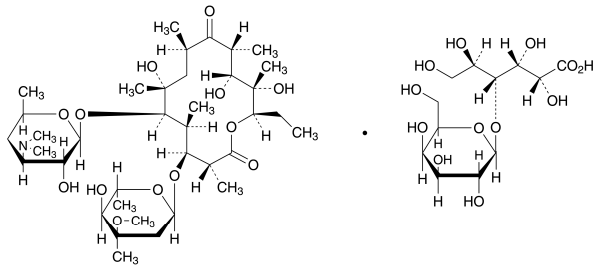
（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

エリスロマイシンラクトビオン酸塩

Erythromycin Lactobionate

ラクトビオン酸エリスロマイシン



$C_{37}H_{67}NO_{13}$・$C_{12}H_{22}O_{12}$：1092.22

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide mono(4-*O*-β-D-galactopyranosyl-D-gluconate)

[*3847-29-8*]

本品は，エリスロマイシンのラクトビオン酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり590～700μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン($C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，アセトンに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品　3mgにアセトン2mLを加え，更に塩酸2mLを加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～暗紫色に変わる．

（2）　本品約0.3gにアンモニア試液15mLを加えた後，クロロホルム15mLを加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液をクロロホルム15mLで3回洗った後，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール／水混液(3：2)10mLに溶かし，試料溶液とする．別にラクトビオン酸0.10gをメタノール／水混液(3：2)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(3：3：1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，105℃で20分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットは暗褐色を呈し，標準溶液から得た主スポットの色調及びR_f値と等しい．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

（ii）　培地　培地(1)の3)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

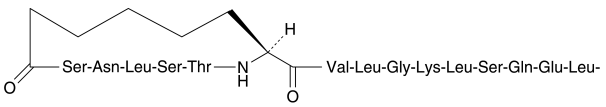
（iii）　標準溶液　エリスロマイシン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

エルカトニン

Elcatonin



His-Lys-Leu-Gln-Thr-Tyr-Pro-Arg-Thr-Asp-Val-Gly-Ala-Gly-Thr-Pro-NH_2

$C_{148}H_{244}N_{42}O_{47}$：3363.77

[*60731-46-6*]

本品は定量するとき，水分，酢酸を除いたペプチド1mg当たり5000～7000エルカトニン単位を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液(1→500)のpHは4.5～7.0である．

確認試験　本品5mgを水5mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

構成アミノ酸　本品約1mgを加水分解用試験管にとり，フェノール塩酸試液を加えて溶かし，窒素置換後，減圧下密封し，110±2℃で24時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧で蒸発乾固し，残留物に0.02mol/L塩酸試液約1mLを加えて溶かし，試料溶液とする．別にL－アスパラギン酸1.33mg，L－トレオニン1.19mg，L－セリン1.05mg，L－グルタミン酸1.47mg，L－プロリン1.15mg，グリシン0.75mg，L－アラニン0.89mg，L－バリン1.17mg，L－2－アミノスベリン酸1.89mg，L－ロイシン1.31mg，L－チロジン1.81mg，塩酸L－リジン1.83mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物2.10mg及び塩酸L－アルギニン2.11mgを正確に量り，

0.02mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには構成する14種のアミノ酸のピークを認める．また，それぞれの構成するアミノ酸のアラニンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は1.7～2.2，トレオニンは3.5～4.2，セリンは2.4～3.0，グルタミン酸は2.7～3.2，プロリンは1.7～2.2，グリシンは2.7～3.2，バリンは1.6～2.2，2－アミノスベリン酸は0.8～1.2，ロイシンは4.5～5.2，チロジンは0.7～1.2，リジンは1.7～2.2，ヒスチジンは0.8～1.2及びアルギニンは0.7～1.2である．

操作条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：440nm及び570nm)

カラム：内径約4mm，長さ約8cmのステンレス管に3μmのスチレンジビニルベンゼン共重合体にスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：50～65℃の範囲で変化させる．

化学反応槽温度：130℃付近の一定温度

発色時間：約1分

移動相：それぞれのナトリウムイオン濃度が0.10mol/L，0.135mol/L，1.26mol/L及び0.20mol/Lの緩衝液A，緩衝液B，緩衝液C及び緩衝液D．ただし，緩衝液A，緩衝液B，緩衝液C及び緩衝液Dを用いてナトリウムイオン濃度として0.10mol/Lから1.26mol/Lまで段階的に変化させる．

	緩衝液の組成			
	A	B	C	D
クエン酸一水和物	8.85g	7.72g	6.10g	－
クエン酸三ナトリウム二水和物	3.87g	10.05g	26.67g	－
水酸化ナトリウム	－	－	2.50g	8.00g
塩化ナトリウム	3.54g	1.87g	54.35g	－
エタノール(95)	60.0mL	－	－	60.0mL
チオジグリコール	5.0mL	5.0mL	－	－
精製水	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

反応試薬：酢酸リチウム二水和物407g，酢酸(100)245mL及び1－メトキシ－2－プロパノール801mLを混和した後，水を加えて2000mLとし約20分間窒素を通じながらかき混ぜ，A液とする．別に，1－メトキシ－2－プロパノール1957mLに，ニンヒドリン77g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134gを加え，約20分間窒素を通じながらかき混ぜ，B液とする．A液及びB液を使用前混和する．

移動相流量：アルギニンの保持時間が約75分になるように調整する．

反応試薬流量：毎分約0.2mL

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，バリン，2－アミノスベリン酸，ロイシン，チロジン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

純度試験

（1）　酢酸　本品3～6mgを25±2℃，相対湿度50±5%の条件下で速やかに精密に量り，内標準溶液1mLを正確に加えて混和し，試料溶液とする．別に酢酸(100)約0.5gを精密に量り，内標準溶液を加えて溶かし正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，酢酸の量は7.0%以下である．

酢酸(CH_3COOH)の量(%)＝M_{ST}／M_{SA} × Q_T／Q_S × 50

M_{ST}：酢酸(100)の秤取量(g)

M_{SA}：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　クエン酸一水和物溶液(1→4000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム13.2gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．

流量：酢酸の保持時間が約4分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸，クエン酸の順に溶出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

（2）　類縁物質　本品1.0mgをトリフルオロ酢酸試液／アセトニトリル混液(2：1)1mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.3mLを正確に量り，トリフルオロ酢酸試液／アセトニトリル混液(2：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエルカトニン以外の個々のピーク面積は，標準溶液のエルカトニンのピーク面積の1／3より大きくない．また，試料溶液のエルカトニン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエルカトニンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：トリフルオロ酢酸試液／アセトニトリル混液(混合比を85：15から30分後に55：45になるようにする)

流量：エルカトニンの保持時間が約25分になるように調整する．

カラムの選定：本品2mgをエルカトニン試験用トリプシン試液200μLに溶かす．この液を37℃で1時間加温し，

その後，酢酸(100)1滴を加え，95℃で1分間加熱する．この液10μLに試料溶液50μLを加え，混ぜ合わせる．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エルカトニンのピークの直前に溶出するピークとエルカトニンのピークの分離度が2.0以上であり，かつ，エルカトニンの保持時間が約25分のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たエルカトニンのピーク高さが50～200mmになるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロマトグラム上に現れる濃度勾配が規則的に変化し続ける範囲

水分〈2.48〉　本品1～3mgを速やかに精密に量り，電量滴定法により試験を行うとき，水分は8.0%以下である．ただし，秤量は25±2℃，相対湿度50±5%の条件下で行う．

窒素含量　本品の0.015～0.02gを25±2℃，相対湿度50±5%の条件下で速やかに量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，水分及び酢酸を除いたペプチドに対し，16.1～18.7%である．

定量法

(ⅰ)　試験動物　体重90～110gの健康なスプラグ・ドゥリー系雄ラットを用い，試験前3日間以上飼育室で一定の飼料及び水を与えて飼育する．

(ⅱ)　エルカトニン用溶解液　酢酸ナトリウム三水和物2.72gに水を加えて溶かし200mLとし，ウシ血清アルブミン0.2gを加え酢酸(100)でpHが6.0になるように調整する．用時製する．

(ⅲ)　標準溶液　エルカトニン標準品にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし，その1mL中に正確に0.075単位及び0.0375単位を含む溶液とし，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

(ⅳ)　試料溶液　本品の0.5～2.0mgを25±2℃，相対湿度50±5%の条件下で速やかに精密に量り，エルカトニン用溶解液を加えて溶かし，その1mL中に高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lに相当する単位を含む溶液を調製し，それぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(ⅴ)　エルカトニン用除たん白液　トリクロロ酢酸160g及び塩化ストロンチウム30.6gに水を加えて3600mLとする．

(ⅵ)　操作法　試験動物を4群に分け，各群は10匹以上で同数とする．各試験動物は注射前18～24時間飼料を与えないで，試験中は最後の採血が終わるまで水をも与えない．また，試験中は試験動物に強い刺激を与えないように注意して取り扱う．

投与は次に示すように標準溶液及び試料溶液を各試験動物の尾静脈に1匹当たり正確に0.2mLずつ注射する．

第1群　S_H
第2群　S_L
第3群　T_H
第4群　T_L

注射1時間後，エーテル麻酔下で各試験動物の頸動脈及び頸静脈から試験を行うのに十分な量の血液をとり，この血液を遠心分離して血清を分取し，(ⅶ)によってその血清カルシウムを定量する．

(ⅶ)　血清カルシウム定量法　血清0.3mLを正確にとり，エルカトニン用除たん白液を加えて正確に3mLとし，よく振り混ぜた後遠心分離し，その上澄液をカルシウム定量用試料溶液とする．別に原子吸光光度用カルシウム標準液1mLを正確にとり，塩化ナトリウム溶液(17→2000)を加えて正確に10mLとする．この液5mLを正確に量り，エルカトニン用除たん白液を加えて正確に50mLとし，カルシウム定量用標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により吸光度A_T及びA_Sを測定する．また，水1mLをとり，以下標準溶液と同様に操作して得た液につき吸光度A_0を測定する．

血清100mL中のカルシウム(Ca)の量(mg)

$$=0.01\times(A_T-A_0)/(A_S-A_0)\times 10\times 100$$

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：カルシウム中空陰極ランプ
波長：422.7nm

(ⅷ)　計算法：(ⅶ)血清カルシウム定量法において，S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た血清100mL中のカルシウムの量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

水分，酢酸を除いたペプチド1mg当たりの単位数

$$=\text{antilog}\,M\times S_H\text{1mL中の単位数}\times b/a$$

$$M=0.3010\times Y_a/Y_b$$
$$Y_a=-Y_1-Y_2+Y_3+Y_4$$
$$Y_b=Y_1-Y_2+Y_3-Y_4$$

a：本品の秤取量(mg)×[100－{水分含量(%)＋酢酸含量(%)}／100]

b：試料にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし，高用量試料溶液を製した時の全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対する表中のFより小さい．また，次の式によってL(P＝0.95)を計算するとき，Lは0.20以下である．もし，F'がFを，またLが0.20を越えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，あるいは実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F'=(-Y_1+Y_2+Y_3-Y_4)^2/4fs^2$$

f: 各群の試験動物の数

$$s^2=\Sigma\{\Sigma y^2-(Y-f)\}/n$$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し合計した値

$$Y=Y_1^2+Y_2^2+Y_3^2+Y_4^2$$
$$n=4(f-1)$$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F$	n	$t^2=F$	n	$t^2=F$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　8℃以下で保存する．

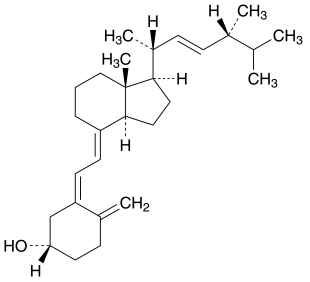
容器　気密容器．

エルゴカルシフェロール

Ergocalciferol

カルシフェロール

ビタミンD_2



$C_{28}H_{44}O$：396.65

(3*S*,5*Z*,7*E*,22*E*)-9,10-Secoergosta-5,7,10(19),22-tetraen-3-ol

[*50-14-6*]

本品は定量するとき，エルゴカルシフェロール($C_{28}H_{44}O$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又はクロロホルムに溶けやすく，イソオクタンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって変化する．

融点：115～118℃　本品を毛細管に入れ，デシケーター(減圧・2.67kPa以下)で3時間乾燥した後，毛細管を直ちに融封し，予想した融点の約10℃下の温度に加熱した浴中に入れ，1分間に3℃上昇するように加熱し，測定する．

確認試験

（1）　本品0.5mgをクロロホルム5mLに溶かし，無水酢酸0.3mL及び硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエルゴカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(265nm)：455～485(10mg，エタノール(95)，1000mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋102～＋107°(0.3g，エタノール(95)，20mL，100mm)．この試験は開封後30分以内に溶かし，溶液調製後30分以内に測定する．

純度試験　エルゴステロール　本品10mgをとり，薄めたエタノール(9→10)2.0mLに溶かし，ジギトニン20mgを薄めたエタノール(9→10)2.0mLに溶かした液を加え，18時間放置するとき，沈殿を生じない．

定量法　本品及びエルゴカルシフェロール標準品約30mgずつを精密に量り，それぞれをイソオクタンに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液3mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10～20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．ただし，操作はできるだけ空気又は他の酸化剤との接触を避け，遮光容器を用いて速やかに行う．

エルゴカルシフェロール($C_{28}H_{44}O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：エルゴカルシフェロール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／*n*－アミルアルコール混液(997：3)

流量：エルゴカルシフェロールの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：エルゴカルシフェロール標準品15mgをイソオクタン25mLに溶かす．この液をフラスコに移し，還流冷却器を付け，油浴中で2時間加熱し，速やかに室温まで冷却する．この液を石英試験管に移し，短波長ランプ(主波長254nm)及び長波長ランプ(主波長365nm)を用いて3時間照射する．この液10mLに移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エルゴカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミンD_2，トランスービタミンD_2及びタチステロール$_2$の保持時間の比は約0.5，約0.6及び約1.1であり，また，プレビタミンD_2とトランスービタミンD_2及びエルゴカルシフェロールとタチステロール$_2$の分離度はそれぞれ0.7以上及び1.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積

に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

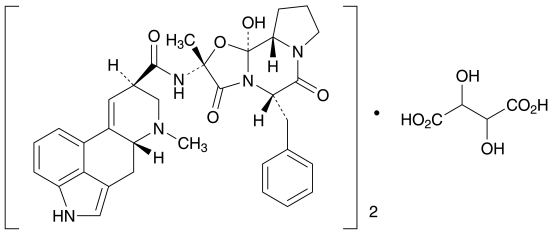
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容器　密封容器．

エルゴタミン酒石酸塩

Ergotamine Tartrate

酒石酸エルゴタミン



$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$：1313.41

(5′*S*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methylergotaman-3′,6′,18-trione hemitartrate

[*379-79-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，エルゴタミン酒石酸塩[$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$]98.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色～微黄白色若しくは灰白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(95)に溶けにくい．

融点：約180℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1mgを酢酸(100)／酢酸エチル混液(1：1)10mLに溶かし，この液0.5mLをとり，冷水中で振り混ぜながら硫酸0.5mLを加えて放置するとき，液は紫色を呈する．更にこの液に薄めた塩化鉄(Ⅲ)試液(1→12)0.1mLを加えるとき，液の色は青色～青紫色に変わる．

（2）　本品1mgを酒石酸溶液(1→100)5mLに溶かし，この液1mLに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　エルゴタミン塩基〔α〕$^{20}_{D}$：－155～－165°

本品0.35gをL－酒石酸溶液(1→100)25mLに溶かし，炭酸水素ナトリウム0.5gを加えて穏やかに十分に振り混ぜ，エタノール不含クロロホルム10mLずつで4回抽出する．各クロロホルム抽出液は順次，エタノール不含クロロホルムで潤した小ろ紙を用いて50mLのメスフラスコにろ過し，20℃の水浴中に10分間放置した後，20℃のエタノール不含クロロホルムを加えて50mLとする．この液につき，層長100mmで旋光度を測定する．別にこの液25mLを正確に量り，減圧，45℃以下で蒸発乾固する．残留物を酢酸(100)25mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液1滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.05mol/L過塩素酸の消費量と旋光度からエルゴタミン塩基の比旋光度を計算する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝29.08mg $C_{33}H_{35}N_5O_5$

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品40mgをL－酒石酸の薄めたメタノール(1→2)溶液(1→1000)10mLに，よく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，L－酒石酸の薄めたメタノール(1→2)溶液(1→1000)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1g，減圧，60℃，4時間)．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，酢酸(100)／無水酢酸混液(50：3)15mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液1滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝32.84mg $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法

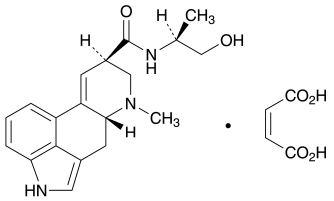
保存条件　遮光して，ほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩

Ergometrine Maleate

マレイン酸エルゴメトリン



$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48

(8*S*)-*N*-[(1*S*)-2-Hydroxy-1-methylethyl]-6-methyl-9,10-didehydroergoline-8-carboxamide monomaleate

[*129-51-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約185℃(分解)．

本品は光によって徐々に黄色となる．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)は青色の蛍光を発する．

（2）　本品1mgを水5mLに溶かし，この液1mLに4－ジメチ

ルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加えて振り混ぜ，5～10分間放置するとき，液は深青色を呈する．

（３）　本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋48～＋57°(乾燥後，0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（２）　エルゴタミン又はエルゴトキシン　本品0.02gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)2mLを加え，沸騰するまで加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（３）　類縁物質　本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品5.0mgずつをとり，メタノール1mLを正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル及び希水酸化ナトリウム試液を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに*p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．また，試料溶液には，標準溶液のスポットに対応する位置以外にスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(0.2g，シリカゲル，4時間)．

定量法　本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に250mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液4mLを正確に加え，45℃で10分間加温した後，室温で20分間放置する．これらの液につき，水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩錠

Ergometrine Maleate Tablets

マレイン酸エルゴメトリン錠

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$：441.48)を含む．

製法　本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」3mgに対応する量をとり，温湯15mLを加えて振り混ぜ，ろ過するとき，ろ液は青色の蛍光を発する．また，このろ液につき，「エルゴメトリンマレイン酸塩」の確認試験(2)及び(3)を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり，1mL中にエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)約40μgを含む液となるようにL－酒石酸溶液(1→100)V mLを正確に加え，密栓して30分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し，その約4mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液4mLずつを正確に量り，褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液8mLを正確に加え，振り混ぜた後，常温で1時間放置する．これらの液につき，水4mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

エルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)約2mgに対応する量を精密に量り，ガラスろ過器(G4)に入れ，L－酒石酸溶液(1→100)10mLを加え，よくかき混ぜながらろ過する．更に同様の操作を3回繰り返し，全ろ液を合わせ，L－酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し，その約2mgを精密に量り，L－酒石酸溶液(1→100)に溶かし正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLを正確に量り，以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」の定量法を準用する．

エルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩注射液

Ergometrine Maleate Injection

マレイン酸エルゴメトリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$：441.48)を含む．

製法　本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：2.7～3.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」3mgに対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して15mLとし，試料溶液とする．試料溶液は青色の蛍光を発する．

（2）　(1)の試料溶液1mLにアンモニア試液1mLを加え，ジエチルエーテル20mLで抽出する．ジエチルエーテル抽出液に希硫酸1mLを加えて振り混ぜた後，水浴上でジエチルエーテルを留去し，冷後，残留液に4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加え，5～10分間放置するとき，液は深青色を呈する．

（3）　(1)の試料溶液5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

エンドトキシン〈4.01〉　1500EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)約2mgに対応する容量を正確に量り，この液に塩化ナトリウムを1mLにつき0.3gの割合で加え，次にジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え，振り混ぜて抽出する．更にジエチルエーテル15mLずつで3回抽出し，全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム5gを加え，脱脂綿を用いてろ過し，ジエチルエーテル5mLずつで3回洗う．洗液をろ液に合わせ，希硫酸5mLを加えて振り混ぜた後，加温しながら窒素を送りジエチルエーテルを留去する．残留液に水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し，その約2mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」の定量法を準用する．

エルゴメトリンマレイン酸塩($C_{19}H_{23}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

塩化亜鉛

Zinc Chloride

$ZnCl_2$：136.29

本品は定量するとき，塩化亜鉛($ZnCl_2$)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末，棒状又は塊で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすいが，わずかに混濁することがある．この混濁は塩酸少量を加えるとき澄明となる．

本品1.0gを水2mLに溶かした液のpHは3.3～5.3である．

本品は潮解性である．

確認試験　本品の水溶液(1→30)は亜鉛塩及び塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水10mL及び塩酸2滴を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

（3）　アンモニウム　本品0.5gを水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→6)10mLを加えて加温するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4）　重金属　本品0.5gをネスラー管にとり，水5mLに溶かし，シアン化カリウム試液15mLを加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液1滴を加え，5分間後に白色の背景を用いて上方から直ちに観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：鉛標準液2.5mLに水3mL及びシアン化カリウム試液15mLを加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液1滴を加える(50ppm以下)．

（5）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品2.0gを水120mLに溶かし，硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ，水を加えて200mLとし，よく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液100mLをとり，硫酸3滴を加え，蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで600℃で強熱するとき，その量は10.0mg以下である．

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（7）　オキシ塩化物　本品0.25gに水5mL及びエタノール(95)5mLを加え，穏やかに振り混ぜ，1mol/L塩酸0.30mLを加えるとき，液は澄明である．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，希塩酸0.4mL及び水を加えて溶かし正確に200mLとし，この液20mLを正確に量り，水80mL，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝1.363mg $ZnCl_2$

貯法　容器　気密容器.

塩化インジウム(^{111}In)注射液

Indium (^{111}In) Chloride Injection

本品は水性の注射剤である.

本品はインジウム－111を塩化インジウムの形で含む.

本品は放射性医薬品基準の塩化インジウム(^{111}In)注射液の条に適合する.

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない.

性状　本品は無色澄明の液である.

塩化カリウム

Potassium Chloride

KCl：74.55

本品を乾燥したものは定量するとき，塩化カリウム(KCl)99.0%以上を含む.

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は塩辛い.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→10)は中性である.

確認試験　本品の水溶液(1→50)はカリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸又はアルカリ　本品5.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを正確に加えて溶かし，フェノールフタレイン試液3滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液は赤色を呈する.

（3）　臭化物　本品1.0gを水に溶かし，100mLとする．この液5mLに希塩酸3滴及びクロロホルム1mLを加え，トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液3滴を振り混ぜながら滴加するとき，クロロホルム層は黄色～黄赤色を呈しない.

（4）　ヨウ化物　本品0.5gを水10mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液3滴及びクロロホルム1mLを加えて振り混ぜ，30分間放置し，再び振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品4.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下).

（6）　カルシウム又はマグネシウム　本品0.20gを水20mLに溶かし，アンモニア試液2mL，シュウ酸アンモニウム試液2mL及びリン酸水素二ナトリウム試液2mLを加え，5分間放置するとき，液は混濁しない.

（7）　ナトリウム　本品1.0gを水20mLに溶かし，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない.

（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，130℃，2時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水50mLに溶かし，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴).

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝7.455mg KCl

貯法　容器　気密容器.

塩化カルシウム水和物

Calcium Chloride Hydrate

塩化カルシウム

$CaCl_2 \cdot 2H_2O$：147.01

本品は定量するとき，塩化カルシウム水和物($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)96.7～103.3%を含む.

性状　本品は白色の粒又は塊で，においはない.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は潮解性である.

確認試験　本品の水溶液(1→10)はカルシウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは4.5～9.2である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下).

（3）　次亜塩素酸塩　本品0.5gを水5mLに溶かし，希塩酸2～3滴及びヨウ化亜鉛デンプン試液2～3滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない.

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5）　鉄，アルミニウム又はリン酸塩　本品1.0gをネスラー管にとり，水20mL及び希塩酸1滴を加えて溶かした後に煮沸する．冷後，アンモニア試液3滴を加え，沸騰するまで加熱するとき，液は混濁又は沈殿を生じない.

（6）　バリウム　本品0.5gを水5mLに溶かし，希塩酸2滴及び硫酸カリウム試液2mLを加え，10分間放置するとき，液は混濁しない.

（7）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，水40mL及び

8mol/L水酸化カリウム試液2mLを加え，更にNN指示薬0.1gを加えた後，直ちに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝2.940mg $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

貯法 容器 気密容器．

塩化カルシウム注射液
Calcium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する塩化カルシウム($CaCl_2$：110.98)を含む．

本品の濃度は塩化カルシウム($CaCl_2$)の量で表示する．

製法 本品は「塩化カルシウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はカルシウム塩及び塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉 4.5～7.5

エンドトキシン〈4.01〉 0.30EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品の塩化カルシウム($CaCl_2$)約0.4gに対応する容量を正確に量り，以下「塩化カルシウム水和物」の定量法を準用する．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝2.220mg $CaCl_2$

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

塩化タリウム(^{201}Tl)注射液
Thallium (^{201}Tl) Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はタリウム－201を塩化第一タリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準の塩化タリウム(^{201}Tl)注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性状 本品は無色澄明の液である．

塩化ナトリウム
Sodium Chloride
食塩

NaCl：58.44

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し塩化ナトリウム(NaCl)99.0～100.5%を含む．

◆**性状** 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（２） 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

◆（１） 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．◆

（２） 酸又はアルカリ 本品20.0gを新たに煮沸して冷却した水100.0mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20mLにブロモチモールブルー試液0.1mL及び0.01mol/L塩酸0.5mLを加えるとき，液の色は黄色である．また，試料溶液20mLにブロモチモールブルー試液0.1mL及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.5mLを加えるとき，液の色は青色である．

（３） 硫酸塩 (2)の試料溶液7.5mLに水を加えて30mLとし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム0.181gを薄めたエタノール(3→10)に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100mLとする．この液4.5mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4)3mLを加えて振り混ぜ，1分間放置する．この液2.5mLに試料溶液15mL及び酢酸(31)0.5mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム0.181gを水に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（４） リン酸塩 (2)の試料溶液2.0mLに2mol/L硫酸試液5mL及び水を加えて100.0mLとし，これに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液4mL及び塩化スズ(Ⅱ)・塩酸試液0.1mLを加え，10分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：リン酸標準液1.0mLに2mol/L硫酸試液12.5mL及び水を加えて正確に250mLとする．この液100mLに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液4mL及び塩化スズ(Ⅱ)・塩酸試液0.1mLを加え，以下同様に操作する．

（５） 臭化物 (2)の試料溶液0.50mLに水4.0mL，希フェノールレッド試液2.0mL及びトルエンスルホンクロロアミドナ

トリウム三水和物溶液(1→10000)1.0mLを加え，直ちに混和する．2分間放置後，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液0.15mLを加えて混和した後，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に臭化カリウム溶液(3→1000000)5.0mLをとり，希フェノールレッド試液2.0mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(1→10000)1.0mLを加え，直ちに混和する．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長590nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

（６）　ヨウ化物　本品5gに新たに製したデンプン試液／0.5mol/L硫酸試液／亜硝酸ナトリウム試液混液(1000：40：3)0.15mLを滴加して潤し，5分間放置し，直射日光下で観察するとき，青色を呈しない．

（７）　フェロシアン化合物　本品2.0gを水6mLに溶かし，硫酸鉄(Ⅱ)七水和物溶液(1→100)／硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物の薄めた硫酸(1→400)溶液(1→100)混液(19：1)0.5mLを加えるとき，液は10分以内に青色を呈しない．

◆（８）　重金属〈1.07〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(3ppm以下)．◆

（９）　鉄　(2)の試料溶液10mLにクエン酸一水和物溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，アンモニア試液でアルカリ性とした後，水を加えて20mLとする．5分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：鉄標準液1mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液10mLにクエン酸一水和物溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，以下同様に操作する．

(10)　バリウム　(2)の試料溶液5.0mLに水5.0mL及び希硫酸2.0mLを加え，2時間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：(2)の試料溶液5.0mLに水7.0mLを加え，2時間放置する．

(11)　マグネシウム及びアルカリ土類金属　水200mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.1g，pH10の塩化アンモニウム緩衝液10mL，0.1mol/L硫酸亜鉛液1mL及びエリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.2gを加え，40℃に加温する．この液に0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を液の赤紫色が青紫色になるまで滴加する．この液に本品10.0gを水100mLに溶かした液及び0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液2.5mLを加えるとき，液の色は青紫色である．

◆(12)　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．◆

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

定量法　本品約50mgを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

10%塩化ナトリウム注射液

10% Sodium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩化ナトリウム(NaCl：58.44)9.5～10.5w/v%を含む．

製法

塩化ナトリウム	100g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液で，塩味がある．

本品は中性である．

確認試験　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

エンドトキシン〈4.01〉　3.6EU/mL未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水30mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

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

塩酸

Hydrochloric Acid

本品は定量するとき，塩化水素(HCl：36.46)35.0～38.0%を含む．

性状　本品は無色の液で，刺激性のにおいがある．

本品は発煙性であるが，2倍容量の水で薄めると，発煙性はなくなる．

比重　d_{20}^{20}：約1.18

確認試験

（１）　本品の液面にアンモニア試液で潤したガラス棒を近づけるとき，濃い白煙を生じる．

（２）　本品の水溶液(1→100)は青色リトマス紙を赤変し，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（１）　硫酸塩　本品15mLに水を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液3.0mLに水5mL及び塩化バリウム試液5滴を加え，1時間放置するとき，液は混濁しない．

（２）　亜硫酸塩　(1)の試料溶液3.0mLに水5mL及びヨウ素試液1滴を加えるとき，試液の色は消えない．

（３）　臭化物又はヨウ化物　(1)の試料溶液10mLを共栓試験管にとり，クロロホルム1mL及び0.002mol/L過マンガン酸

カリウム液1滴を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．

（4）　臭素又は塩素　(1)の試料溶液10mLを共栓試験管にとり，ヨウ化カリウム試液5滴及びクロロホルム1mLを加えて1分間振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈しない．

（5）　重金属〈1.07〉　本品5mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下).

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品1.7mLをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（7）　水銀　本品20mLに水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法〈2.23〉(冷蒸気方式)により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液8mLをとり，水を加えて正確に100mLとした液につき，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度をA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(0.04ppm以下).

強熱残分〈2.44〉　本品10mLを正確に量り，硫酸2滴を加えて蒸発乾固し，更に強熱するとき，残分は1.0mg以下である．

定量法　共栓フラスコに水20mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約3mLを加えて再び精密に量る．次に水25mLを加え，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液2～3滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝36.46mg HCl

貯法　容器　気密容器.

希塩酸

Dilute Hydrochloric Acid

本品は定量するとき，塩化水素(HCl：36.46)9.5～10.5w/v%を含む.

性状　本品は無色の液で，においはなく，強い酸味がある．

比重　d_{20}^{20}：約1.05

確認試験　本品の水溶液(1→30)は青色リトマス紙を赤変し，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩　本品3.0mLに水5mL及び塩化バリウム試液5滴を加え，1時間放置するとき，液は混濁しない．

（2）　亜硫酸塩　本品3.0mLに水5mL及びヨウ素試液1滴を加えるとき，試液の色は消えない．

（3）　臭化物又はヨウ化物　本品10mLを共栓試験管にとり，クロロホルム1mL及び0.002mol/L過マンガン酸カリウム液1滴を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．

（4）　臭素又は塩素　本品10mLを共栓試験管にとり，ヨウ化カリウム試液5滴及びクロロホルム1mLを加えて1分間振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈しない．

（5）　重金属〈1.07〉　本品9.5mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(3ppm以下).

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品4.0mLをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(0.5ppm以下).

（7）　水銀　本品80mLに水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法〈2.23〉(冷蒸気方式)により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液8mLをとり，水を加えて正確に100mLとした液につき，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度をA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(0.01ppm以下).

強熱残分〈2.44〉　本品10mLを正確に量り，硫酸2滴を加えて蒸発乾固し，更に強熱するとき，残分は1.0mg以下である．

定量法　本品10mLを正確に量り，水20mLを加え，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液2～3滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝36.46mg HCl

貯法　容器　気密容器.

塩酸リモナーデ

Hydrochloric Acid Lemonade

製法

希塩酸	5mL
単シロップ	80mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して用時製する．

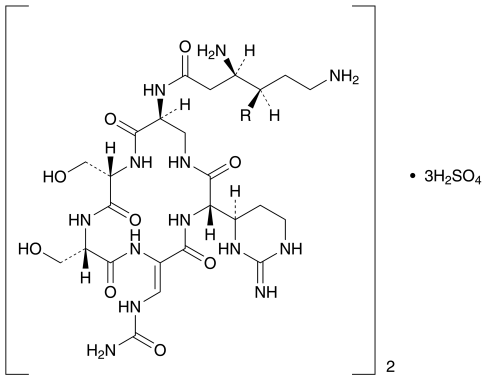
性状　本品は無色澄明の液で，甘味及び清涼な酸味がある．

貯法　容器　気密容器.

エンビオマイシン硫酸塩

Enviomycin Sulfate

硫酸エンビオマイシン



ツベラクチノマイシン N : R = OH
ツベラクチノマイシン O : R = H

ツベラクチノマイシンN硫酸塩
$(C_{25}H_{43}N_{13}O_{10})_2 \cdot 3H_2SO_4$: 1665.62

ツベラクチノマイシンO硫酸塩
$(C_{25}H_{43}N_{13}O_9)_2 \cdot 3H_2SO_4$: 1633.62

ツベラクチノマイシンN硫酸塩
(3*R*,4*R*)-*N*-[(3*S*,9*S*,12*S*,15*S*)-9,12-Bis(hydroxymethyl)-3-[(4*R*)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2,5,8,11,14-pentaoxo-6-(*Z*)-ureidomethylene-1,4,7,10,13-pentaazacyclohexadec-15-yl]-3,6-diamino-4-hydroxyhexanamide sesquisulfate
[*33103-22-9*, ツベラクチノマイシンN]

ツベラクチノマイシンO硫酸塩
(3*S*)-*N*-[(3*S*,9*S*,12*S*,15*S*)-9,12-Bis(hydroxymethyl)-3-[(4*R*)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2,5,8,11,14-pentaoxo-6-(*Z*)-ureidomethylene-1,4,7,10,13-pentaazacyclohexadec-15-yl]-3,6-diaminohexanamide sesquisulfate
[*33137-73-4*, ツベラクチノマイシンO]

本品は，*Streptomyces griseoverticillatus var. tuberacticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり770 μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，ツベラクチノマイシンN($C_{25}H_{43}N_{13}O_{10}$: 685.69)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200)5mLに水酸化ナトリウム試液1.5mLを加え，更に，硫酸銅(Ⅱ)試液3mLに0.01mol/Lクエン酸試液を加えて100mLとした液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

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

（3）　本品の水溶液(1→20)2mLに塩化バリウム試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$: −16～−22°(乾燥物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品2.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

成分含量比　本品0.1gを水に溶かして100mLとし，試料溶液とする．試料溶液3μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，自動積分法によりツベラクチノマイシンN及びツベラクチノマイシンO(ツベラクチノマイシンNに対する相対保持時間1.4±0.4)のピーク面積A_{T1}及びA_{T2}を測定するとき，$A_{T2}/(A_{T1}+A_{T2})$は0.090～0.150である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム試液／1,4−ジオキサン／テトラヒドロフラン／水／アンモニア水(28)混液(100：75：50：23：2)

流量：ツベラクチノマイシンNの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，ツベラクチノマイシンN，ツベラクチノマイシンOの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ツベラクチノマイシンNのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(0.2g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．

（iii）　標準溶液　エンビオマイシン硫酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，10日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0

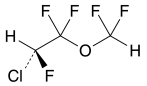
の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に400μg(力価)及び100μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に400μg(力価)及び100μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

エンフルラン

Enflurane



及び鏡像異性体

$C_3H_2ClF_5O$：184.49

(2*RS*)-2-Chloro-1-(difluoromethoxy)-1,1,2-trifluoroethane

[*13838-16-9*]

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は水に溶けにくい．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は揮発性で引火性はない．

本品は旋光性を示さない．

沸点：54～57℃

確認試験

（1） 本品50μLをとり，水40mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.302～1.304

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.520～1.540

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品60mLに新たに煮沸して冷却した水60mLを加え，3分間振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の色は紫色である．また，試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.06mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品20gをとり，水20mLを加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．この液10mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.001%以下).

（3） 類縁物質　本品5μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，試料注入直後の空気のピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，エンフルラン以外の物質の量は0.10%以下である．

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径3mm，長さ3mの管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステルを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：80℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：エンフルランの保持時間が約3分になるように調整する．

面積測定範囲：エンフルランの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品1mLを正確に量り，2－プロパノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，2－プロパノールを加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，2－プロパノールを加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たエンフルランのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のエンフルランのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：エンフルラン5mLと2－プロパノール5mLを混和する．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，エンフルラン，2－プロパノールの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エンフルランのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 蒸発残留物　本品65mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

水分〈*2.48*〉　0.10%以下(10g，容量滴定法，直接滴定).

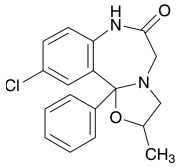
貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器.

オキサゾラム

Oxazolam



$C_{18}H_{17}ClN_2O_2$：328.79

10-Chloro-2-methyl-11b-phenyl-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one

[*24143-17-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，1,4－ジオキサン又はジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

融点：約187℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.01gにエタノール(95)10mLを加え，加熱して溶かした後，塩酸1滴を加えるとき，液は淡黄色を呈し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．また，この液に水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき，液の色及び蛍光は直ちに消える.

（2）　本品0.01gをとり，希塩酸5mLを加え，水浴中で10分間加熱して溶かし，冷却する．この液1mLは芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（3）　本品2gを200mLのフラスコに量り，エタノール(95)50mL及び6mol/L塩酸試液25mLを加え，還流冷却器を付け5時間加熱還流する．冷後，水酸化ナトリウム溶液(1→4)で中和した後，ジクロロメタン30mLで抽出する．抽出液に無水硫酸ナトリウム3gを加えて脱水し，ろ過した後，ジクロロメタンを留去する．残留物にメタノール20mLを加え水浴上で加熱して溶かした後，氷水中で急冷する．析出した結晶をろ取し，減圧，60℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は96～100℃である.

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

（5）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(246nm)：410～430(乾燥後，1mg，エタノール(95)，100mL).

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをケルダールフラスコに入れ，硫酸5mL及び硝酸5mLを加え，穏やかに加熱する．更に時々硝酸2～3mLずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して2～3mLとする．冷後，水を加えて10mLとし，この液を検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.05gをジクロロメタン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにトルエン／アセトン混液(8：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.65gを精密に量り，酢酸(100)／1,4－ジオキサン混液(1：1)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.88mg $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$

貯法

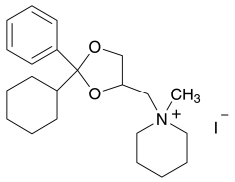
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

オキサピウムヨウ化物

Oxapium Iodide

ヨウ化オキサピウム



$C_{22}H_{34}INO_2$：471.42

1-(2-Cyclohexyl-2-phenyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-1-methylpiperidinium iodide

[*6577-41-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサピウムヨウ化物($C_{22}H_{34}INO_2$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，水，無水酢酸又は酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品0.1gをメタノール10mLに溶かし，希硝酸2mL及

び硝酸銀試液2mLを加えるとき，帯緑黄色の沈殿を生じる．

融点〈2.60〉　198～203℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.05gを水／アセトニトリル混液(1：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のオキサピウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のオキサピウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20～30℃の一定温度

移動相：酢酸(100)57mL及びトリエチルアミン139mLに水を加えて1000mLとする．この液50mLにアセトニトリル500mL，希酢酸10mL及び水440mLを加える．

流量：オキサピウムの保持時間が約4分になるように調整する．

カラムの選定：本品0.05g及びベンゾフェノン3mgを移動相100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，オキサピウム，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が5以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液50μLから得たオキサピウムのピーク高さがフルスケールの5～15%になるように調整する．

面積測定範囲：ヨウ化物イオンのピークの後からオキサピウムの保持時間の約6倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(9：1)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法，白金電極)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝47.14mg $C_{22}H_{34}INO_2$

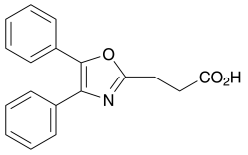
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

オキサプロジン

Oxaprozin



$C_{18}H_{15}NO_3$：293.32

3-(4,5-Diphenyloxazol-2-yl)propanoic acid

[*21256-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサプロジン($C_{18}H_{15}NO_3$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

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

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(285nm)：455～495(乾燥後，10mg，メタノール，1000mL).

融点〈2.60〉　161～165℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)5mL，3mL及び1mLをそれぞれ正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，それぞれ標準溶液(2)，(3)及び(4)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液並びに標準溶液(1)，(2)，(3)及び(4)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(99：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射し，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液(1)，(2)，(3)及び(4)より得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，主スポット以外に検出されるものの総和は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝29.33mg $C_{18}H_{15}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

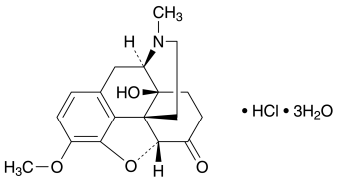
容器　気密容器．

オキシコドン塩酸塩水和物

Oxycodone Hydrochloride Hydrate

塩酸オキシコドン

オキシコドン塩酸塩



$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87

(5*R*)-4,5-Epoxy-14-hydroxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-one monohydrochloride trihydrate

[*124-90-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，オキシコドン塩酸塩($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl：351.82)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.8～5.8である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－140～－149°(脱水物に換算したもの0.5g，水，25mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　モルヒネ　本品10mgを水1mLに溶かし，1－ニトロソ－2－ナフトール試液5mL及び硝酸カリウム溶液(1→10)2mLを加え，40℃で2分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→5000)1mLを加え，40℃で5分間加温し，冷後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（3）　コデイン　本品10mgを硫酸5mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えて加温するとき，液は青色を呈しない．また，硝酸を1滴加えるとき，液は赤色を呈しない．

（4）　テバイン　本品0.10gを薄めた塩酸(1→10)2mLに溶かし，水浴中で25分間加熱し，冷後，塩酸4－アミノアンチピリン試液0.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(1→100)0.5mLを加えて振り混ぜ，次にアンモニア試液2mL及びクロロホルム3mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤色を呈しない．

水分〈*2.48*〉　12～15%(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.18mg $C_{18}H_{21}NO_4$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

複方オキシコドン注射液

Compound Oxycodone Injection

複方ヒコデノン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，オキシコドン塩酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87)0.74～0.86w/v%及びヒドロコタルニン塩酸塩水和物($C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O：275.73)0.18～0.22w/v%を含む．

製法

オキシコドン塩酸塩水和物	8g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5～4.0

確認試験

（1）　本品1mLに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液1mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる(オキシコドン)．

（2）　本品1mLを水浴上で蒸発し，残留物を硫酸2mLに溶かすとき，液は黄色を呈し，加熱するとき，赤色に変わり，次に濃だいだい赤色に変わる(ヒドロコタルニン)．

（3）　本品1mLを水浴上で蒸発し，残留物を硫酸3mLに溶かし，タンニン酸のエタノール(95)溶液(1→20)2滴を加えて放置するとき，液は濃緑色を呈する(ヒドロコタルニン)．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸オキシコドン約0.4g及び105℃で3時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この

液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

オキシコドン塩酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1.154 \times 1/25$

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物($C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O)の量(mg)

$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1.070 \times 1/25$

M_{Sa}：脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量(mg)

M_{Sb}：定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量(mg)

内標準溶液　フェナセチン0.02gをエタノール(95)10mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液500mLに0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整する．この液300mLにアセトニトリル200mLを加えて混和する．

流量：オキシコドンの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オキシコドン，ヒドロコタルニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

複方オキシコドン・アトロピン注射液

Compound Oxycodone and Atropine Injection

ヒコアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，オキシコドン塩酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87)0.74～0.86w/v%，ヒドロコタルニン塩酸塩水和物($C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O：275.73)0.18～0.22w/v%及びアトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O：694.83]0.027～0.033w/v%を含む．

製法

オキシコドン塩酸塩水和物	8g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5～4.0

確認試験

（1）　本品1mLに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液1mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる(オキシコドン)．

（2）　本品1mLを水浴上で蒸発し，残留物を硫酸2mLに溶かすとき，液は黄色を呈し，加熱するとき，赤色に変わり，次に濃だいだい赤色に変わる(ヒドロコタルニン)．

（3）　本品1mLを水浴上で蒸発し，残留物を硫酸3mLに溶かし，タンニン酸のエタノール(95)溶液(1→20)2滴を加えて放置するとき，液は濃緑色を呈する(ヒドロコタルニン)．

（4）　本品1mLに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液0.5mLを加え，1時間放置した後，遠心分離する．上澄液をとり，アセトンを沈殿が生じなくなるまで加え，20分間放置した後，再び遠心分離する．上澄液に液が淡紫色を呈するまで水酸化カリウム試液を加え，ジクロロメタン5mLを加えて振り混ぜた後，ジクロロメタン液を分取し，この液0.5mLを水浴上で蒸発乾固する．残留物に発煙硝酸5滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLを加えて溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する(アトロピン)．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

（1）　オキシコドン塩酸塩水和物及びヒドロコタルニン塩酸塩水和物　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸オキシコドン約0.4g及び105℃で3時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

オキシコドン塩酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1.154 \times 1/25$

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物($C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O)の量(mg)

$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1.070 \times 1/25$

M_{Sa}：脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量(mg)

M_{Sb}：定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量(mg)

内標準溶液　フェナセチン0.02gをエタノール(95)10mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液500mLに0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整する．この液300mLにアセトニトリル200mLを加えて混和する．

流量：オキシコドンの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オキシコドン，ヒドロコタルニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

（２）　アトロピン硫酸塩水和物　本品2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に薄めた希塩酸(1→10)10mL及びアンモニア試液2mLを加え，直ちにジクロロメタン20mLを加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム5gをのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に1,2－ジクロロエタン0.5mL及びビストリメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え，密栓して60℃の水浴中で15分間加温し，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/50 \times 1.027$

M_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約1.5mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用50%フェニルーメチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1～3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム．

流量：アトロピンの保持時間が約5分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，その分離度が3以上のものを用いる．

貯法

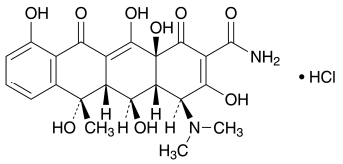
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

オキシテトラサイクリン塩酸塩

Oxytetracycline Hydrochloride

塩酸オキシテトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$：496.89

(4*S*,4a*R*,5*S*,5a*R*,6*S*,12a*S*)-4-Dimethylamino-3,5,6,10,12,12a-hexahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride

[*2058-46-0*]

本品は，*Streptomyces rimosus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり880～945μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，オキシテトラサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_9$：460.43)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品20mgを水3mLに溶かし，硝酸銀試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－188～－200°(乾燥物に換算したもの0.25g，0.1mol/L塩酸，25mL，100mm)．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，試料溶液とする．別に4－エピオキシテトラサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正

確に25mLとし，4−エピオキシテトラサイクリン原液とする．また，塩酸テトラサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，塩酸テトラサイクリン原液とする．更にβ−アポオキシテトラサイクリン8mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，β−アポオキシテトラサイクリン原液とする．4−エピオキシテトラサイクリン原液1mL，塩酸テトラサイクリン原液4mL及びβ−アポオキシテトラサイクリン原液40mLをそれぞれ正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の4−エピオキシテトラサイクリン及びテトラサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくなく，試料溶液のオキシテトラサイクリンに対する相対保持時間が約2.1のα−アポオキシテトラサイクリンのピーク及びβ−アポオキシテトラサイクリンのピーク並びにその間にあるピークの合計面積は，標準溶液のβ−アポオキシテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の主ピークの後に溶出する2−アセチル−2−デカルボキサミドオキシテトラサイクリンのピーク面積は，標準溶液の4−エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に8μmの液体クロマトグラフィー用スチレン−ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相A：0.33mol/Lリン酸二水素カリウム試液60mL，硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1→100)100mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→2500)10mL及び水200mLを混和し，2mol/L水酸化ナトリウム試液でpH7.5に調整する．更に*t*−ブチルアルコール30gを加え，水を加えて1000mLとする．

移動相B：0.33mol/Lリン酸二水素カリウム試液60mL，硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1→100)50mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→2500)10mL及び水200mLを混和し，2mol/L水酸化ナトリウム試液でpH7.5に調整する．更に*t*−ブチルアルコール100gを加え，水を加えて1000mLとする．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 20	70 → 10	30 → 90
20 ～ 35	10 → 20	90 → 80

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオキシテトラサイクリンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：4−エピオキシテトラサイクリン原液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得た4−エピオキシテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液の4−エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：α−アポオキシテトラサイクリン8mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，α−アポオキシテトラサイクリン原液とする．試料溶液3mL，4−エピオキシテトラサイクリン原液2mL，塩酸テトラサイクリン原液6mL，β−アポオキシテトラサイクリン原液6mL及びα−アポオキシテトラサイクリン原液6mLをとり，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4−エピオキシテトラサイクリン，オキシテトラサイクリン，テトラサイクリン，α−アポオキシテトラサイクリン，β−アポオキシテトラサイクリンの順に溶出し，4−エピオキシテトラサイクリンとオキシテトラサイクリン，オキシテトラサイクリンとテトラサイクリン及びα−アポオキシテトラサイクリンとβ−アポオキシテトラサイクリンの分離度は，それぞれ4以上，5以上及び4以上であり，オキシテトラサイクリンのピークのシンメトリー係数は1.3以下である．

システムの再現性：4−エピオキシテトラサイクリン原液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，4−エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.5%以下(1g)．

定量法 本品及びオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めた塩酸(1→100)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに薄めたメタノール(3→20)を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のオキシテトラサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

オキシテトラサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_9$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカ

ゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.402g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物9.306gを水700mLに溶かし，メタノール300mLを加えた後，希塩酸を加えてpH4.5に調整する．

流量：オキシテトラサイクリンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，オキシテトラサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オキシテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

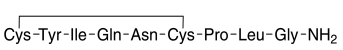
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

オキシトシン

Oxytocin



$C_{43}H_{66}N_{12}O_{12}S_2$：1007.19

[*50-56-6*]

本品は合成された子宮収縮成分の作用を持つペプチドである．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱酢酸物1mg当たり540～600オキシトシン単位を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は塩酸試液に溶ける．

本品0.10gを新たに煮沸し冷却した水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

構成アミノ酸　本品約1mgを加水分解用試験管にとり，6mol/L塩酸試液を加えて溶かし，窒素置換後，減圧下密封し，110～115℃で16時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧で蒸発乾固し，残留物を0.02mol/L塩酸試液2mLに溶かし，試料溶液とする．別にL－アスパラギン酸約27mg，L－トレオニン約24mg，L－セリン約21mg，L－グルタミン酸約29mg，L－プロリン約23mg，グリシン約15mg，L－アラニン約18mg，L－バリン約23mg，L－システイン約48mg，メチオニン約30mg，L－イソロイシン約26mg，L－ロイシン約26mg，L－チロジン約36mg，フェニルアラニン約33mg，塩酸L－リジン約37mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物約42mg及び塩酸L－アルギニン約42mgをそれぞれ精密に量り，1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの構成するアミノ酸のロイシンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は0.95～1.05，グルタミン酸は0.95～1.05，プロリンは0.95～1.05，グリシンは0.95～1.05，イソロイシンは0.80～1.10，チロジンは0.80～1.05及びシスチンは0.80～1.05で，他のアミノ酸は，それぞれ0.01以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：440nm及び570nm)

カラム：内径4.6mm，長さ8cmのステンレス管に3μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(ナトリウム型)を充てんする．

カラム温度：57℃付近の一定温度

化学反応槽温度：130℃付近の一定温度

発色時間：約1分

移動相：移動相A，移動相B及び移動相Cを次のように調製する．

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	6.10g
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	26.67g
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	54.35g
エタノール(99.5)	260.0mL	20.0mL	－
ベンジルアルコール	－	－	5.0mL
チオジグリコール	5.0mL	5.0mL	－
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4.0mL	4.0mL	4.0mL
カプリル酸	0.1mL	0.1mL	0.1mL
水	適量	適量	適量
全量	2000mL	1000mL	1000mL
pH	3.3	3.2	4.9

移動相の送液：移動相A，移動相B及び移動相Cの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)	移動相 C (vol%)
0 ～ 9	100	0	0
9 ～ 25	0	100	0
25 ～ 61	0	100 → 0	0 → 100
61 ～ 80	0	0	100

反応試液：酢酸リチウム二水和物407g，酢酸(100)245mL及び1－メトキシ－2－プロパノール801mLを混和した後，水を加えて2000mLとし，窒素を10分間以上通じながらかき混ぜ，A液とする．別に，1－メトキシ－2－プロパノール1957mLに，ニンヒドリン77g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134gを加え，窒素を30分間以上通じながらかき混ぜ，B液とする．A液及びB液を用時混和する．

移動相流量：毎分約0.26mL

反応試薬流量：毎分約0.3mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，バリン，シスチン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，トレオニンとセリン，グリシンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度はそれぞれ1.5，1.4及び1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，アスパラギン酸，プロリン，バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

純度試験

（1）　酢酸　本品約15mgを精密に量り，内標準溶液に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に酢酸(100)約1gを精密に量り，内標準溶液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，酢酸の量は6.0～10.0%である．

酢酸($C_2H_4O_2$)の量(%)＝ M_S／M_T × Q_T／Q_S × 1／10

M_S：酢酸(100)の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロピオン酸の移動相溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸0.7mLに水900mLを加え，8mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとした液950mLにメタノール50mLを加える．

流量：酢酸の保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に溶出し，その分離度は14以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

（2）　類縁物質　本品25mgを移動相A 100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらのピーク面積を求めるとき，オキシトシン以外のそれぞれのピークの量は1.5%以下である．また，オキシトシン以外のピークの合計量は5.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，移動相の送液及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：オキシトシンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に10mLとする．この液50μLから得たオキシトシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のオキシトシンのピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり，移動相Aを加えて1mL中にそれぞれ0.1mgを含む液を調製する．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は14以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　5.0%以下(50mg，電量滴定法)．

定量法　本品約13000単位に対応する量を精密に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にオキシトシン標準品1バイアルを移動相Aに溶かし，1mL中に約130単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のオキシトシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

本品の脱水及び脱酢酸物1mg中の単位数

＝M_S／M_T × A_T／A_S × 100

M_S：標準溶液1mL中の単位数

M_T：脱水及び脱酢酸物に換算した本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6gを水1000mLに溶かす．

移動相B：水／アセトニトリル混液(1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0　～ 30	70 → 40	30 → 60
30　～ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ～ 45	70	30

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり，移動相Aを加えて1mL中にそれぞれ0.1mgを含む液を調製する．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は14以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　2～8℃で保存する．

容器　気密容器．

オキシトシン注射液

Oxytocin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたオキシトシン単位の90.0～110.0%を含む．

製法　本品は「オキシトシン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

ｐＨ〈*2.54*〉　2.5～4.5

エンドトキシン〈*4.01*〉　10EU/単位未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，希釈液を加えて1mL中に約1単位を含む溶液を調製し，試料溶液とする．別にオキシトシン標準品1バイアルを移動相Aに溶かし，正確に20mLとする．この液の適量を正確に量り，希釈液を加えて1mL中に約1単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のオキシトシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

本品1mL中の単位数＝$M_S \times A_T / A_S \times b / a$

M_S：標準溶液1mL中の単位数

a：本品の秤取量(mL)

b：希釈液を加えて試料溶液を調製したときの全容量(mL)

希釈液：クロロブタノール5g，酢酸ナトリウム三水和物1.1g，酢酸(100)5g及びエタノール(99.5)6mLを水に溶かし，1000mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6gを水1000mLに溶かす．

移動相B：水／アセトニトリル混液(1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0　～ 30	70 → 40	30 → 60
30　～ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ～ 45	70	30

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：オキシトシン及びバソプレシンを適量とり，移動相Aを加えて1mL中にそれぞれ0.02mgを含む液を調整する．この液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は14以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

容器　密封容器．

オキシドール

Oxydol

本品は定量するとき，過酸化水素(H_2O_2：34.01)2.5～3.5w/v%を含む．本品は適当な安定剤を含む．

性状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又はオゾンようのにおいがある．

本品を放置するか，又は強く振り動かすとき，徐々に分解する．

本品は酸化剤又は還元剤と接触するとき，速やかに分解する．

本品はアルカリ性にするとき，激しく泡だって分解する．

本品は光によって変化する．

pH：3.0～5.0

比重　d_{20}^{20}：約1.01

確認試験　本品1mLは過酸化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　酸　本品25.0mLにフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液2.5mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0mLに水20mL及びアンモニア

試液2mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mLを加え，加熱して溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.5mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下).

（３） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0mLにアンモニア試液1mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４） 有機安定剤 本品100mLをとり，クロロホルム／ジエチルエーテル混液(3：2)50mL，25mL及び25mLで抽出し，全抽出液を合わせ，質量既知の容器に入れ，水浴上で加熱してジエチルエーテル及びクロロホルムを留去し，残留物をデシケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥するとき，その量は50mg以下である．

（５） 蒸発残留物 本品20.0mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は20mg以下である．

定量法 本品1.0mLを正確に量り，水10mL及び希硫酸10mLを入れたフラスコに加え，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL＝1.701mg H_2O_2

貯法

保存条件 遮光して，30℃以下で保存する．

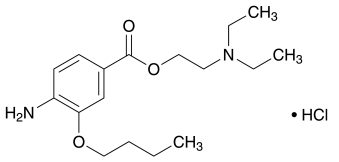
容器 気密容器.

オキシブプロカイン塩酸塩

Oxybuprocaine Hydrochloride

塩酸オキシブプロカイン

塩酸ベノキシネート



$C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl：344.88

2-(Diethylamino)ethyl 4-amino-3-butyloxybenzoate monohydrochloride

[*5987-82-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキシブプロカイン塩酸塩($C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は塩辛く，舌を麻ひする．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（１） 本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（２） 本品0.1gを水8mLに溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液3mLを加えるとき，油状物を生じ，ガラス棒で器壁をこするとき，白色の結晶を析出する．これをろ取し，水から再結晶し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で5時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は103～106℃である．

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

（４） 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉 158～162℃

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３） 類縁物質 本品0.25gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)／ギ酸混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.49mg $C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl

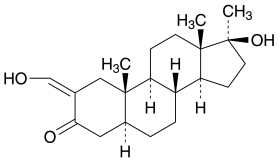
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器.

オキシメトロン

Oxymetholone



$C_{21}H_{32}O_3$：332.48

17β-Hydroxy-2-hydroxymethylene-17α-methyl-5α-androstan-3-one

[*434-07-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキシメトロン($C_{21}H_{32}O_3$)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末でにおいはない.

本品はクロロホルムに溶けやすく，1,4－ジオキサンにやや溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に着色し，分解する.

確認試験

（1）　本品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する.

（2）　本品0.01gをメタノールに溶かし，50mLとする．この液5mLをとり，水酸化ナトリウム・メタノール試液5mL及びメタノールを加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋34～＋38°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉　175～182℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを1,4－ジオキサン25mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2）　類縁物質　本品50mgをクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に速やかにスポットする．風乾後直ちにトルエン／エタノール(99.5)混液(49：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，100℃で3～5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水酸化ナトリウム・メタノール試液5mL及びメタノールを加えて正確に50mLとする．この液につき，水酸化ナトリウム・メタノール試液5mLにメタノールを加えて50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長315nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する.

オキシメトロン($C_{21}H_{32}O_3$)の量(mg)＝A／541 × 50000

貯法

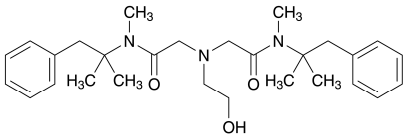
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

オキセサゼイン

Oxethazaine

オキセタカイン



$C_{28}H_{41}N_3O_3$：467.64

2,2′-(2-Hydroxyethylimino)bis[*N*-(1,1-dimethyl-2-phenylethyl)-*N*-methylacetamide]

[*126-27-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキセサゼイン($C_{28}H_{41}N_3O_3$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈*2.60*〉　101～104℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，エタノール(95)20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mL，

エタノール(95)20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） 類縁物質 本品0.40gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル／テトラヒドロフラン／メタノール／アンモニア水(28)混液(24：10：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（4） 2－アミノエタノール 本品1.0gをメタノールに溶かし，正確に10mLとする．この液に1－フルオロ－2,4－ジニトロベンゼンのメタノール溶液(1→25)0.1mLを加えて振り混ぜ，60℃で20分間加温するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：2－アミノエタノール0.10gをメタノールに溶かし，正確に200mLとし，この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．以下同様に操作する.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.9gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

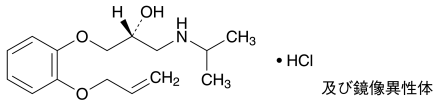
0.1mol/L過塩素酸1mL＝46.76mg $C_{28}H_{41}N_3O_3$

貯法 容器 気密容器.

オクスプレノロール塩酸塩

Oxprenolol Hydrochloride

塩酸オクスプレノロール



$C_{15}H_{23}NO_3$・HCl：301.81

(2*RS*)-1-[2-(Allyloxy)phenoxy]-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

[*6452-73-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オクスプレノロール塩酸塩($C_{15}H_{23}NO_3$・HCl)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)2mLに硫酸銅(Ⅱ)試液1滴及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，液は青紫色を呈する．この液にジエチルエーテル1mLを加え，よく振り混ぜて放置するとき，ジエチルエーテル層は赤紫色，水層は青紫色を呈する.

（2） 本品の水溶液(1→150)3mLにライネッケ塩試液3滴を加えるとき，淡紅色の沈殿を生じる.

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

（4） 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である.

融点〈2.60〉 107～110℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.25gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，80℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

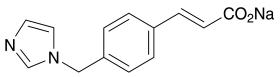
定量法 本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.18mg $C_{15}H_{23}NO_3$・HCl

貯法 容器 気密容器.

オザグレルナトリウム

Ozagrel Sodium



$C_{13}H_{11}N_2NaO_2$：250.23

Monosodium (2*E*)-3-[4-(1*H*-imidazol-1-ylmethyl)phenyl]prop-2-enoate

[*189224-26-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オザグレルナトリウム($C_{13}H_{11}N_2NaO_2$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はオザグレルナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは9.5～10.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gを水30mLに溶かし，酢酸(100)1mL及び水を加えて50mLとして振り混ぜ，30分間放置した後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.35mLに酢酸(100)0.5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.012%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，オザグレル以外のピークの量はそれぞれ0.2%以下である．また，これらのピークの合計量は0.5%以下である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオザグレルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たオザグレルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のオザグレルのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，オザグレルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オザグレルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

定量法　本品及びオザグレルナトリウム標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するオザグレルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

オザグレルナトリウム($C_{13}H_{11}N_2NaO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：オザグレルナトリウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸のメタノール溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(3→1000)／メタノール混液(4：1)

流量：オザグレルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オザグレルの順に溶出し，その分離度は2.0以上であり，オザグレルのピークのシンメトリー係数は2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するオザグレルのピーク面積の比の相対標準偏差は

1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

注射用オザグレルナトリウム

Ozagrel Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するオザグレルナトリウム($C_{13}H_{11}N_2NaO_2$：250.23)を含む．

製法　本品は「オザグレルナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「オザグレルナトリウム」40mgに対応する量をとり，水に溶かし，40mLとする．この液1mLをとり，水を加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「オザグレルナトリウム」0.20gに対応する量をとり，移動相に溶かし，100mLとする．この液5mLをとり，移動相を加えて20mLとした液を試料溶液とする．以下「オザグレルナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　3.7EU/mg未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品につき，オザグレルナトリウム($C_{13}H_{11}N_2NaO_2$)約0.4gに対応する量の個数をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，更に水を加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水5mLを加えて，試料溶液とする．別にオザグレルナトリウム標準品約25mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．以下「オザグレルナトリウム」の定量法を準用する．

オザグレルナトリウム($C_{13}H_{11}N_2NaO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 16$

M_S：オザグレルナトリウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸のメタノール溶液(1→100)

貯法　容器　密封容器．

乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Mumps Vaccine

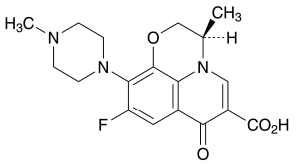
本品は弱毒生ムンプスウイルスを含む乾燥製剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生おたふくかぜワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液剤となる．

オフロキサシン

Ofloxacin



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{20}FN_3O_4$：361.37

(3*RS*)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-1-yl)-7-oxo-2,3-dihydro-7*H*-pyrido[1,2,3-*de*]-[1,4]benzooxazine-6-carboxylic acid

[*82419-36-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オフロキサシン($C_{18}H_{20}FN_3O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は帯微黄白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品の水酸化ナトリウム試液溶液(1→20)は旋光性を示さない．

本品は光によって変色する．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→150000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　類縁物質　本操作は光を避けて行う．本品10mgを水／アセトニトリル混液(6：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(6：1)を加えて正確に20mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(6：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のオフロキサ

シン以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の2／5倍より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：294nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム7.0g及び酢酸アンモニウム4.0gを水1300mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.2に調整し，アセトニトリル240mLを加える．

流量：オフロキサシンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオフロキサシンの保持時間の約1.8倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(6：1)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たオフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液0.5mLをとり，オフロキサシン脱メチル体の水／アセトニトリル混液(6：1)溶液(1→20000)1mLを加え，更に水／アセトニトリル混液(6：1)を加え，100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，オフロキサシン脱メチル体，オフロキサシンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.14mg $C_{18}H_{20}FN_3O_4$

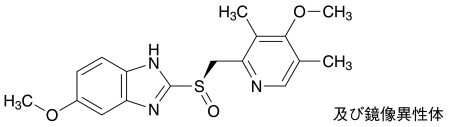
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

オメプラゾール

Omeprazole



$C_{17}H_{19}N_3O_3S$：345.42

(*RS*)-5-Methoxy-2-{[(4-methoxy-3,5-dimethylpyridin-2-yl)methyl]sulfinyl}-1*H*-benzoimidazole

[*73590-58-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→25)は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に黄白色となる．

融点：約150℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→1000)1mLにpH7.4のリン酸塩緩衝液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを*N,N*－ジメチルホルムアミド25mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.3以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は試料溶液調製後，速やかに行う．本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，オメプラゾール以外のピークの面積は0.1%以下であり，オメプラゾール以外のピークの合計面積は0.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.83g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物0.21gを水に溶かし，1000mLとする．必要ならば薄めたリン酸(1→100)を加えてpH7.6に調整する．この液29容量にアセトニトリル11容量を加える．

流量：オメプラゾールの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオメプラゾールの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たオメプラゾールのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のオメプラゾールのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及び1,2－ジニトロベンゼン25mgをホウ酸ナトリウム溶液(19→5000)5mL及びエタノール(99.5)95mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，オメプラゾール，1,2－ジニトロベンゼンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，オメプラゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.2%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，50℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド70mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド70mLに水12mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝34.54mg $C_{17}H_{19}N_3O_3S$

貯法

保存条件　遮光して冷所に保存する．

容器　気密容器．

オリブ油

Olive Oil

OLEUM OLIVAE

本品は*Olea europaea* Linné (*Oleaceae*)の果実を圧搾して得た脂肪油である．

性状　本品は淡黄色の油で，敗油性でないわずかなにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくい．

本品は0～6℃で一部又は全部が凝固する．

脂肪酸の凝固点：17～26℃

比重〈1.13〉　d_{25}^{25}：0.908～0.914

酸価〈1.13〉　1.0以下．

けん化価〈1.13〉　186～194

不けん化物〈1.13〉　1.5%以下．

ヨウ素価〈1.13〉　79～88

純度試験

（1）　乾性油　本品2mLに薄めた硝酸(1→4)10mLを加え，これに亜硝酸ナトリウムの粉末1gを少量ずつ加えながら，よく振り混ぜた後，冷所で4～10時間放置するとき，白色の固形物に凝固する．

（2）　ラッカセイ油　本品1.0gを正確に量り，硫酸・ヘキサン・メタノール試液60mLに溶かし，還流冷却器を付けて水浴上で2.5時間沸騰させた後，冷却し，分液漏斗に移し，水100mLを加える．フラスコは石油エーテル50mLで洗い，洗液は分液漏斗に加え，振り混ぜた後，静置し，石油エーテル層を分取する．水層は更に石油エーテル50mLを加えて抽出し，石油エーテル層は先の石油エーテル液に合わせる．石油エーテル液は毎回水20mLを用いて洗液がメチルオレンジ試液で酸性を示さなくなるまで繰り返し洗浄する．無水硫酸ナトリウム5gを加えて振り混ぜ，ろ過し，無水硫酸ナトリウムは石油エーテル10mLずつで2回洗い，洗液は先の漏斗を用いてろ過し，ろ液を合わせ，窒素を通じながら水浴上で石油エーテルを留去する．残留物をアセトンに溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別にベヘン酸メチル67mgをアセトンに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のベヘン酸メチルのピーク高さH_T及びH_Sを測定するとき，H_TはH_Sより大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mをシラン処理した150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：220℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ベヘン酸メチルの保持時間が約18分になるように調整する．

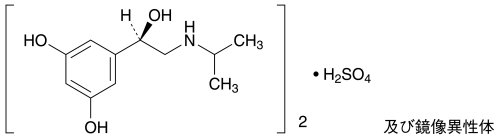
検出感度：標準溶液2μLから得たベヘン酸メチルのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

貯法　容器　気密容器．

オルシプレナリン硫酸塩

Orciprenaline Sulfate

硫酸オルシプレナリン



$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：520.59

5-{(1*RS*)-1-Hydroxy-

2-[(1-methylethyl)amino]ethyl}benzene-1,3-diol

hemisulfate

[*5874-97-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，オルシプレナリン硫酸塩[$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$]98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約220℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1607cm^{-1}，1153cm^{-1}，1131cm^{-1}及び1110cm^{-1}付近に吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液T 3mLに薄めた塩酸(1→40)1mLを加える．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　オルシプレナロン　本品0.200gをとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に20mLとする．この液につき紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長328nmにおける吸光度は0.075以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(1g，減圧，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.7gを精密に量り，酢酸(100)100mLを加え，水浴上で加温して溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝52.06mg$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

オレンジ油

Orange Oil

OLEUM AURANTII

本品は*Citrus*属諸種植物(*Rutaceae*)の食用に供する種類の果皮を圧搾して得た精油である．

性状　本品は黄色～黄褐色の液で，特異な芳香があり，味はわずかに苦い．

本品は等容量のエタノール(95)に濁って混和する．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.472～1.474

旋光度〈*2.49*〉　α_D^{20}：＋85～＋99°(100mm)．

比重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.842～0.848

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(40ppm以下)．

貯法

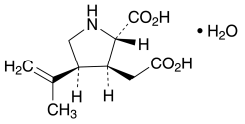
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

カイニン酸水和物

Kainic Acid Hydrate

カイニン酸



$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$：231.25

(2*S*,3*S*,4*S*)-3-(Carboxymethyl)-

4-(1-methylethenyl)pyrrolidine-2-carboxylic acid

monohydrate

[*487-79-6*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，カイニン酸($C_{10}H_{15}NO_4$：213.23)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水又は温湯にやや溶けにくく，エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは2.8～3.5である．

融点：約252℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→5000)5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，60～70℃の水浴中で5分間加温するとき，液は黄色を呈する．

（２）　本品0.05gを酢酸(100)5mLに溶かし，臭素試液0.5mLを加えるとき，試液の色は直ちに消える．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－13～－17°(0.5g，水，50mL，200mm).

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gを白金るつぼにとり，炭酸ナトリウム試液5mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固した後，徐々に加熱し，ほとんど灰化するまで強熱する．冷後，希硝酸12mLを加え，加温して溶かした後，ろ過する．残留物を水15mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．

比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLに炭酸ナトリウム試液5mLを加え，以下同様に操作する(0.021%以下).

（３）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.5gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.30mLを加える(0.028%以下).

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

（５）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（６）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（７）　アミノ酸又は他のイミノ酸　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　6.5～8.5%(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，温湯50mLに溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液10滴).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝21.32mg $C_{10}H_{15}NO_4$

貯法　容器　気密容器.

カイニン酸・サントニン散

Kainic Acid and Santonin Powder

本品は定量するとき，サントニン($C_{15}H_{18}O_3$：246.30)9.0～11.0%及びカイニン酸水和物($C_{10}H_{15}NO_4$・H_2O：231.25)1.80～2.20%を含む．

製法

サントニン	100g
カイニン酸水和物	20g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は白色である．

確認試験

（１）　本品1gにクロロホルム10mLを加え，振り混ぜた後，ろ過する[残留物は(2)の試験に用いる]．ろ液をとり，クロロホルムを留去し，残留物を水酸化カリウム・エタノール試液2mLに溶かすとき，液は赤色を呈する(サントニン).

（２）　(1)の残留物に温湯20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水10mL及びニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液1mLを加え，60～70℃の水浴中で5分間加温するとき，液は黄色を呈する(カイニン酸).

定量法

（１）　サントニン　本品約0.25g及び定量用サントニン約25mgを精密に量り，それぞれにエタノール(95)20mLを加え，5分間よく振り混ぜた後，ろ過する．残留物をエタノール(95)10mLずつで3回洗い，ろ過する．ろ液及び洗液を合わせ，エタノール(95)を加えて正確に50mLとする．これらの液2mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サントニン($C_{15}H_{18}O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用サントニンの秤取量(mg)

（２）　カイニン酸　本品約1.25gを精密に量り，薄めたピリジン(1→10)20mLを加え，5分間よく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を薄めたピリジン(1→10)10mLずつで3回洗い，ろ過する．ろ液及び洗液を合わせ，薄めたピリジン(1→10)を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたピリジン(1→10)を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用カイニン酸を105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，薄めたピリジン(1→10)に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたピリジン(1→10)を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液2mLを加え，水浴上で30分間加熱した後，急冷し，2分間強く振り混ぜる．これに水を加えて正確に20mLとし，15分間放置した後，薄めたピリジン(1→10)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長425nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

カイニン酸水和物($C_{10}H_{15}NO_4$・H_2O)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1.085$

M_S：定量用カイニン酸の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　密閉容器.

カオリン
Kaolin

本品は天然に産する含水ケイ酸アルミニウムである.

性状　本品は白色～類白色の砕きやすい塊又は粉末で，わずかに粘土ようのにおいがある.
本品は水，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.
本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない.
本品は水で潤すとき，暗色を帯び，可塑性となる.

確認試験
（1）　本品1gを磁製皿にとり，水10mL及び硫酸5mLを加え，ほとんど蒸発乾固するまで加熱する．冷後，水20mLを加え，2～3分間煮沸した後，ろ過するとき，残留物は灰色である.
（2）　(1)のろ液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(4)を呈する.

純度試験
（1）　液性　本品1.0gを水25mLに加え，よく振り混ぜてろ過した液のpH〈*2.54*〉は4.0～7.5である.
（2）　酸可溶物　本品1.0gを希塩酸20mLに加え，15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLを蒸発乾固し，450～550℃で恒量になるまで強熱するとき，残留物は0.010g以下である.
（3）　炭酸塩　本品1.0gを水5mLに加えてかき混ぜた後，薄めた硫酸(1→2)10mLを加えるとき，泡立たない.
（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.5gに水50mL及び塩酸5mLを加え，20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで2回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水(28)を滴加し，沈殿がわずかに生じたとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.45gを加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物0.45g及び希酢酸6mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて150mLとする．この液50mLをとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.5mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g，酢酸ナトリウム三水和物0.15g，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(50ppm以下).
（5）　鉄〈*1.10*〉　本品40mgに希塩酸10mLを加え，水浴中で10分間振り混ぜながら加熱する．冷後，L－酒石酸0.5gを加え，振り混ぜてL－酒石酸を溶かした後，以下第2法により検液を調製し，B法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(500ppm以下).
（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに水5mL及び硫酸1mLを加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，冷後，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).
（7）　異物　本品5gをビーカーに入れ，水100mLを加えてかき混ぜ，砂を残すように傾斜する．更に毎回水100mLを用いてこの操作を数回繰り返すとき，砂状の残留物を残さない.

強熱減量〈*2.43*〉　15.0%以下(1g，600℃，5時間).

可塑性　本品5gに水7.5mLを加えてよく振り混ぜるとき，著しい流動性がない.

貯法　容器　密閉容器.

カカオ脂
Cacao Butter
OLEUM CACAO

本品はカカオ*Theobroma cacao* Linné (*Sterculiaceae*)の種子から得た脂肪である.

性状　本品は黄白色の堅くてもろい塊で，わずかにチョコレートようのにおいがあり，敗油性のにおいはない.
本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，沸騰エタノール(99.5)にやや溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい.
脂肪酸の凝固点：45～50℃
融点：31～35℃　ただし，試料は融解せずに毛細管に詰める.

比重〈*1.13*〉　d_{20}^{40}：0.895～0.904

酸価〈*1.13*〉　3.0以下.

けん化価〈*1.13*〉　188～195

ヨウ素価〈*1.13*〉　35～43

貯法　容器　密閉容器.

ガスえそウマ抗毒素
Gas Gangrene Antitoxin, Equine
ガスえそ抗毒素

本品はウマ免疫グロブリン中の*Clostridium perfringens* (*C. welchii*) Type A　抗毒素，*Clostridium septicum* (*Vibrion septique*) 抗毒素及び*Clostridium oedematiens* (*C. novyi*) 抗毒素を含む液状の注射剤である.
本品は*Clostridium histolyticum*抗毒素を含むことがある.
本品は生物学的製剤基準のガスえそウマ抗毒素の条に適合する.

性状　本品は無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液である.

過テクネチウム酸ナトリウム(^{99m}Tc)注射液
Sodium Pertechnetate (^{99m}Tc) Injection

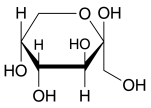
本品は水性の注射剤である.
本品はテクネチウム－99*m*を過テクネチウム酸ナトリウムの形で含む.
本品は放射性医薬品基準の過テクネチウム酸ナトリウム(^{99m}Tc)注射液の条に適合する.

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない.

性状 本品は無色澄明の液である.

果糖

Fructose



$C_6H_{12}O_6$：180.16

β-D-Fructopyranose

[*57-48-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，果糖($C_6H_{12}O_6$)98.0%以上を含む.

性状 本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→20)2～3滴を沸騰フェーリング試液5mLに加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

ｐＨ〈*2.54*〉 本品4.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～6.5である.

純度試験

（1） 溶状 本品25.0gを水50mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液3.0mLをとり，水を加えて50mLとする.

（2） 酸 本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶かし，フェノールフタレイン試液3滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下).

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下).

（5） 亜硫酸塩 本品0.5gを水5mLに溶かし，0.01mol/Lヨウ素液0.25mLを加えるとき，液は黄色である.

（6） 重金属〈*1.07*〉 本品5.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(4ppm以下).

（7） カルシウム 本品0.5gを水5mLに溶かし，アンモニア試液2～3滴及びシュウ酸アンモニウム試液1mLを加えて1分間放置するとき，液は澄明である.

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.5gを水5mLに溶かし，希硫酸5mL及び臭素試液1mLを加え，5分間水浴上で加熱し，更に濃縮して5mLとし，冷後，これを検液とし，試験を行う(1.3ppm以下).

（9） 5－ヒドロキシメチルフルフラール類 本品5.0gを水100mLに溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長284nmにおける吸光度は0.32以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約4gを精密に量り，アンモニア試液0.2mL及び水80mLに溶かし，30分間放置した後，水を加えて正確に100mLとし，旋光度測定法〈*2.49*〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する.

果糖($C_6H_{12}O_6$)の量(mg)＝$|\alpha_D|\times1087.0$

貯法 容器 気密容器.

果糖注射液

Fructose Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する果糖($C_6H_{12}O_6$：180.16)を含む.

製法 本品は「果糖」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性状 本品は無色～微黄色澄明の液で，味は甘い.

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「果糖」1gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して20mLとし，試料溶液とする．試料溶液2～3滴を沸騰フェーリング試液5mLに加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

（2） (1)の試料溶液10mLにレソルシノール0.1g及び塩酸1mLを加え，水浴中で3分間加温するとき，液は赤色を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉 3.0～6.5 ただし，表示濃度が5%を超えるときは，水を用いて5%溶液を調製し，この液につき試験を行う.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の表示量に従い「果糖」5.0gに対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える.

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の表示量に従い「果糖」1.5gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して5mLとし，希硫酸5mL及び臭素試液1mLを加え，以下「果糖」の純度試験(8)を準用する.

強熱残分〈*2.44*〉 本品の表示量に従い「果糖」2gに対応する容量を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，試験を行うとき，その量は2mg以下である.

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.5EU/mL未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

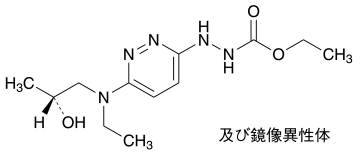
定量法　本品の果糖($C_6H_{12}O_6$)約4gに対応する容量を正確に量り，アンモニア試液0.2mL及び水を加えて正確に100mLとし，よく振り混ぜ，30分間放置した後，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

果糖($C_6H_{12}O_6$)の量(mg)＝$|\alpha_D|$×1087.0

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

カドララジン

Cadralazine



$C_{12}H_{21}N_5O_3$：283.33

Ethyl 3-(6-{ethyl[(2*RS*)-2-hydroxypropyl]amino}pyridazin-3-yl)carbazate

[*64241-34-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は微黄色～淡黄色の結晶性の粉末である．

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

本品は0.05mol/L硫酸試液に溶ける．

本品のメタノール溶液(1→40)は旋光性を示さない．

融点：約165℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.05mol/L硫酸試液溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.40gをメタノール15mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLにメタノール15mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.036%以下)．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgを0.05mol/L硫酸試液20mLに溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカドララジンに対する相対保持時間約2.1のピーク面積は，標準溶液のカドララジンのピーク面積より大きくなく，カドララジン及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のカドララジンのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のカドララジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のカドララジンのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，カドララジンに対する相対保持時間約0.49及び約2.1のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.65及び1.25を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物13.6gを水800mLに溶かし，希酢酸を加えてpH5.8に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液860mLにアセトニトリル140mLを加える．

流量：カドララジンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：カドララジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たカドララジンのピーク面積が，標準溶液のカドララジンのピークの面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カドララジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カドララジンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.33mg $C_{12}H_{21}N_5O_3$

貯法　容器　密閉容器．

カドララジン錠

Cadralazine Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するカドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$：283.33)を含む.

製法 本品は「カドララジン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「カドララジン」20mgに対応する量をとり，0.05mol/L硫酸試液50mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液1mLに0.05mol/L硫酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長247～251nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.05mol/L硫酸試液30mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液3mLを正確に量り，1mL中にカドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)約6μgを含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加え，正確にV mLとし，試料溶液とする．別に定量用カドララジンを105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長249nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用カドララジンの秤取量(mg)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にカドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用カドララジンを105℃で3時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長254nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用カドララジンの秤取量(mg)

C：1錠中のカドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)の表示量(mg)

定量法 本品10個をとり，0.05mol/L硫酸試液70mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，0.05mol/L硫酸試液を加え，正確に200mLとする．この液を遠心分離し，カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)約2.5mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用カドララジンを105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカドララジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

カドララジン($C_{12}H_{21}N_5O_3$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$

M_S：定量用カドララジンの秤取量(mg)

内標準溶液 *p*－トルエンスルホンアミドのアセトニトリル溶液(1→50)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物13.6gを水800mLに溶かし，希酢酸を加えてpH5.8に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液860mLにアセトニトリル140mLを加える.

流量：カドララジンの保持時間が約10分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，カドララジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である.

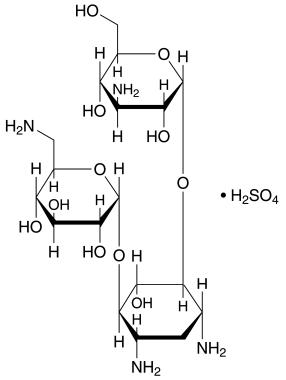
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカドララジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法 容器 密閉容器.

カナマイシン一硫酸塩

Kanamycin Monosulfate

一硫酸カナマイシン



$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$・H_2SO_4：582.58

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine monosulfate

[*25389-94-0*]

本品は，*Streptomyces kanamyceticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり750～832μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，カナマイシン($C_{18}H_{36}N_4O_{11}$：484.50)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品50mgを水3mLに溶かし，アントロン試液6mLを加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品及びカナマイシン一硫酸塩標準品20mgずつをそれぞれ水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アンモニア水(28)／メタノール混液(2：1：1)の上澄液を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3）　本品の水溶液(1→5)に塩化バリウム試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋112～＋123°(乾燥物に換算したもの0.2g，水，20mL，100mm)．

硫酸の量　本品約0.25gを精密に量り，水100mLに溶かし，アンモニア水(28)でpHを11.0に調整する．この液に0.1mol/L塩化バリウム液10mLを正確に加え，0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フタレインパープル0.5mg)．ただし，液の色が変わり始めたときにエタノール(99.5)50mLを加え，滴定の終点は，液の青紫色が無色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．硫酸(SO_4)の量は，乾燥物に換算した本品に対して15.0～17.0%である．

0.1mol/L塩化バリウム液1mL＝9.606mg SO_4

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.30gを水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にカナマイシン一硫酸塩標準品45mgを水に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの1－ブタノール溶液(1→100)を均等に噴霧した後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．

（iii）　標準溶液　カナマイシン一硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

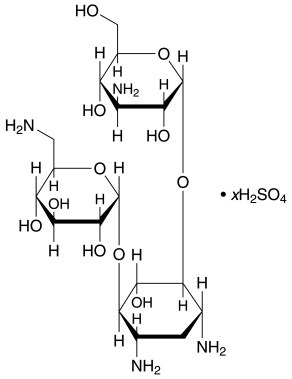
（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密閉容器．

カナマイシン硫酸塩

Kanamycin Sulfate

硫酸カナマイシン



$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$・xH_2SO_4

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*133-92-6*]

本品は，*Streptomyces kanamyceticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり690～740μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，カナマイシン($C_{18}H_{36}N_4O_{11}$：484.50)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品及びカナマイシン一硫酸塩標準品20mgずつを水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アンモニア水(28)／メタノール混液(2：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（２）　本品の水溶液(1→10)は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋103～＋115°(乾燥物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～7.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（４）　類縁物質　本品0.30gを水に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別にカナマイシン一硫酸塩標準品9.0mgを水に溶かして正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの1－ブタノール溶液(1→100)を均等に噴霧した後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

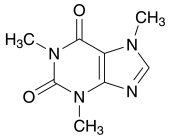
（iii）　標準溶液　カナマイシン一硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

無水カフェイン

Anhydrous Caffeine



$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione

[*58-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，水，無水酢酸又は酢酸

(100)にやや溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくい．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける．

（2） 本品0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，消える．

（3） 本品0.01gを水に溶かし50mLとする．この液5mLに薄めた酢酸(31)(3→100)3mL及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液(1→5)2mLを加え，1分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液2mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えるとき，黄色を呈する．

融点〈*2.60*〉　235～238℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gを熱湯80mLに溶かし，20℃に急冷し，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下)．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉　(1)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.024%以下)．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（4） 類縁物質　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Dより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，80℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(6：1)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

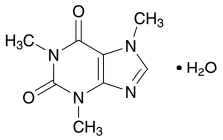
0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.42mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯法　容器　気密容器．

カフェイン水和物

Caffeine Hydrate

カフェイン



$C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$：212.21

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6-(3*H*,7*H*)-dione monohydrate

[*5743-12-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$：194.19)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の柔らかい結晶又は粉末で，においはなく，味はやや苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，水，酢酸(100)又は無水酢酸にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である．

本品は乾燥空気中で風解する．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける．

（2） 本品0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，消える．

（3） 本品0.01gを水に溶かし50mLとする．この液5mLに薄めた酢酸(31)(3→100)3mL及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液(1→5)2mLを加え，1分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液2mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えるとき，黄色を呈する．

融点〈*2.60*〉　235～238℃(乾燥後)．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gを熱湯80mLに溶かし，20℃に急冷し，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下)．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉　(1)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.024%以下)．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

下).

（４）　類縁物質　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（５）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Dより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5～8.5%(1g，80℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(6：1)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴).ただし，滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.42mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯法　容器　気密容器.

カプセル

Capsules

本品はゼラチンなど日本薬局方に収載されている適当なカプセル基剤を用いて製し，一端を閉じた交互に重ね合わせることができる一対の円筒体である．

製法　本品は「ゼラチン」など日本薬局方に収載されている適当なカプセル基剤に水を加え，加温して溶かし，必要ならば「グリセリン」又は「D－ソルビトール」，乳化剤，分散剤，保存剤，着色剤などを加え，濃厚なにかわ状の液とし，温時成型して製する．

本品は必要に応じて滑沢剤を塗布することができる．

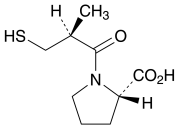
性状　本品はにおいはなく，弾力性がある．

純度試験　におい，溶状及び液性　本品1個(1対)を重ね合わせずに100mLの三角フラスコに入れ，水50mLを加え，37±2℃に保ちながらしばしば振り動かす．この試験を5回行うとき，いずれも10分以内に溶ける．また，この液はいずれもにおいがなく，中性又は弱酸性を呈する．

貯法　容器　密閉容器.

カプトプリル

Captopril



$C_9H_{15}NO_3S$：217.29

(2*S*)-1-[(2*S*)-2-Methyl-3-sulfanylpropanoyl]pyrrolidine-2-carboxylic acid

[*62571-86-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，カプトプリル($C_9H_{15}NO_3S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にやや溶けやすい．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：－125～－134°(乾燥後，0.1g，エタノール(99.5)10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉　105～110℃

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（３）　類縁物質　本品0.20gをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリン15mgをとり，メタノールに溶かし，正確に250mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／酢酸(100)混液(13：7)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポット及び主スポット以外のスポットは，2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（４）　1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリン　本品0.10gをとり，メタノールに溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別に1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリン25mgをとり，メタノールに溶かし，正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／リン酸混液(1000：1000：1)

流量：1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリン25mgずつをメタノール200mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，本品，1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－オキソプロピル)]－L－ジプロリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，80℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，水100mLに溶かし，希硫酸20mL及びヨウ化カリウム1gを加えて振り混ぜ，1／60 mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液2mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

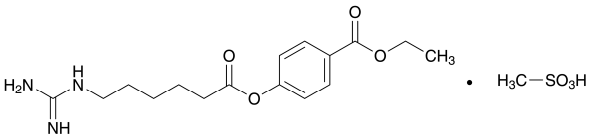
1／60 mol/L ヨウ素酸カリウム液1mL
＝21.73mg $C_9H_{15}NO_3S$

貯法　容器　気密容器．

ガベキサートメシル酸塩

Gabexate Mesilate

メシル酸ガベキサート



$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$：417.48

Ethyl 4-(6-guanidinohexanoyloxy)benzoate monomethanesulfonate

[*56974-61-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ガベキサートメシル酸塩($C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→2000)4mLに1－ナフトール試液2mL及びジアセチル試液1mLを加え，10分間放置するとき，液は赤色を呈する．

（２）　本品1gを水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，水浴中で5分間加熱する．冷後，希硝酸2mL及びエタノール(95)5mLを加えて振り混ぜ，塩化鉄(Ⅲ)試液5滴を加えて振り混ぜるとき，液は紫色を呈する．

（３）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はガベキサートメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品0.1gはメシル酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

融点〈*2.60*〉　90～93℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かした液は無色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，1mol/L塩酸試液20mLに水浴中で加熱して溶かし，更に20分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液10mLをとる．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（４）　パラオキシ安息香酸エチル　本品を乾燥し，その50mgをとり，希エタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にパラオキシ安息香酸エチル5.0mgをとり，希エタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパラオキシ安息香酸エチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液(1→5000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

（５）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を酢酸のにおいがなくなるまで

風乾する．これに8－キノリノールのアセトン溶液(1→1000)を均等に噴霧し，風乾した後，臭素・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びガベキサートメシル酸塩標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを希エタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ガベキサートメシル酸塩($C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ガベキサートメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)／1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→200)／酢酸(100)混液(540：200：20：1)

流量：ガベキサートの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ガベキサートの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システム再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

過マンガン酸カリウム

Potassium Permanganate

$KMnO_4$：158.03

本品を乾燥したものは定量するとき，過マンガン酸カリウム($KMnO_4$)99.0%以上を含む．

性状　本品は暗紫色の結晶で，金属性光沢がある．

本品は水にやや溶けやすい．

本品の水溶液(1→1000)はやや甘味があり，収れん性である．

確認試験　本品の水溶液(1→100)は過マンガン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　水不溶物　本品を粉末とし，その2.0gを水200mLに溶かし，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，不溶物を洗液が無色となるまで水で洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その量は4mg以下である．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gを水10mLに溶かし，硫酸1mLを加え，過酸化水素(30)を滴加して完全に脱色した後，砂浴上でほとんど蒸発し，残留物を水5mLに溶かす．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：水10mLに硫酸1mL及び検液の調製と同量の過酸化水素(30)を加え，砂浴上でほとんど蒸発し，ヒ素標準液2.0mL及び水を加えて5mLとし，以下検液の試験と同様に操作する(5ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，18時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，水に溶かし正確に200mLとし，試料溶液とする．0.05mol/Lシュウ酸液25mLを500mLの三角フラスコ中に正確に量り，薄めた硫酸(1→20)200mLを加え，液温を30～35℃とし，試料溶液をビュレットに入れ，穏やかに振り混ぜながら，その23mLを速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に55～60℃に加温し，30秒間持続する赤色を呈するまで，徐々に滴定〈*2.50*〉する．

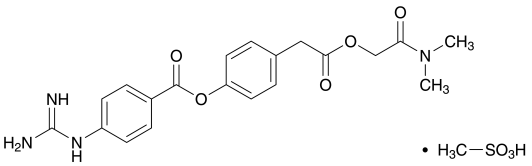
0.05mol/Lシュウ酸液1mL＝3.161mg $KMnO_4$

貯法　容器　気密容器．

カモスタットメシル酸塩

Camostat Mesilate

メシル酸カモスタット



$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$：494.52

Dimethylcarbamoylmethyl
4-(4-guanidinobenzoyloxy)phenylacetate
monomethanesulfonate

[*59721-29-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カモスタットメシル酸塩($C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)4mLに1－ナフトール試液2mL及びジアセチル試液1mLを加え，10分間放置するとき，液は赤色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカモスタットメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品0.1gはメシル酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　194～198℃

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，水40mLに加温して溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mL及び希酢酸2mLを加える(20ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，2mol/L塩酸試液20mLに水浴中で加熱して溶かし，更に20分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液10mLをとる．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（３）　類縁物質　本品30mgをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，シリカゲル，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品及びカモスタットメシル酸塩標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

カモスタットメシル酸塩($C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：カモスタットメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのエタノール(95)溶液(1→1500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→500)／ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)／酢酸(100)混液(200：100：50：1)

流量：カモスタットの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，カモスタット，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

β－ガラクトシダーゼ(アスペルギルス)

β-Galactosidase (Aspergillus)

アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ

[*9031-11-2*]

本品は*Aspergillus oryzae*の産生する乳糖分解力がある酵素を含むものである．

本品は定量するとき，1g当たり8000～12000単位を含む．

本品は通例，「マルトース水和物」と「デキストリン」又は「マルトース水和物」と「D－マンニトール」若しくは「マルトース水和物」と「デキストリン」と「D－マンニトール」の混合物で薄めてある．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水にわずかに混濁して溶け，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品25mgを水100mLに溶かし，この液1mLに乳糖基質試液9mLを加え，30℃で10分間放置する．この液1mLにグルコース検出用試液6mLを加えて30℃で10分間放置するとき，液は赤色～赤紫色を呈する．

（２）　本品0.1gを水100mLに溶かし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（１）　におい　本品は変敗したにおいがない．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　9.0%以下(0.5g，減圧，80℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　3%以下(0.5g).

窒素含量　本品約70mgを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，換算した乾燥物に対し，0.5～5.0%である．

定量法

（ｉ）　基質溶液　2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド0.172gをpH4.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸

緩衝液に溶かし，100mLとする．

（ⅱ）　操作法　本品約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．基質溶液3.5mLを正確に量り，30±0.1℃で5分間放置した後，試料溶液0.5mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を30±0.1℃で正確に10分間放置した後，炭酸ナトリウム試液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長420nmにおける吸光度A_1を測定する．別に基質溶液3.5mLを正確に量り，炭酸ナトリウム試液1mLを正確に加えて振り混ぜ，次に試料溶液0.5mLを正確に加えて振り混ぜる．以下同様に操作して吸光度A_2を測定する．

本品1g中の単位

$=(A_1-A_2)/0.917 \times 1/0.5 \times 1/10 \times 1/M$

0.917：*o*－ニトロフェノール1μmol/5mLの吸光度

M：試料溶液1mL中の本品の量(g)

単位：上記の操作条件で1分間に2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド1μmolを加水分解する酵素量を，1単位とする．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

β－ガラクトシダーゼ(ペニシリウム)

β-Galactosidase (Penicillium)

ペニシリウム産生ガラクトシダーゼ

[*9031-11-2*]

本品は*Penicillium multicolor*の産生する乳糖分解力がある酵素を含むものである．

本品は定量するとき，1g当たり8500～11500単位を含む．

本品は通例，「D－マンニトール」で薄めてある．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は粉末である．

本品は水に混濁して溶け，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.05gを水100mLに溶かし，この液0.2mLにペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用乳糖基質試液0.2mLを加えて，30℃で10分間放置する．これにペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用グルコース検出用試液3mLを加えて30℃で10分間放置するとき，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2）　本品0.15gを水100mLに溶かし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　におい　本品は変敗したにおいがない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　窒素　本品約0.1gを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，表示された1000単位につき，窒素(N：14.01)の量は3mgを超えない．

（5）　混在たん白質　本品0.15gを水4mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液15μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピークのピーク面積を自動積分法により測定するとき，保持時間約19分のピーク以外のピークのピーク面積の合計は，全ピーク面積の75%以下であり，保持時間約19分のピーク，保持時間約3分のピーク及び保持時間約16分のピーク以外のピークのピーク面積は，それぞれ全ピーク面積の15%以下である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径約7.5mm，長さ約75mmのステンレス管に10μmの親水性ポリマーにスルホプロピル基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物2.83gを水1000mLに溶かし，酢酸(100)を加え，pH4.5に調整した液(移動相A)及び塩化ナトリウム29.2gを移動相A 1000mLに溶かした液(移動相B)．

送液：毎分0.8mLで送液するとき，非保持たん白質の保持時間が約3分に，酵素たん白質の保持時間が約19分になるように，試料注入後直ちに移動相Aから移動相Bへの直線濃度勾配となるように送液し，その後は移動相Bを送液する．

カラムの選定：β－ラクトグロブリン15mgを水4.5mLに溶かし，シトシン溶液(1→5000)0.5mLを加え，カラム選定用溶液とする．カラム選定用溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，シトシン，β－ラクトグロブリンの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

検出感度：カラム選定用溶液15μLから得たβ－ラクトグロブリンのピーク高さが5～14cmになるように調整する．

面積測定範囲：β－ラクトグロブリンの保持時間の約1.4倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　2%以下(1g)．

定量法

（ⅰ）　基質溶液　2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド0.603gをpH4.5のペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100mLとする．

（ⅱ）　操作法　本品約0.15gを精密に量り，水を加えてよく振り混ぜて溶かし，正確に100mLとし，室温で1時間放置する．この液2mLを正確に量り，pH4.5のペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝

液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液0.5mLを試験管に正確に量り，30±0.1℃で10分間保温した後，あらかじめ30±0.1℃で保温しておいた基質溶液0.5mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．30±0.1℃で正確に10分間反応させた後，炭酸ナトリウム試液1mLを正確に加え，直ちに振り混ぜ反応を停止する．この液に水8mLを正確に加えて混和し，試料呈色液とする．別に，pH4.5のペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液0.5mLを正確に量り，試料溶液と同様に操作し，空試験呈色液とする．試料呈色液及び空試験呈色液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長420nmにおける吸光度A_T及びA_Bを測定する．

本品1g中の単位＝$1/M \times (A_T - A_B)/0.459 \times 1/10$

0.459：*o*－ニトロフェノール1μmol/10mLの吸光度
M：試料溶液0.5mL中の本品の秤取量(g)
単位：上記の操作条件で1分間に2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド1μmolを加水分解する酵素量を1単位とする．

貯法　容器　気密容器．

カリジノゲナーゼ
Kallidinogenase

[*9001-01-8*]

本品は健康なブタの膵臓から得た酵素で，キニノーゲンを分解し，キニンを遊離する作用がある．
本品は1mg中にカリジノゲナーゼ25単位以上を含む．
通例，「乳糖水和物」等で薄めてある．
本品は定量するとき，表示単位の90～110%を含む．

性状　本品は白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．
本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品の水溶液(1→300)のpHは5.5～7.5である．

確認試験

（1）　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にカリジノゲナーゼ10単位を含む溶液を調製する．この溶液5mLを正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液1mLを正確に加え，更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液4mLずつを正確に量り，別々の試験管に入れ，一方にはアプロチニン試液1mLを，他方にはpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液1mLをそれぞれ正確に加え，室温で20分間放置し，それぞれ試料溶液1及び2とする．別にトリプシンインヒビター試液1mLを正確に量り，これにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液4mLずつを正確に量り，別々の試験管に入れ，一方にはアプロチニン試液1mLを，他方にはpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液1mLをそれぞれ正確に加え，同様に室温で20分間放置し，それぞれ試料溶液3及び4とする．次にあらかじめ30.0±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(1)2.5mLを正確に量り，層長1cmのセルに入れ，これに30.0±0.5℃で5分間加温した試料溶液1を正確に0.5mL加えると同時に秒時計を始動させ，30.0±0.5℃で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に2分及び6分後の波長405nmにおける吸光度A_{1-2}及びA_{1-6}を測定する．試料溶液2，3及び4について同様に試験を行い，それぞれ吸光度A_{2-2}，A_{2-6}，A_{3-2}，A_{3-6}，A_{4-2}及びA_{4-6}を測定する．次式により*I*の値を求めるとき，*I*の値は0.2より小さい．

$$I = \frac{(A_{1-6} - A_{1-2}) - (A_{3-6} - A_{3-2})}{(A_{2-6} - A_{2-2}) - (A_{4-6} - A_{4-2})}$$

（2）　あらかじめ30±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(2)2.9mLを正確に量り，層長1cmのセルに入れ，これに定量法で得た試料溶液0.1mLを正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30.0±0.5℃で紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，4～6分間，波長253nmにおける吸光度の変化を測定する．ただし，別にトリプシンインヒビター試液1mLを正確に量り，これにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液0.1mLを正確に量り，あらかじめ30.0±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(2)2.9mLを正確に量ったものに加えた液を対照とする．その吸光度の変化率が一定であるとき，1分間当たりの吸光度の変化量*A*を算出する．次式により*R*の値を求めるとき，*R*の値は0.12～0.16である．

$$R = A/0.0383 \times 1/(a \times b)$$

a：試料溶液1mL中の本品の量(mg)
b：定量法で得た本品1mg中のカリジノゲナーゼ単位数

比活性　本品につき，窒素定量法〈1.08〉により窒素含量を測定し，窒素(N：14.01)1mgをたん白質6.25mgに換算し，定量法で得た単位数から比活性を求めるとき，たん白質1mg当たりカリジノゲナーゼ100単位以上である．

純度試験

（1）　脂肪　本品1.0gにジエチルエーテル20mLを加え，時々振り混ぜ30分間抽出した後，ろ過し，ジエチルエーテル10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1mg以下である．

（2）　キニナーゼ

（i）　ブラジキニン溶液　ブラジキニンの適量をとり，pH7.4のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にブラジキニン0.200μgを含む溶液を調製する．

（ii）　カリジノゲナーゼ溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH7.4のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にカリジノゲナーゼ1単位を含む溶液を調製する．

（iii）　試料溶液　ブラジキニン溶液0.5mLを正確に量り，30±0.5℃で5分間加温し，あらかじめ30±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ溶液0.5mLを正確に加え，直ちに振り

混ぜる．この液を30.0±0.5℃で正確に150秒間放置した後，トリクロロ酢酸溶液(1→5)0.2mLを正確に加えて振り混ぜる．3分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離し，室温で15分間放置する．上澄液0.5mLを正確に量り，pH8.0のゼラチン・トリス緩衝液0.5mLを正確に加えて振り混ぜる．この液0.1mLを正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液0.9mLを正確に加えて振り混ぜ，更に0.2mLを正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液0.6mLを正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．

(ⅳ) 対照溶液　pH7.4のゼラチン・リン酸塩緩衝液0.5mLにつき(ⅲ)と同様に操作して対照溶液とする．

(ⅴ) 操作法　96ウェルマイクロプレートの抗ウサギ抗体結合ウェルに抗ブラジキニン抗体試液0.1mLを加え，振り混ぜた後，25℃付近の一定温度で1時間放置する．抗ブラジキニン抗体試液を除き，マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液0.3mLを加えて除く．これを3回繰り返し，液をよく除いた後，試料溶液及び対照溶液100μLとpH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液50μLを加え，振り混ぜた後，25℃付近の一定温度で1時間放置する．次にペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液50μLを加え，振り混ぜた後，冷所で一晩放置する．反応液を除き，マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液0.3mLを加えて除く．これを4回繰り返し，液をよく除いた後，ペルオキシダーゼ測定用基質液100μLを加え，25℃付近の一定温度で遮光して正確に30分間放置した後，薄めた硫酸(23→500)100μLを加え，振り混ぜた後，波長490～492nmにおける吸光度を測定する．別に，ブラジキニンの適量をとり，pH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中に正確に100ng，25ng，6.25ng，1.56ng，0.39ng，0.098ngを含むように調製し，それぞれ標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)，標準溶液(5)，標準溶液(6)とする．また，pH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液1mLを標準溶液(7)とする．ウェルにそれぞれの標準溶液50μLとトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液100μLを加え，以下試料溶液及び対照溶液と同様に操作する．

標準溶液のブラジキニン量と吸光度から検量線を作成し，試料溶液及び対照溶液のブラジキニン量B_T(pg)及びB_S(pg)を求める．

なお，この試験の吸光度測定には，通例，マイクロプレート用の分光光度計を用いる．ウェルが吸光度測定のセルとなるので，汚れ，傷に注意する．また，層長はウェルの液量によって変動するため，正確な一定量の液をウェルに加える．

(ⅵ) 判定　次式によりRの値を求めるときRの値は0.8以上である．

$$R = B_T / B_S$$

(3) トリプシン様物質　定量法で得た試料原液4mLを正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液1mLを正確に加え，更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．あらかじめ30±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(1)2.5mLを正確に量り，層長1cmのセルに入れ，これに30±0.5℃で5分間加温した試料溶液0.5mLを正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30±0.5℃で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に2分及び6分後の波長405nmにおける吸光度A_2及びA_6を測定する．別に試料原液4mLを正確に量り，これにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，比較液とする．比較液につき，試料溶液と同様に試験を行い，吸光度A'_2及びA'_6を測定する．次式によりTの値を求めるとき，Tの値は0.05以下である．

$$T = \{(A'_6 - A'_2) - (A_6 - A_2)\} / (A'_6 - A'_2)$$

(4) プロテアーゼ　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にカリジノゲナーゼ1単位を含む溶液を調製し，これを試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，試験管に入れ，35±0.5℃に5分間保つ．次にあらかじめ35±0.5℃に加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(3)5mLを正確に量り，試験管中の試料溶液に速やかに加え，35±0.5℃で正確に20分間反応させた後，トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加えてよく振り混ぜ，室温で1時間放置し，メンブランフィルター(孔径5μm)を用いてろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液につき，2時間以内に水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度Aを測定する．別に試料溶液1mLを正確に量り，トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加えてよく振り混ぜた後，カリジノゲナーゼ測定用基質試液(3)5mLを正確に加え，以下同様に操作して吸光度A_0を測定する．ここで得られた値から$A - A_0$を計算するとき，その値は0.2以下である．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　3%以下(0.5g，650～750℃)．

キニン遊離活性試験

(ⅰ) カリジノゲナーゼ溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH8.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にカリジノゲナーゼ0.1単位を含む溶液を調製する．なお，本溶液の調製はガラス製器具を用いて行う．

(ⅱ) 試料溶液　キニノーゲン試液0.5mLを正確に量り，30±0.5℃で5分間加温し，あらかじめ30±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ溶液0.5mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を30±0.5℃で正確に2分間放置した後，トリクロロ酢酸溶液(1→5)0.2mLを正確に加えて振り混ぜる．3分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離し，室温で15分間放置する．上澄液0.5mLを正確に量り，pH8.0のゼラチン・トリス緩衝液0.5mLを正確に加えて振り混ぜる．この液0.1mLを正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液1.9mLを正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．

(ⅲ) 操作法　試料溶液につき，純度試験(2)を準用して，1ウェル当たりのキニン量B(pg)を測定する．次式により本品1単位のキニン遊離活性を求めるとき，500ngブラジキニン等量／分／単位以上である．

本品1単位のキン遊離活性(ngブラジキニン等量／分／単位)
$= B \times 4.8$

定量法　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，その1mL中にカリジノゲナーゼ約10単位を含む溶液を調製し，これを試料原液とする．試料原液4mLを正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液1mLを正確に加え，更にpH7.0の

0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．あらかじめ30±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(1)2.5mLを正確に量り，層長1cmのセルに入れ，これに30±0.5℃で5分間加温した試料溶液0.5mLを正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30±0.5℃で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に2分及び6分後の波長405nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{T6}を測定する．別にカリジノゲナーゼ標準品をpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，1mL中に正確に10単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液4mLを正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液1mLを正確に加え，更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．標準溶液0.5mLを正確に量り，試料溶液と同様に試験を行い，正確に2分及び6分後の吸光度A_{S2}及びA_{S6}を測定する．別にトリプシンインヒビター試液1mLを正確に量り，これにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液0.5mLを正確に量り，試料溶液と同様に試験を行い，正確に2分及び6分後の吸光度A_{O2}及びA_{O6}を測定する．

本品1mg中のカリジノゲナーゼ単位数

$$= \frac{(A_{T6}-A_{T2})-(A_{O6}-A_{O2})}{(A_{S6}-A_{S2})-(A_{O6}-A_{O2})} \times \frac{M_S}{a} \times \frac{1}{b}$$

M_S：カリジノゲナーゼ標準品の秤取量(単位)
a：標準原液の容量(mL)
b：試料原液1mL中の本品の量(mg)

貯法　容器　気密容器.

カリ石ケン

Potash Soap

本品は定量するとき，脂肪酸として40.0%以上を含む.

製法

植物油	470mL
水酸化カリウム	適量
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を加えて溶かし，この液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける．けん化が完了した後，適量の「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて全量を1000gとして製する.

性状　本品は黄褐色透明粘滑の軟塊で，特異なにおいがある.
本品は水又はエタノール(95)に溶けやすい.

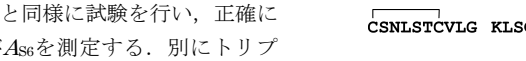
純度試験　ケイ酸又はアルカリ　本品10gをエタノール(95)30mLに溶かし，1mol/L塩酸0.50mLを加えるとき，液は混濁しない．この液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈しない.

定量法　本品約5gを精密に量り，熱湯100mLに溶かし，分液漏斗に入れ，希硫酸を加えて酸性とし，冷後，ジエチルエーテル50mL，40mL及び30mLを用いて順次抽出する．抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで水10mLずつで洗った後，ジエチルエーテル液を質量既知のフラスコに入れ，水浴上でなるべく低温でジエチルエーテルを蒸発して除き，残留物を80℃で恒量になるまで乾燥し，質量を量り，脂肪酸の量とする.

貯法　容器　気密容器.

カルシトニン(サケ)

Calcitonin (Salmon)
サケカルシトニン(合成)



$C_{145}H_{240}N_{44}O_{48}S_2$：3431.85
[*47931-85-1*]

本品は，合成された32個のアミノ酸残基からなるポリペプチドである．本品は，ホルモンで血中カルシウム濃度低下作用を有する.

本品は定量するとき，ペプチド1mg当たりカルシトニン(サケ)4000単位以上を含む.

性状　本品は白色の粉末である.
本品は水に溶けやすい.
本品は希酢酸に溶ける.
本品20mgを水2mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である.
本品は吸湿性である.

確認試験　本品1mgを希酢酸1mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(275nm)：3.3～4.0(1mg，希酢酸，1mL).

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－24～－32°(25mg，薄めた酢酸(100)(1→2)，10mL，100mm).

構成アミノ酸　本品約1mgを精密に量り，加水分解用試験管に入れ，薄めた塩酸(1→2)0.5mLに溶かし，ドライアイス・アセトン浴で凍結し，減圧下密封した後，110±2℃で24時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧下で蒸発乾固し，残留物に0.02mol/L塩酸試液5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にL－アスパラギン酸約27mg，L－トレオニン約24mg，L－セリン約21mg，L－グルタミン酸約29mg，L－プロリン約23mg，グリシン約15mg，L－アラニン約18mg，L－バリン約23mg，L－シスチン約48mg，メチオニン約30mg，L－イソロイシン約26mg，L－ロイシン約26mg，L－チロジン約36mg，フェニルアラニン約33mg，塩酸L－リジン約37mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物約42mg及び塩酸L－アルギニン約42mgを精密に量り，1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー

〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには13種のアミノ酸のピークを認める．また，ロイシンの値を5としてモル比を求めるとき，リジンは1.9～2.3，ヒスチジンは0.8～1.1，アルギニンは0.9～1.1，アスパラギン酸は1.9～2.1，トレオニンは4.5～4.9，セリンは3.2～3.8，グルタミン酸は2.8～3.1，プロリンは1.9～2.4，グリシンは2.7～3.3，1／2シスチンは1.5～2.5，バリンは0.9～1.0及びチロジンは0.8～1.0である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：440nm及び570nm)

カラム：内径4.6mm，長さ6cmのステンレス管に3μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(ナトリウム型)を充てんする．

カラム温度：57℃付近の一定温度

化学反応槽温度：130℃付近の一定温度

発色時間：約1分

移動相：移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eを次の表に従って調製する．

	移動相 A	移動相 B	移動相 C	移動相 D	移動相 E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	－
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	－
水酸化ナトリウム	－	－	－	－	8.00g
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	－
エタノール(99.5)	130.0mL	20.0mL	4.0mL	－	100.0mL
ベンジルアルコール	－	－	－	5.0mL	－
チオジグリコール	5.0mL	5.0mL	5.0mL	－	－
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4.0mL	4.0mL	4.0mL	4.0mL	4.0mL
カプリル酸	0.1mL	0.1mL	0.1mL	0.1mL	0.1mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

移動相の送液：移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)	移動相 C (vol%)	移動相 D (vol%)	移動相 E (vol%)
0 ～ 1.5	100	0	0	0	0
1.5 ～ 4	0	100	0	0	0
4 ～ 12	0	0	100	0	0
12 ～ 26	0	0	0	100	0
26 ～ 30	0	0	0	0	100

反応試薬：酢酸リチウム二水和物407g，酢酸(100)245mL及び1－メトキシ－2－プロパノール801mLを混和した後，水を加えて2000mLとし，窒素を10分間通じながらかき混ぜ，A液とする．別に1－メトキシ－2－プロパノール1957mLに，ニンヒドリン77g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134gを加え，窒素を30分間通じながらかき混ぜ，B液とする．A液及びB液を用時混和する．

移動相流量：毎分約0.4mL

反応試薬流量：毎分約0.35mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，トレオニンとセリン，グリシンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度はそれぞれ1.2，1.0及び1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，アスパラギン酸，プロリン，バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

ペプチド含量　本品は構成アミノ酸の項で得たアミノ酸分析値(μmol/mL)から次式によりペプチド含量を求めるとき，80.0%以上である．

ペプチド含量(%)＝3431.85 × 5／M × A／11 × 100

A：バリン，ロイシン，グリシン及びプロリンのアミノ酸分析値の合計(μmol/mL)

M：本品の秤取量(μg)

11：カルシトニン(サケ)1分子当たりのバリン，ロイシン，グリシン及びプロリンの理論残基数の合計

純度試験

（1）　酢酸　本品約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に酢酸(100)約1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の酢酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式により酢酸の量を求めるとき，酢酸の量は7.0%以下である．

酢酸(CH_3COOH)の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 1／10

M_S：酢酸(100)の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：リン酸0.7mLに水900mLを加え，8mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

移動相B：メタノール

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 5	95	5
5 ～ 10	95 → 50	5 → 50
10 ～ 20	50	50
20 ～ 22	50 → 95	50 → 5
22 ～ 30	95	5

流量：酢酸の保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，酢酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（2） 類縁物質　本品2mgを希酢酸2mLに溶かし，試料溶液とする．この液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，カルシトニン(サケ)以外のピークの合計面積は3%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の1%トリエチルアミン・リン酸緩衝液／アセトニトリル混液(27：13)

流量：カルシトニン(サケ)の保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルシトニン(サケ)の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLに移動相を加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たカルシトニン(サケ)のピーク面積が，システム適合性試験用溶液のカルシトニン(サケ)のピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル5mg及びパラオキシ安息香酸エチル7mgをアセトニトリル100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カルシトニン(サケ)のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　10.0%以下(5mg，電量滴定法)．

定量法

(i) 試験動物　体重55～180gの栄養状態の良い健康なシロネズミを用いる．ただし，試験前24時間絶食し，水を自由摂取させる．

(ii) 標準溶液　カルシトニン(サケ)標準品を0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液に溶かし，1mL中に正確に0.050及び0.025単位を含む溶液とし，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

(iii) 試料溶液　本品の表示単位に従いその適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液に溶かし，それぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(iv) 注射量　試験動物　1匹当たり0.3mLを注射する．

(v) 操作法　試験動物を1群8匹以上で，各群同数のA，B，C及びD群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを各試験動物の尾静脈又は頸背部皮下に注射する．1時間後，できる限り苦痛を与えない方法で腹部大動脈から採血し，その血液を常温で約30分間放置した後，毎分3000回転で10分間遠心分離して血清を得る．

(vi) 血清カルシウム定量法　血清0.1mLを正確に量り，ストロンチウム試液6.9mLを正確に加え，よく振り混ぜ，カルシウム定量用試料溶液とする．別に原子吸光光度用カルシウム標準液適量を正確に量り，ストロンチウム試液に溶かし，その1mL中にカルシウム(Ca：40.08)0.2～3μgを含むように薄め，カルシウム定量用標準溶液とする．カルシウム定量用試料溶液及びカルシウム定量用標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，カルシウム定量用標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてカルシウム定量用試料溶液のカルシウム含量を求める．

血清100mL中のカルシウム(Ca)の量(mg)
＝カルシウム定量用試料溶液のカルシウム含量(ppm)×7

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7nm

(vii) 計算式　S_H，S_L，T_H及びT_L注射群の各血清カルシウム値をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ合計してY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品のペプチド1mg中の単位数(単位/mgペプチド)

$$= \mathrm{antilog}\, M \times b / a \times 1 / c \times 5$$

$$M = 0.3010 \times (Y_a / Y_b)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品に0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加えて溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

c：ペプチド含量(%)

ただし，次式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次式によってL (P＝

0.95)を計算するとき，Lは0.20以下である．もし，F'がF_1を，またLが0.20を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F'=(-Y_1+Y_2+Y_3-Y_4)^2/4fs^2$$

f: 各群の試験動物の数

$s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

$n=4(f-1)$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

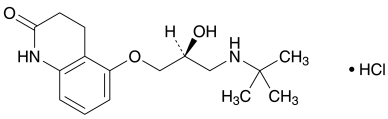
保存条件　遮光して，10℃以下で保存する．

容器　密封容器．

カルテオロール塩酸塩

Carteolol Hydrochloride

塩酸カルテオロール



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl：328.83

5-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-2-hydroxypropyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride

[*51781-21-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルテオロール塩酸塩($C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約277℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.1gを水5mLに溶かし，ライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

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

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

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水30mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：20：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)30mLを加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，無水酢酸70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.88mg $C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

カルナウバロウ

Carnauba Wax

CERA CARNAUBA

本品はカルナウバヤシ*Copernicia cerifera* Mart (*Palmae*)の葉から得たろうである．

性状　本品は淡黄色～淡褐色の堅くてもろい塊又は白色～淡黄

色の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はほとんどない．

本品は水，エタノール(95)，ジエチルエーテル又はキシレンにほとんど溶けない．

比重　d_{20}^{20}：0.990～1.002

融点：80～86℃

酸価〈*1.13*〉　10.0以下．ただし，溶媒としてキシレン／エタノール(95)混液(2：1)を用いる．

けん化価〈*1.13*〉　78～95本品約3gを精密に量り，300mLのフラスコに入れ，キシレン25mLを加え，加温して溶かし，エタノール(95)50mL及び正確に0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液25mLを加え，以下けん化価の試験を行う．ただし，加熱は2時間とし，また，滴定は温時行う．

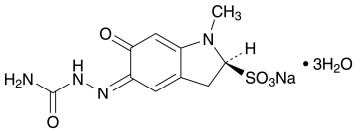
ヨウ素価〈*1.13*〉　5～14(試料は，共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす)

貯法　容器　密閉容器.

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物

Carbazochrome Sodium Sulfonate Hydrate

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$：376.32

Monosodium (2*RS*)-1-methyl-6-oxo-5-semicarbazono-2,3,5,6-tetrahydroindole-2-sulfonate trihydrate

[*51460-26-5*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$：322.27)98.0～102.0%を含む.

性状　本品はだいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

融点：約210℃(分解).

確認試験

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

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

（3）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品0.8gを水50mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは5.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに加温して溶かし，放冷するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長590nmにおける吸光度は0.070以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品50mgを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルバゾクロムスルホン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム1.2gを水1000mLに溶かし，必要ならば孔径0.4μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．この液925mLにエタノール(95)75mLを加えて振り混ぜた後，リン酸を加えてpH3に調整する．

流量：カルバゾクロムスルホン酸の保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルバゾクロムスルホン酸の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積が，標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品及びカルバゾクロム10mgずつを水100mLに加温して溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カルバゾクロムスルホン酸，カルバゾクロムの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カルバゾクロムスルホン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　13.0～16.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約0.25gを精密に量り，水50mLに溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)20mLを用いて調製した直径10mmのカラムに入れ，1分間に4mLの流速で流出させる．次に，水150mLでカラムを洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空

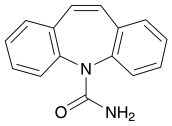
試験を行い，補正する．

0.05mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝16.11mg $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$

貯法　容器　密閉容器．

カルバマゼピン

Carbamazepine



$C_{15}H_{12}N_2O$：236.27
5*H*-Dibenzo[*b*, *f*]azepine-5-carboxamide
[*298-46-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルバマゼピン($C_{15}H_{12}N_2O$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品0.1gに硝酸2mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品0.1gに硫酸2mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（3）　本品に紫外線を照射するとき，強い青色の蛍光を発する．

（4）　定量法で得た液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　189～193℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをクロロホルム10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品2.0gに水40mLを正確に加え，15分間よく振り混ぜた後，ガラスろ過器(G3)でろ過する．ろ液10mLを正確に量り，フェノールフタレイン試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　アルカリ　(2)のろ液10mLを正確に量り，メチルレッド試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（4）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.25gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.20mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.028%以下)．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（6）　類縁物質　本品0.25gをとり，クロロホルム10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にイミノジベンジル5.0mgをとり，クロロホルムに溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／メタノール混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

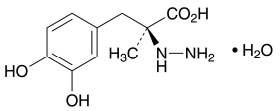
定量法　本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長285nm付近の吸収極大の波長における吸光度*A*を測定する．

カルバマゼピン($C_{15}H_{12}N_2O$)の量(mg)＝A／490 × 50000

貯法　容器　気密容器．

カルビドパ水和物

Carbidopa Hydrate
カルビドパ



$C_{10}H_{14}N_2O_4$・H_2O：244.24
(2*S*)-2-(3,4-Dihydroxybenzyl)-2-hydrazinopropanoic acid monohydrate
[*38821-49-7*]

本品は定量するとき，カルビドパ水和物($C_{10}H_{14}N_2O_4$・H_2O)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約197℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.01gを塩酸のメタノール溶液(9→1000)250mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルビドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波

長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－21.0～－23.5°(1g，塩化アルミニウム(Ⅲ)試液，100mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgに移動相70mLを加え，必要ならば加温して超音波を用いて溶かす．冷後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルビドパ以外のピークの合計面積は，標準溶液のカルビドパのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：カルビドパの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たカルビドパのピーク面積が，標準溶液のカルビドパのピーク面積の7～13%になることを確認する．

乾燥減量〈2.41〉　6.9～7.9%(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，6時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びカルビドパ標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれに移動相70mLを加え，必要ならば加温して超音波を用いて溶かす．冷後，移動相を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のカルビドパのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

カルビドパ水和物($C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1.080$

M_S：乾燥物に換算したカルビドパ標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液950mLにエタノール(95)50mLを加え，リン酸を加えてpH2.7に調整する．

流量：カルビドパの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びメチルドパ50mgずつを移動相100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，メチルドパ，カルビドパの順に溶出し，その分離度は0.9以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カルビドパのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

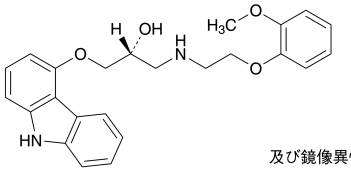
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

カルベジロール

Carvedilol



及び鏡像異性体

$C_{24}H_{26}N_2O_4$：406.47

(2*RS*)-1-(9*H*-Carbazol-4-yloxy)-3-{[2-(2-methoxyphenoxy)ethyl]amino}propan-2-ol

[*72956-09-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　114～119℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，定量分析用ろ紙に包み，第4法により操作し，試験を行う．比較液はるつぼに

定量分析用ろ紙を入れ，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，以下検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（2） 類縁物質　本品65mgを移動相100mLに溶かす．この液1mLを量り，移動相を加えて10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルベジロール以外のピークの面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3／20より大きくない．また，試料溶液のカルベジロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：55℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：カルベジロールの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，カルベジロールの保持時間の約9倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たカルベジロールのピーク面積が，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，カルベジロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カルベジロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.65mg $C_{24}H_{26}N_2O_4$

貯法　容器　気密容器.

カルベジロール錠

Carvedilol Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するカルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$：406.47)を含む.

製法　本品は「カルベジロール」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「カルベジロール」20mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液0.5mLにメタノールを加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長222～226nm，241～245nm，284～288nm，317～321nm及び330～334nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本操作は試料溶液調製後，5℃以下に保存し，24時間以内に行う．本品を粉末とし，表示量に従い「カルベジロール」12.5mgに対応する量をとり，必要ならば少量の移動相を加え，超音波処理により分散させた後，移動相を加えて100mLとし，30分間かき混ぜる．この液を孔径0.22μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，1.25mg錠及び2.5mg錠の試料溶液のカルベジロールに対する相対保持時間1.7～1.9及び2.0～3.1のピーク面積は，それぞれ標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3／10及び1.6倍より大きくなく，試料溶液のカルベジロール及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のカルベジロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の2.2倍より大きくない．また，10mg錠及び20mg錠の試料溶液のカルベジロールに対する相対保持時間1.7～1.9及び2.0～3.1のピーク面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の1／10及び2／5より大きくなく，試料溶液のカルベジロール及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のカルベジロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3／5より大きくない．ただし，カルベジロールに対する相対保持時間1.7～1.9のピーク面積は感度係数1.25を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルベジロールの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液50μLから得たカルベジロールのピーク面積が，標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で

操作するとき，カルベジロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カルベジロールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)70mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまで振り混ぜる．次に0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にカルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)約5μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)を加え，正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用カルベジロールを105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

カルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50$

M_S：定量用カルベジロールの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉

（1）　10mg錠及び20mg錠　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にカルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用カルベジロールを105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

カルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 36$

M_S：定量用カルベジロールの秤取量(mg)
C：1錠中のカルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)の表示量(mg)

（2）　1.25mg錠及び2.5mg錠　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にカルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)約1.4μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用カルベジロールを105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

カルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 9/2$

M_S：定量用カルベジロールの秤取量(mg)
C：1錠中のカルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．カルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)約25mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)を加えて250mLとし，30分間振り混ぜる．この液2mLをとり，移動相を加えて20mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用カルベジロールを105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)に溶かし，250mLとする．この液2mLをとり，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカルベジロールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

カルベジロール($C_{24}H_{26}N_2O_4$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用カルベジロールの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液(1→70)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.7gを水に溶かし1000mLとした液に，リン酸水素二カリウム0.7gを水に溶かして200mLとした液を加えてpH5.0に調整する．この液450mLにメタノール550mLを加える．

流量：カルベジロールの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

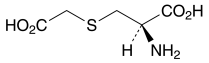
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カルベジロール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は20以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカルベジロールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

Lーカルボシステイン

L-Carbocisteine



$C_5H_9NO_4S$：179.19

(2*R*)-2-Amino-3-carboxymethylsulfanylpropanoic acid

[*638-23-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーカルボシステイン($C_5H_9NO_4S$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約186℃(分解)．

確認試験

（1） 本品0.2gに酢酸鉛(Ⅱ)試液1mL及び水3mLを加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム0.2gを加え，直火で1分間加熱するとき，暗褐色～黒色の沈殿を生じる．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－33.5～－36.5° 本品を乾燥し，その約5gを精密に量り，水20mL及び水酸化ナトリウム溶液(13→100)に溶かし，1mol/L塩酸試液及び0.1mol/L塩酸試液を加え，pH6.0に調整した後，更に水を加えて正確に50mLとする．この液につき，層長100mmで測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.20gを水10mL及び硝酸20mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに硝酸20mL及び水を加えて50mLとする(0.071%以下)．

（3） アンモニウム〈1.02〉 本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（4） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（6） 類縁物質 本品0.30gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ15mmにスポットする．次に1ーブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，0.1mol/L過塩素酸20mLを正確に加えて溶かし，酢酸(100)50mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝17.92mg $C_5H_9NO_4S$

貯法 容器 気密容器．

カルメロース

Carmellose

カルボキシメチルセルロース

[*9000-11-7*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのカルボキシメチルエーテルである．

◆**性状** 本品は白色の粉末である．

本品はエタノール(95)にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し懸濁液となる．

本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

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

（2） 本品1gに水100mLを加え，振り混ぜて得た懸濁液のpH〈2.54〉は3.5～5.0である．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品0.8gに水50mLを加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かし，更に水を加えて100mLとする．この液20mLに希硝酸10mLを

加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて100mLとする．この液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.36%以下).

（２） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gに水25mLを加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かし，更に水20mLを加える．この液に塩酸2.5mLを加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，洗液は上澄液に合わせ，水を加えて100mLとする．この液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.5mLを加える(0.72%以下).

◆（３） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).◆

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　1.5%以下(乾燥後，1g).

◆**貯法**　容器　気密容器.◆

カルメロースカルシウム

Carmellose Calcium

カルボキシメチルセルロースカルシウム

[*9050-04-8*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である.

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す.

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのカルシウム塩である.

◆**性状**　本品は白色～帯黄白色の粉末である.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品に水を加えるとき膨潤し懸濁液となる.

本品1.0gに水100mLを加え，振り混ぜて得た懸濁液のpHは4.5～6.0である.

本品は吸湿性である.◆

確認試験

（１） 本品0.1gに水10mLを加え，よく振り混ぜ，次に水酸化ナトリウム試液2mLを加えて振り混ぜ，10分間放置し，これを試料溶液とする．試料溶液1mLに水を加えて5mLとし，その1滴にクロモトロープ酸試液0.5mLを加え，水浴中で10分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する.

（２） (1)の試料溶液5mLにアセトン10mLを加えて振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる.

（３） (1)の試料溶液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，褐色綿状の沈殿を生じる.

（４） 本品1gを強熱して灰化し，残留物に水10mL及び酢酸(31)6mLを加えて溶かし，必要ならばろ過し，煮沸した後，冷却し，アンモニア試液で中和するとき，液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(3)を呈する.

純度試験

（１） アルカリ　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加えてよく振り混ぜ，フェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない.

（２） 塩化物〈*1.03*〉　本品0.80gに水50mLを加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液20mLに2mol/L硝酸試液10mLを加え，水浴上で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて100mLとする．この液25mLをとり，硝酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.36%以下).

（３） 硫酸塩〈*1.14*〉　(2)の試料溶液10mLに塩酸1mLを加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて100mLとする．この液25mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.42mLを加える．検液及び比較液に3mol/L塩酸試液1mL及び塩化バリウム試液3mLずつを加え，更に水を加えて50mLとし，混和する．10分間放置した後，混濁を比較する．検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない(1.0%以下).

◆（４） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).◆

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　10～20%(乾燥後，1g).

◆**貯法**　容器　気密容器.◆

カルメロースナトリウム

Carmellose Sodium

カルボキシメチルセルロースナトリウム

[*9004-32-4*]

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのナトリウム塩である.

本品を乾燥したものは定量するとき，ナトリウム(Na：22.99)6.5～8.5%を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で，味はない.

本品はメタノール，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水又は温湯を加えるとき，粘稠性のある液となる.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1） 本品0.2gを温湯20mLにかき混ぜながら加えて溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液1mLに水を加えて5mLとし，その1滴に濃クロモトロープ酸試液0.5mLを加え，水浴中で10分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） (1)の試料溶液10mLに硫酸銅(Ⅱ)試液1mLを加えるとき，青色綿状の沈殿を生じる．

（3） 本品3gにメタノール20mL及び希塩酸2mLを加え，水浴上で5分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に水20mLを加えた液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0gを少量ずつ温湯100mLにかき混ぜながら溶かし，冷却した液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1） 溶状 高さ250mm，内径25mm，厚さ2mmのガラス円筒の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを外管とし，高さ300mm，内径15mm，厚さ2mmのガラス円筒の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを内管とし，その外管に，本品1.0gを水100mLに溶かした液を入れ，これを幅1mm，間隔1mmの15本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き，内管を上下して，その上部から観察し，線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する．この操作を3回繰り返して得た平均値は，次の比較液を用いて，同様に操作して得た平均値より大きい．

比較液：0.005mol/L硫酸5.50mLに希塩酸1mL，エタノール(95)5mL及び水を加えて50mLとし，これに塩化バリウム試液2mLを混和し，10分間放置した後，よく振り混ぜて用いる．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.5gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10mLに希硝酸10mLを加えて振り混ぜ，水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，更に水を加えて200mLとする．この液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.45mLを加える(0.640%以下)．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 (2)の試料溶液10mLに塩酸1mLを加えてよく振り混ぜ，水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，洗液を先の上澄液に合わせ，更に水を加えて50mLとし，この液10mLに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.960%以下)．

（4） ケイ酸塩 本品約1gを精密に量り，白金皿に入れ，強熱灰化した後，希塩酸20mLを加え，時計皿でふたをして，30分間穏やかに煮沸する．時計皿をとり，空気を送りながら水浴上で加熱し，蒸発乾固する．更に1時間加熱を続けた後，熱湯10mLを加え，よくかき混ぜ，定量分析用ろ紙を用いてろ過する．残留物を熱湯で洗い，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙とともに乾燥し，更に恒量になるまで強熱するとき，その量は0.5%以下である．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gに硝酸20mLを加え，流動状となるまで弱く加熱する．冷後，硫酸5mLを加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸5mLを加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて25mLとする．この液5mLを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液5mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2mLを正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する(10ppm以下)．

（7） でんぷん (2)の試料溶液10mLをとり，ヨウ素試液2滴を滴加するとき青色を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0%以下(1g，105℃，4時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加え，還流冷却器を付けて130℃の油浴中で2時間加熱する．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝2.299mg Na

貯法 容器 気密容器．

クロスカルメロースナトリウム

Croscarmellose Sodium

[*74811-65-7*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は，セルロースの多価カルボキシメチルエーテル架橋物のナトリウム塩である．

◆**性状** 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水を加えるとき，膨潤し，懸濁液となる．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

（1） 本品1gにメチレンブルー溶液(1→250000)100mLを加え，よくかき混ぜて放置するとき，青色綿状の沈殿を生じる．

（2） 本品1gに水50mLを加えてよくかき混ぜ，懸濁液とする．この液1mLに水1mL及び用時製した1－ナフトールのメタノール溶液(1→25)5滴を加え，硫酸2mLを管壁に沿って静かに加え層積するとき，液の境界面は赤紫色を呈する．

（3） (2)の懸濁液は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0gに水100mLを加えて5分間かき混ぜるとき，上澄液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

◆（1） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える

(10ppm以下). ◆

◆（２）　塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウム　本品中の塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウムの量の和は換算した乾燥物に対し0.5%以下である.

（ｉ）　塩化ナトリウム　本品約5gを精密に量り，水50mL及び過酸化水素(30)5mLを加え，時々かき混ぜながら水浴上で20分間加熱する．冷後，水100mL及び硝酸10mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

（ii）　グリコール酸ナトリウム　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)2mL及び水5mLを加え，15分間かき混ぜる．アセトン50mLをかき混ぜながら徐々に加えた後，塩化ナトリウム1gを加えて3分間かき混ぜ，あらかじめ少量のアセトンで湿らせたろ紙を用いてろ過する．残留物をアセトン30mLでよく洗い，洗液はろ液に合わせ，更にアセトンを加えて正確に100mLとし，試料原液とする．別にグリコール酸0.100gを正確に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液0.5mL，1mL，2mL，3mL及び4mLずつを正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に5mLとし，更に酢酸(100)5mL及びアセトンを加えて正確に100mLとし，標準原液(1)，標準原液(2)，標準原液(3)，標準原液(4)及び標準原液(5)とする．試料原液，標準原液(1)，標準原液(2)，標準原液(3)，標準原液(4)及び標準原液(5)2mLずつを正確に量り，それぞれ水浴中で20分間加熱し，アセトンを蒸発する．冷後，2,7－ジヒドロキシナフタレン試液5mLを正確に加えて混和した後，更に2,7－ジヒドロキシナフタレン試液15mLを加えて混和し，容器の口をアルミホイルで覆い，水浴中で20分間加熱する．冷後，硫酸を加えて正確に25mLとし，混和し，試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)とする．別に，水／酢酸(100)混液(1：1)10mLにアセトンを加えて正確に100mLとし，この液2mLを正確に量り，以下試料原液と同様に操作し，空試験液とする．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)につき，空試験液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長540nmにおける吸光度A_T，A_{S1}，A_{S2}，A_{S3}，A_{S4}及びA_{S5}を測定する．標準溶液から得た検量線を用いて試料原液100mL中のグリコール酸の量X(g)を求め，次式によりグリコール酸ナトリウムの量を求める．

グリコール酸ナトリウムの量(%)＝ $X／M$ × 100 × 1.289

M：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)◆

◆（３）　水可溶物　本品約10gを精密に量り，水800mLに分散させ，最初の30分間は10分ごとに1分間かき混ぜる．沈降が遅ければ更に1時間放置する．この液を吸引ろ過又は遠心分離する．ろ液又は上澄液約150mLの質量を精密に量る．この液を乾固しない程度に加熱濃縮し，更に105℃で4時間乾燥し，残留物の質量を精密に量る．次式により水可溶物の量を求めるとき，1.0～10.0%である．

水可溶物の量(%)＝$100M_3(800+M_1)／M_1M_2$

M_1：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

M_2：ろ液又は上澄液約150mLの量(g)

M_3：残留物の量(g)◆

沈降試験　100mLの共栓メスシリンダーに水75mLを入れ，本品1.5gを0.5gずつ激しく振り混ぜながら加える．水を加えて100mLとし，均一に分散するまでよく振り混ぜた後，4時間放置するとき，沈下物の容積は10.0～30.0mLである．

置換度　本品約1gを精密に量り，500mLの共栓三角フラスコに入れ，塩化ナトリウム試液300mLを加えた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液25.0mLを正確に加え，栓をし，時々振り混ぜながら5分間放置する．メタクレゾールパープル試液5滴を加え，更にビュレットから0.1mol/L塩酸15mLを加え，栓をして振り混ぜる．液が紫色であれば黄色になるまで0.1mol/L塩酸を正確に1mLずつ加え，そのつど振り混ぜる．この液を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の黄色が紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．次式により酸・カルボキシメチル基の置換度A及びナトリウム・カルボキシメチル基の置換度Sを求めるとき，$A+S$は0.60～0.85である．

$A=1150M／(7102-412M-80C)$

$S=(162+58A)C／(7102-80C)$

M：乾燥物に換算した本品1gの中和に要する水酸化ナトリウムの量(mmol)

C：強熱残分で求めた値(%)

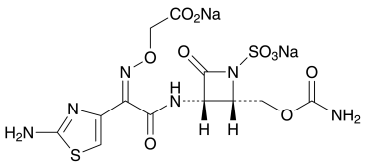
乾燥減量〈2.41〉　10.0%以下(1g，105℃，6時間).

強熱残分〈2.44〉　14.0～28.0%(1g，乾燥物質換算).

貯法　容器　気密容器.

カルモナムナトリウム

Carumonam Sodium



$C_{12}H_{12}N_6Na_2O_{10}S_2$：510.37

Disodium (*Z*)-{(2-aminothiazol-4-yl)[(2*S*,3*S*)-2-carbamoyloxymethyl-4-oxo-1-sulfonatoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy}acetate

[*86832-68-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり850～920μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，カルモナム($C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$：466.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールに極めて溶けにくく，エタノール(99.5)又は酢酸(100)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルモナムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ5.5ppm付近に二重線のシグナルAを，δ7.0ppm付近に単一線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋18.5～＋21.0°(脱水物に換算したもの0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(15ppm以下)．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4） 類縁物質1 本品約0.1gを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にカルモナムナトリウム標準品約0.1gを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，カルモナムのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質の量は4.0%以下であり，カルモナムのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質以外の個々の類縁物質の量はそれぞれ1.0%以下である．

類縁物質の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S

M_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)
A_S：標準溶液のカルモナムのピーク面積
A_T：試料溶液のカルモナム以外の個々のピーク面積

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：カルモナムの保持時間の約3倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たカルモナムのピーク面積が，標準溶液のカルモナムのピーク面積の7～13%になることを確認する．
システムの性能：本品40mgを移動相20mLに溶かす．この液5mLをとり，レソルシノールの移動相溶液(9→1000)5mL及び移動相を加えて25mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，レソルシノール，カルモナムの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，カルモナムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5） 類縁物質2 本品約0.1gを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にカルモナムナトリウム標準品約0.1gを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，個々の類縁物質の量はそれぞれ1.0%以下である．

類縁物質の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S

M_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)
A_S：標準溶液のカルモナムのピーク面積
A_T：試料溶液のカルモナムの後に溶出する個々のピーク面積

試験条件
検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．
移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→10000)／メタノール／酢酸(100)混液(74：25：1)
流量：フタル酸0.01gを移動相に溶かし，100mLとする．この液10μLを注入するとき，フタル酸の保持時間が約6.5分になるように調整する．
面積測定範囲：カルモナムの保持時間の約10倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たカルモナムのピーク面積が，標準溶液のカルモナムのピーク面積の7～13%になることを確認する．
システムの性能：本品40mgを移動相20mLに溶かす．この液5mLをとり，レソルシノールの移動相溶液(9

→1000)5mL及び移動相を加えて25mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，レソルシノール，カルモナムの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，カルモナムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（６）　総類縁物質　類縁物質1及び類縁物質2で求めた類縁物質の量の合計は6.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

定量法　本品及びカルモナムナトリウム標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に20mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカルモナムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

カルモナム($C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　レソルシノールの移動相溶液(9→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→10000)／メタノール／酢酸(100)混液(97：2：1)

流量：カルモナムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，カルモナムの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカルモナムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

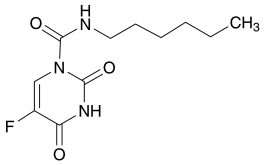
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

カルモフール

Carmofur



$C_{11}H_{16}FN_3O_3$：257.26

5-Fluoro-1-(hexylaminocarbonyl)uracil

[*61422-45-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルモフール($C_{11}H_{16}FN_3O_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約111℃(分解)．

確認試験

（１）　本品5mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（２）　本品のメタノール／pH2.0のリン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液混液(9：1)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品0.20gをメタノール／酢酸(100)混液(99：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／酢酸(100)混液(99：1)を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液15μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／アセトン混液(5：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．次に薄層板を臭素蒸気に30秒間さらした後，フルオレセインのエタノール(95)溶液(1→2500)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，50℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

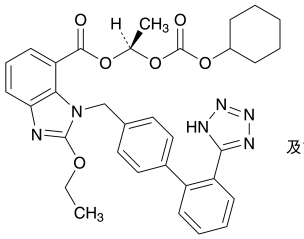
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミド20mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定〈2.50〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*−ジメチルホルムアミド試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液1mL
　＝25.73mg $C_{11}H_{16}FN_3O_3$

貯法　容器　気密容器.

カンデサルタン　シレキセチル

Candesartan Cilexetil



$C_{33}H_{34}N_6O_6$：610.66

(1*RS*)-1-(Cyclohexyloxycarbonyloxy)ethyl 2-ethoxy-1-{[2′-(1*H*-tetrazol-5-yl)biphenyl-4-yl]methyl}-1*H*-benzo[*d*]imidazole-7-carboxylate

[*145040-37-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，別に規定する方法により再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品20mgをアセトニトリル／水混液(3：2)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.4及び約2.0のピーク面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1／5より大きくなく，試料溶液のカンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のカンデサルタンシレキセチル及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1／10より小さい．また，試料溶液のカンデサルタンシレキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の3／5より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(57：43：1)

移動相B：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(90：10：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	100 → 0	0 → 100

流量：毎分0.8mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後30分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たカンデサルタンシレキセチルのピーク面積が，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カンデサルタンシレキセチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ12000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カンデサルタンシレキセチルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（3）　残留溶媒　別に規定する.

水分〈2.48〉　0.3%以下(0.5g，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝61.07mg $C_{33}H_{34}N_6O_6$

貯法　容器　密閉容器.

カンデサルタン　シレキセチル錠

Candesartan Cilexetil Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するカンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$：610.66)を含む.

製法　本品は「カンデサルタンシレキセチル」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「カンデサルタンシレキセチル」1mgに対応する量をとり，メタノール50mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長252～256nm及び302～307nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本品10個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「カンデサルタンシレキセチル」6mgに対応する量をとり，アセトニトリル／水混液(3：2)15mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1.5倍より大きくなく，試料溶液のカンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.8，約1.1及び約1.5のピーク面積は，それぞれ標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のカンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約2.0のピーク面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のカンデサルタンシレキセチル，カンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.4のピーク及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1／10より小さい．また，試料溶液のカンデサルタンシレキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の4倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(57：43：1)

移動相B：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(90：10：1)

移動相の送液：移動相Aと移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	100 → 0	0 → 100

流量：毎分0.8mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後30分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たカンデサルタンシレキセチルのピーク面積が，標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カンデサルタンシレキセチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ12000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カンデサルタンシレキセチルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，アセトニトリル／水混液(3：2)30mLを加えて20分間激しく振り混ぜた後，1mL中にカンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)約40μgを含むようにアセトニトリル／水混液(3：2)を加えて正確にV mLとし，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用カンデサルタンシレキセチル(別途「カンデサルタンシレキセチル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に50mLとする．この液4mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長305nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 1250$

M_S：脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチルの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液にポリソルベート20 1gに水を加えて100mLとした液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は75%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にカンデサルタンシレキセ

チル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)約2.2μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用カンデサルタンシレキセチル(別途「カンデサルタンシレキセチル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18 / 5$

M_S：脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチルの秤取量(mg)

C：1錠中のカンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，カンデサルタンシレキセチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，カンデサルタンシレキセチルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)約6mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液15mLを正確に加え，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて150mLとし，10分間激しく振り混ぜた後，静置する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用カンデサルタンシレキセチル(別途「カンデサルタンシレキセチル」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に50mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリル／水混液(3：2)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 25$

M_S：脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチルの秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのアセトニトリル溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(57：43：1)

流量：カンデサルタンシレキセチルの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，カンデサルタンシレキセチルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

含糖ペプシン

Saccharated Pepsin

本品はブタ又はウシの胃粘膜から得たペプシンに「乳糖水和物」を混和したもので，たん白消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1g当たり3800～6000単位を含む．

性状　本品は白色の粉末で，特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品は水にわずかに混濁して溶け，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けない．

本品はやや吸湿性である．

純度試験

（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおいがない．

（2）　酸　本品0.5gを水50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液の色は赤色である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，80℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g)．

定量法

（i）　基質溶液　消化力試験法〈4.03〉のたん白消化力試験法の基質溶液1を用いる．ただし，pHは2.0に調整する．

（ii）　試料溶液　本品約1250単位に対応する量を精密に量り，氷冷した0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．

（iii）　標準溶液　含糖ペプシン標準品適量を正確に量り，1mL中に約25単位を含むように氷冷した0.01mol/L塩酸試液に溶かす．

（iv）　操作法　消化力試験法〈4.03〉のたん白消化力試験法により操作し，試料溶液につき吸光度A_T及びA_{TB}を測定する．ただし，沈殿試液はトリクロロ酢酸試液Aを用いる．別に，標準溶液につき，試料溶液と同様に操作し，吸光度A_S及びA_{SB}を測定する．本品1g中の単位数は次式により算出する．

本品1g中の単位数$= U_S \times (A_T - A_{TB}) / (A_S - A_{SB}) \times 1 / M$

U_S：標準溶液1mL中の単位数

M：試料溶液1mL中の本品の秤取量(g)

貯法

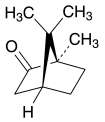
保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

d－カンフル

d-Camphor

樟脳



$C_{10}H_{16}O$：152.23

(1*R*,4*R*)-1,7,7-Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-one

[*464-49-3*]

本品は定量するとき，*d*－カンフル($C_{10}H_{16}O$)96.0％以上を含む．

性状　本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある．

本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は室温で徐々に揮散する．

確認試験　本品0.1gをメタノール2mLに溶かし，2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液1mLを加えた後，水浴上で5分間加熱するとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋41.0～＋43.0°(5g，エタノール(95)，50mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　177～182℃

純度試験

（1）　水分　本品1.0gに二硫化炭素10mLを加えて振り混ぜるとき，液は濁らない．

（2）　塩素化合物　本品を粉末とし，その0.20gを乾燥した磁製るつぼにとり，過酸化ナトリウム0.4gを加え，バーナーで徐々に加熱して完全に分解する．残留物を温湯20mLに溶かし，希硝酸12mLを加えて酸性とした後，ネスラー管中にろ過し，ろ紙を熱湯5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせる．冷後，水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えてよく振り混ぜ，5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.20mLを用いて同様に操作する．

（3）　不揮発性残留物　本品2.0gを水浴上で加熱して昇華し，更に105℃で3時間乾燥するとき，残留物は1.0mg以下である．

定量法　本品及び*d*－カンフル標準品約0.1gずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，エタノール(99.5)に溶かして100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する*d*－カンフルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

d－カンフル($C_{10}H_{16}O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：*d*－カンフル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチル酸メチルのエタノール(99.5)溶液(1→25)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mをシラン処理した180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10％の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：*d*－カンフルの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，*d*－カンフル，内標準物質の順に流出し，その分離度は7以上である．

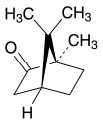
システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する*d*－カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0％以下である．

貯法　容器　気密容器．

dl－カンフル

dl-Camphor

合成樟脳



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{16}O$：152.23

(1*RS*,4*RS*)-1,7,7-Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-one

[*76-22-2*]

本品は定量するとき，*dl*－カンフル($C_{10}H_{16}O$)96.0％以上を含む．

性状　本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある．

本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は室温で徐々に揮散する．

確認試験　本品0.1gをメタノール2mLに溶かし，2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液1mLを加えた後，水浴上で5分間加熱するとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－1.5～＋1.5°(5g，エタノール(95)，50mL，100mm)．

融点〈2.60〉　175～180℃

純度試験

（1）　水分　本品1.0gに二硫化炭素10mLを加えて振り混ぜるとき，液は濁らない．

（2）　塩素化合物　本品を粉末とし，その0.20gを乾燥した磁製るつぼにとり，過酸化ナトリウム0.4gを加え，バーナーで徐々に加熱して完全に分解する．残留物を温湯20mLに溶かし，希硝酸12mLを加えて酸性とした後，ネスラー管中にろ過し，ろ紙を熱湯5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせる．冷後，水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えてよく振り混ぜ，5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.20mLを用いて同様に操作する．

（3）　不揮発性残留物　本品2.0gを水浴上で加熱して昇華し，更に105℃で3時間乾燥するとき，残留物は1.0mg以下である．

定量法　本品及び*dl*－カンフル標準品約0.1gずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，エタノール(99.5)に溶かして100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する*dl*－カンフルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

dl－カンフル($C_{10}H_{16}O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：*dl*－カンフル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチル酸メチルのエタノール(99.5)溶液(1→25)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mをシラン処理した180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10％の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：*dl*－カンフルの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，*dl*－カンフル，内標準物質の順に流出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する*dl*－カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0％以下である．

貯法　容器　気密容器．

肝油

Cod Liver Oil

本品はマダラ*Gadus macrocephalus* Tilesius又はスケトウダラ*Theragra chalcogramma* Pallas (*Gadidae*)の新鮮な肝臓及び幽門垂から得た脂肪油である．

本品は定量するとき，1gにつきビタミンA 2000～5000単位を含む．

性状　本品は黄色～だいだい色の油液で，わずかに魚臭を帯びた特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はクロロホルムと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品0.1gをクロロホルム10mLに溶かし，この液1mLに塩化アンチモン(Ⅲ)試液3mLを加えるとき，液は直ちに青色となるが，この色は速やかに退色する．

比重〈1.13〉　d_{20}^{20}：0.918～0.928

酸価〈1.13〉　1.7以下．

けん化価〈1.13〉　180～192

不けん化物〈1.13〉　3.0％以下．

ヨウ素価〈1.13〉　130～170

純度試験　変敗　本品を加温するとき，不快な敗油性のにおいを発しない．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，ビタミンA定量法〈2.55〉の第2法により試験を行う．

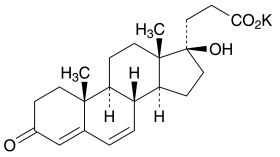
貯法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器．

カンレノ酸カリウム

Potassium Canrenoate



$C_{22}H_{29}KO_4$：396.56

Monopotassium 17-hydroxy-3-oxo-17α-pregna-4,6-diene-21-carboxylate

[*2181-04-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カンレノ酸カリウム($C_{22}H_{29}KO_4$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は微黄白色～微黄褐色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品2mgを硫酸2滴に溶かすとき，液はだいだい色を呈し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．これに無水酢酸1滴を加えるとき，液は赤色に変わる.

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

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

（4）　本品の水溶液(1→10)はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－71～－76°(乾燥後，0.2g，メタノール，20mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは8.4～9.4である.

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水5mLに溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　カンレノン　本品0.40gをとり，共栓遠心沈殿管に入れ，氷水中で5℃以下に冷却し，これに5℃以下に冷却したpH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液6mLを加えて溶かし，次いで5℃以下に冷却した水8mLを加える．これにクロロホルム10mLを正確に加え，5℃以下で3分間放置した後，直ちに2分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．水層を除き，クロロホルム層5mLを分取し，5℃以下に冷却したpH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液3mL及び5℃以下に冷却した水4mLを入れた共栓遠心沈殿管に入れ，1分間振り混ぜた後，遠心分離する．水層を除き，クロロホルム層2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長283nmにおける吸光度を測定するとき，0.67以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)75mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法．ただし，内部液は飽和塩化カリウム・酢酸(100)溶液に代える)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

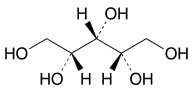
0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.66mg $C_{22}H_{29}KO_4$

貯法　容器　気密容器.

キシリトール

Xylitol

キシリット



$C_5H_{12}O_5$：152.15

meso-Xylitol

[*87-99-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，キシリトール($C_5H_{12}O_5$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は甘い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2)1mLに硫酸鉄(Ⅱ)試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない.

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

ｐＨ〈*2.54*〉　本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である.

融点〈*2.60*〉　93.0～95.0℃

純度試験

（1）　溶状　本品5gを10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品4.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下).

（4） 重金属〈1.07〉 本品4.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下).

（5） ニッケル 本品0.5gを水5mLに溶かし，ジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき，液は赤色を呈しない.

（6） ヒ素〈1.11〉 本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下).

（7） 糖類 本品5.0gを水15mLに溶かし，希塩酸4.0mLを加え，還流冷却器を付け，水浴中で3時間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和する(指示薬：メチルオレンジ試液2滴)．更に水を加えて50mLとし，その10mLをフラスコに量り，水10mL及びフェーリング試液40mLを加えて穏やかに3分間煮沸した後，放置し，酸化銅(Ⅰ)を沈殿させる．次に上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄(Ⅲ)試液20mLに溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80℃に加熱し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は，1.0mL以下である.

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，24時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム2.5gを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.902mg $C_5H_{12}O_5$

貯法 容器 気密容器.

キシリトール注射液

Xylitol Injection

キシリット注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するキシリトール($C_5H_{12}O_5$：152.15)を含む.

製法 本品は「キシリトール」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性状 本品は無色澄明の液で，味は甘い.

確認試験 本品の表示量に従い「キシリトール」0.1gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にキシリトール0.1gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(95)／アンモニア水(28)／水混液(25：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硝酸銀・アンモニア試液を均等に噴霧し，105℃で15分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黒褐色を呈し，それらのR_f値は等しい.

pH〈2.54〉 4.5～7.5

エンドトキシン〈4.01〉 0.50EU/mL未満.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法 本品のキシリトール($C_5H_{12}O_5$)約5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，次にこの液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「キシリトール」の定量法を準用する.

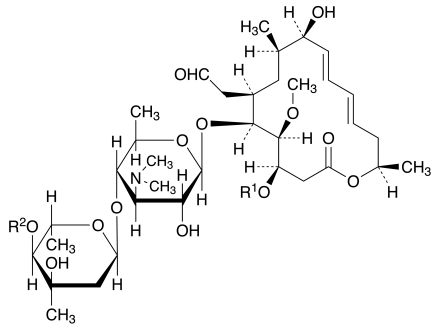
0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.902mg $C_5H_{12}O_5$

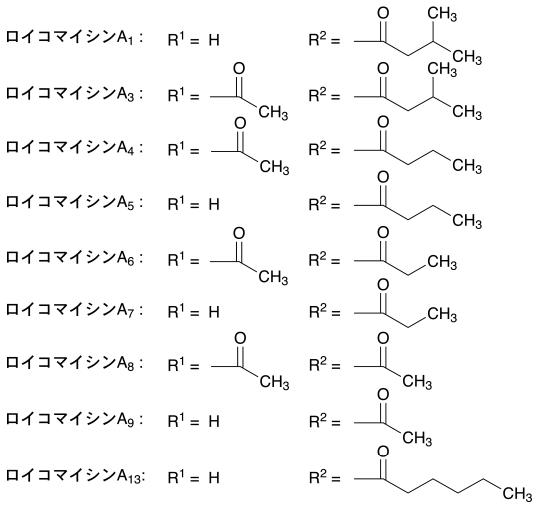
貯法 容器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

キタサマイシン

Kitasamycin

ロイコマイシン





(ロイコマイシンA_1,A_5,A_7,A_9,A_{13})
(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシンA_1：acyl＝3-methylbutanoyl
ロイコマイシンA_5：acyl＝butanoyl
ロイコマイシンA_7：acyl＝propanoyl
ロイコマインシA_9：acyl＝acetyl
ロイコマイシンA_{13}：acyl＝hexanoyl

(ロイコマイシンA_3,A_4,A_6,A_8)
(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシンA_3：acyl＝3-methylbutanoyl
ロイコマイシンA_4：acyl＝butanoyl
ロイコマイシンA_6：acyl＝propanoyl
ロイコマイシンA_8：acyl＝acetyl

[*1392-21-8*，キタサマイシン]

本品は，*Streptomyces kitasatoensis*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり1450～1700μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はロイコマイシンA_5($C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93)としての量をキタサマイシン質量(力価)で表し，キタサマイシン1mg(力価)はロイコマイシンA_5($C_{39}H_{65}NO_{14}$)0.530mgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

成分含量比　本品0.02gを薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かして20mLとし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりロイコマイシンA_5，ロイコマイシンA_4及びロイコマイシンA_1の量を求めるとき，それぞれ40～70%，5～25%及び3～12%である．ただし，ロイコマイシンA_4及びロイコマイシンA_1のロイコマイシンA_5に対する相対保持時間は約1.2及び約1.5である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(77→5000)に薄めたリン酸(1→150)を加えてpH5.5に調整した液370mLにメタノール580mL及びアセトニトリル50mLを加える．

流量：ロイコマイシンA_5の保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：ロイコマイシンA_5の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ロイコマイシンA_5標準品約20mg及びジョサマイシン標準品約20mgを薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロイコマイシンA_5，ジョサマイシンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：試料溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロイコマイシンA_5のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のiを用いる．

(iii)　標準溶液　ロイコマイシンA_5標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，更に水

を加えて100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含むように薄め，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，更に水を加えて100mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含むように薄め，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

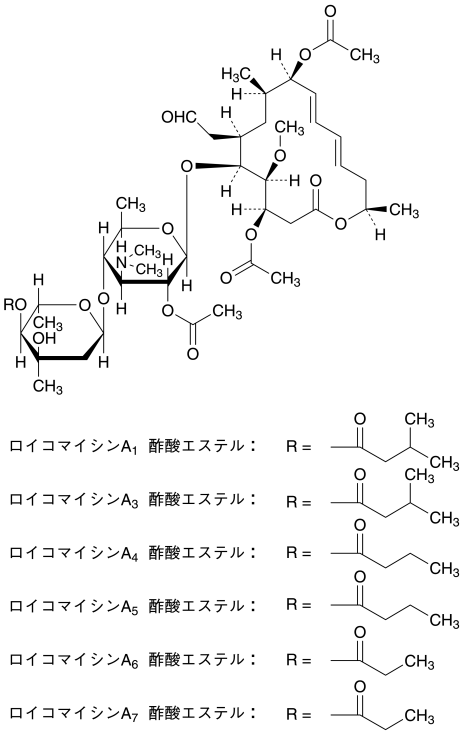
キタサマイシン酢酸エステル

Kitasamycin Acetate

アセチルキタサマイシン

アセチルロイコマイシン

ロイコマイシン酢酸エステル



(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3,9-Diacetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2-*O*-acetyl-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシンA_1酢酸エステル：acyl＝3-methylbutanoyl

ロイコマイシンA_3酢酸エステル：acyl＝3-methylbutanoyl

ロイコマイシンA_4酢酸エステル：acyl＝butanoyl

ロイコマイシンA_5酢酸エステル：acyl＝butanoyl

ロイコマイシンA_6酢酸エステル：acyl＝propanoyl

ロイコマイシンA_7酢酸エステル：acyl＝propanoyl

[*178234-32-7*，キタサマイシン酢酸エステル]

本品は，キタサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり680～790μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ロイコマイシンA_5($C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93)としての量をキタサマイシンの質量(力価)で表し，キタサマイシン1mg(力価)はロイコマイシンA_5($C_{39}H_{65}NO_{14}$)0.530mgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

(1)　本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のiを用いる．

(iii)　標準溶液　ロイコマイシンA_5標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール25mLに溶かし，水を加えて正確に50mLとし，よく振り混ぜた後，37±2℃で24時間放置する．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

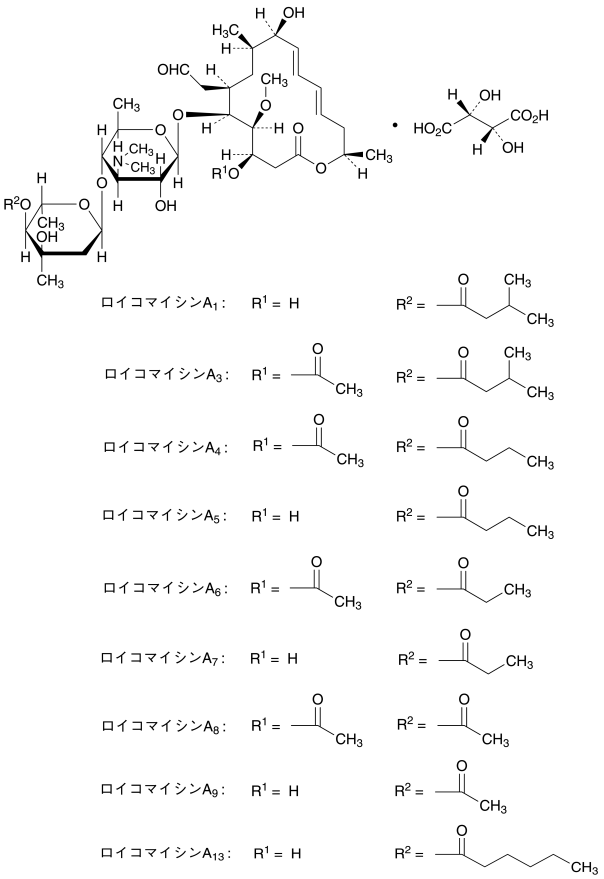
キタサマイシン酒石酸塩

Kitasamycin Tartrate

酒石酸キタサマイシン

酒石酸ロイコマイシン

ロイコマイシン酒石酸塩



(ロイコマイシンA_1,A_5,A_7,A_9,A_{13}酒石酸塩)

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

ロイコマイシンA_1酒石酸塩：acyl＝3-methylbutanoyl

ロイコマイシンA_5酒石酸塩：acyl＝butanoyl

ロイコマイシンA_7酒石酸塩：acyl＝propanoyl

ロイコマイシンA_9酒石酸塩：acyl＝acetyl

ロイコマイシンA_{13}酒石酸塩：acyl＝hexanoyl

(ロイコマイシンA_3,A_4,A_6,A_8酒石酸塩)

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

ロイコマイシンA_3酒石酸塩：acyl＝3-methylbutanoyl

ロイコマイシンA_4酒石酸塩：acyl＝butanoyl

ロイコマイシンA_6酒石酸塩：acyl＝propanoyl

ロイコマイシンA_8酒石酸塩：acyl＝acetyl

[*37280-56-1*，キタサマイシン酒石酸塩]

本品は，キタサマイシンの酒石酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり1300μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，ロイコマイシンA_5($C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93)としての量をキタサマイシンの質量(力価)で表し，キタサマイシン1mg(力価)はロイコマイシンA_5($C_{39}H_{65}NO_{14}$)0.530mgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすい．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品1gを水20mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液3mLを加え，これに酢酸*n*－ブチル20mLを加えてよく振り混ぜた後，水層を分取する．この水層に酢酸*n*－ブチル20mLを加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．分取した液は，酒石酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品　3.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

成分含量比　本品20mgを薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かして20mLとし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりロイコマイシンA_5，ロイコマイシンA_4及びロイコマイシンA_1の量を求めるとき，それぞれ40～70%，5～25%及び3～12%である．ただし，ロイコマイシンA_4及びロイコマイシンA_1のロイコマイシンA_5に対する相対保持時間は約1.2及び約1.5である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(77→5000)に薄めたリン酸(1→150)を加えてpH5.5に調整する．この液370mLにメタノール580mL及びアセトニトリル50mLを加える．

流量：ロイコマイシンA_5の保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：ロイコマイシンA_5の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ロイコマイシンA_5標準品20mg及びジョサマイシン標準品20mgを薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロイコマイシンA_5，ジョサマイシンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：試料溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロイコマイシンA_5のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．

（iii）　標準溶液　ロイコマイシンA_5標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

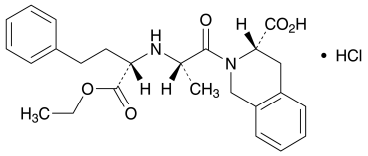
（iv）　試料溶液　本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

キナプリル塩酸塩

Quinapril Hydrochloride

塩酸キナプリル



$C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl：474.98

(3*S*)-2-((2*S*)-2-{[(1*S*)-1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropyl]amino}propanoyl)-1,2,3,4-tetrahydroisoquinoline-3-carboxylic acid monohydrochloride

[*82586-55-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，キナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けやすい．

本品は潮解性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋14.4～＋16.0°(脱水物に換算したもの0.5g，メタノール，25mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgをpH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約0.5及び約2.0のピーク面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のキナプリル及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のキナプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液を25℃以上に保ちながら過塩素酸を加えてpH2.0に調整する．この液1000mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1000mLを加える．

流量：キナプリルの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキナプリルの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たキナプリルのピーク面積が，標準溶

液のキナプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，キナプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　1.0%以下(0.2g，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本操作は本品を溶かした後，3分以内に滴定を開始する．本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，硝酸ビスマス試液4mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝47.50mg $C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

キナプリル塩酸塩錠

Quinapril Hydrochloride Tablets

塩酸キナプリル錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するキナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl：474.98)を含む．

製法　本品は「キナプリル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「キナプリル塩酸塩」20mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えて5分間かき混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLを量り，希塩酸0.5mLを加えた後，メタノールを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長256～260nm，262～266nm及び269～273nmに吸収の極大を示す．

純度試験　定量法の上澄液をとり，表示量に従い1mL中に「キナプリル塩酸塩」0.2mgを含む液となるようにpH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加え，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積の2倍より大きくなく，試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約2.0のピーク面積は，標準溶液のキナプリルのピーク面積より大きくない．

試験条件

「キナプリル塩酸塩」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，キナプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)3V／5 mLを加え，激しくかき混ぜて崩壊させ，更に10分間かき混ぜた後，1mL中にキナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)約0.22mgを含む液となるようにpH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液15mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

キナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 120$

M_S：脱水物に換算した定量用キナプリル塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのpH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)溶液(1→800)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にキナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)約1.2μgを含む液となるようにpH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用キナプリル塩酸塩(別途「キナプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約24mgを精密に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のキナプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

キナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：脱水物に換算した定量用キナプリル塩酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のキナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液を25℃以上に保ちながら過塩素酸を加えてpH2.0に調整する．この液1000mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1500mLを加える．

流量：キナプリルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，キナプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個をとり，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)300mLを加え，激しくかき混ぜて崩壊させ，更に10分間かき混ぜた後，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に500mLとする．この液を遠心分離し，キナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)約6.5mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用キナプリル塩酸塩(別途「キナプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，pH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するキナプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のキナプリル塩酸塩($C_{25}H_{30}N_2O_5$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 25 / 4$

M_S：脱水物に換算した定量用キナプリル塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのpH7.0のリン酸塩緩衝液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液を25℃以上に保ちながら過塩素酸を加えてpH2.0に調整する．この液1000mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1000mLを加える．

流量：キナプリルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，キナプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するキナプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

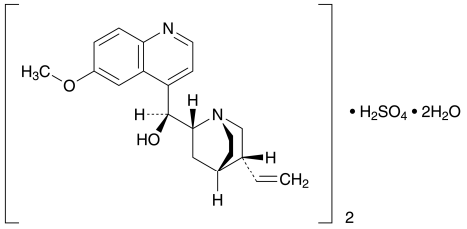
貯法　容器　気密容器．

キニジン硫酸塩水和物

Quinidine Sulfate Hydrate

キニジン硫酸塩

硫酸キニジン



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2$・H_2SO_4・$2H_2O$：782.94

(9*S*)-6′-Methoxycinchonan-9-ol hemisulfate monohydrate

[*6591-63-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，キニジン硫酸塩[$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2$・H_2SO_4：746.91]98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶で，においはなく，味は極めて苦い．

本品はエタノール(95)又は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．また，本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい．

本品は光によって徐々に暗色となる．

旋光度　〔α〕$^{20}_{D}$：＋275～＋287°(乾燥後，0.5g，0.1mol/L塩酸，25mL，100mm)．

確認試験

（1）　本品0.01gに水10mL及び希硫酸2～3滴を加えて溶かした液は青色の蛍光を発する．

（2）　本品の水溶液(1→1000)5mLに臭素試液1～2滴及びアンモニア試液1mLを加えるとき，液は緑色を呈する．

（3）　本品の水溶液(1→100)5mLに硝酸銀試液1mLを加え，ガラス棒でかき混ぜ，しばらく放置するとき，白色の沈殿を生じ，これに硝酸を滴加するとき，溶ける．

（4）　本品0.4gに水20mL及び希塩酸1mLを加えて溶かした液は，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である．

純度試験

（1）　クロロホルム・エタノール不溶物　本品2.0gにクロロホルム／エタノール(99.5)混液(2：1)15mLを加えて50℃で10分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム／エタノール(99.5)混液(2：1)10mLずつで5回洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.0mg以下である．

（2）　類縁物質　本品20mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別にシンコニン25mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジヒドロキニジン硫酸塩は15.0%以下であり，キニーネ硫酸塩及びジヒドロキニーネ硫酸塩は，それぞれ1.0%以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

カラム：内径約4mm，長さ約25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

温度：室温

移動相：水／アセトニトリル／メタンスルホン酸試液／ジエチルアミン溶液(1→10)混液(43：5：1：1)

流量：キニジンの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ0.01gずつをメタノール5mLに溶かし，移動相を加えて50mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ1.2以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液50μLから得たシンコニンのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニジンの保持時間の約2倍の範囲

（3）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Mより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，130℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.90mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

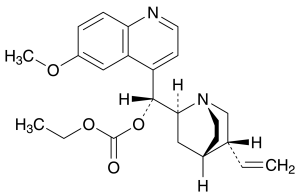
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

キニーネエチル炭酸エステル

Quinine Ethyl Carbonate

エチル炭酸キニーネ



$C_{23}H_{28}N_2O_4$：396.48

Ethyl (8*S*,9*R*)-6′-methoxycinchonan-9-yl carbonate

[*83-75-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，キニーネエチル炭酸エステル($C_{23}H_{28}N_2O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶で，においはなく，味は初めないが，徐々に苦くなる．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

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

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－42.2～－44.0°(脱水物に換算したもの0.5g，メタノール，50mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　91～95℃

純度試験

（1）　塩化物　本品0.30gに希硝酸10mL及び水20mLを加えて溶かし，その5mLに硝酸銀試液2～3滴を加えるとき，液は変化しない．

（２） 硫酸塩〈1.14〉 本品1.0gに希塩酸5mL及び水を加えて溶かし，50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸5mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（３） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４） 類縁物質 本品20mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別に硫酸キニーネ25mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりキニーネエチル炭酸エステルに対する相対保持時間約1.2に溶出する主不純物の量を求めるとき，10.0%以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のキニーネのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.2gを水／メタノール混液(1：1)1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→20)を加えてpH3.5に調整する．

流量：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間が約20分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ5mgずつを移動相に溶かし，50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，キニーネ，ジヒドロキニーネ，キニーネエチル炭酸エステル，キニーネエチル炭酸エステルの主不純物の順に溶出し，キニーネとジヒドロキニーネの分離度が2.7以上，キニーネとキニーネエチル炭酸エステルの分離度が5以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たキニーネのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

面積測定範囲：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間の約2倍の範囲

水分〈2.48〉 3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)60mLに溶かし，無水酢酸2mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.82mg $C_{23}H_{28}N_2O_4$

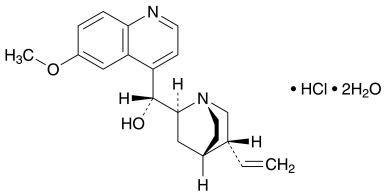
貯法 容器 密閉容器.

キニーネ塩酸塩水和物

Quinine Hydrochloride Hydrate

塩酸キニーネ

キニーネ塩酸塩



$C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl・$2H_2O$：396.91

(8*S*,9*R*)-6′-Methoxycinchonan-9-ol monohydrochloride dihydrate

[*6119-47-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，キニーネ塩酸塩($C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl：360.88)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶で，においはなく，味は極めて苦い.

本品はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，酢酸(100)，無水酢酸又はエタノール(95)に溶けやすく，水にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．また，本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい.

本品は光によって徐々に褐色になる.

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→50)は蛍光を発しないが，その1mLに水100mL及び希硫酸1滴を加えるとき，青色の蛍光を発する.

（２） 本品の水溶液(1→1000)5mLに臭素試液1～2滴及びアンモニア試液1mLを加えるとき，液は緑色を呈する.

（３） 本品の水溶液(1→50)5mLに希硝酸1mLと硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分離し，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける.

旋光度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：－245～－255°(乾燥後，0.5g，0.1mol/L塩酸，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である.

純度試験

（１） 硫酸塩〈1.14〉 本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下).

（２） バリウム塩 本品0.5gに水10mLを加え，加温して溶かし，希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない.

（３） クロロホルム・エタノール不溶物 本品2.0gにクロロホルム／エタノール(99.5)混液(2：1)15mLを加え，50℃で10分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム／エタノール(99.5)混液(2：1)10mLずつで5回洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.0mg以下である.

（４） 類縁物質 本品20mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別にシンコニジン25mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，

次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により塩酸ジヒドロキニーネの量を求めるとき，10.0%以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

カラム：内径約4mm，長さ約25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：水／アセトニトリル／メタンスルホン酸試液／ジエチルアミン溶液(1→10)混液(43：5：1：1)

流量：キニーネの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン10mgずつをメタノール5mLに溶かし，更に移動相を加えて50mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ1.2以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液50μLから得たシンコニジンのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニーネの保持時間の約2倍の範囲

（５）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.25gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Mより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　10.0%以下(1g，105℃，5時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.04mg $C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

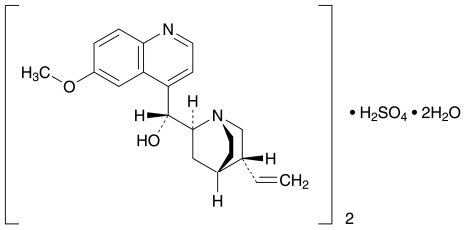
容器　密閉容器．

キニーネ硫酸塩水和物

Quinine Sulfate Hydrate

キニーネ硫酸塩

硫酸キニーネ



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2$・H_2SO_4・$2H_2O$：782.94

(8*S*,9*R*)-6′-Methoxycinchonan-9-ol hemisulfate monohydrate

[*6119-70-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，キニーネ硫酸塩[$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2$・H_2SO_4：746.91]98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

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

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

（３）　本品0.4gを水20mL及び希塩酸1mLに溶かした液は，硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－235～－245°(乾燥後，0.5g，0.1mol/L塩酸，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品2.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液のpHは5.5～7.0である．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　クロロホルム・エタノール不溶物　本品2.0gにクロロホルム／エタノール(99.5)混液(2：1)15mLを加えて50℃で10分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム／エタノール(99.5)混液(2：1)10mLずつで5回洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.0mg以下である．

（３）　類縁物質　本品20mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別にシンコニジン25mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mL

を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりジヒドロキニーネ硫酸塩の量を求めるとき，5%以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

カラム：内径約4mm，長さ約25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

温度：室温

移動相：水／アセトニトリル／メタンスルホン酸試液／ジエチルアミン溶液(1→10)混液(43：5：1：1)

流量：キニーネの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン0.01gずつをメタノール5mLに溶かし，移動相を加えて50mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ1.2以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液50μLから得たシンコニジンのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニーネの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　3.0～5.0%(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.90mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

牛脂

Beef Tallow

SEVUM BOVINUM

本品はウシ*Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin (*Bovidae*)の新鮮な脂肪組織に水を加え，加熱して溶出し，精製して得た脂肪である．

性状　本品は白色均質の塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は低温で砕くことができるが，30℃以上で軟化する．

融点：42～50℃

酸価〈1.13〉　2.0以下.

けん化価〈1.13〉　193～200

ヨウ素価〈1.13〉　33～50(試料がシクロヘキサン20mLで溶けない場合は，共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす．それでも溶けない場合は，溶剤量を増やす．)

純度試験

（1）　水分及び着色度　本品5.0gを水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水を分離析出しない．また，この液を10mmの層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2）　アルカリ　本品2.0gに水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物　本品1.5gにエタノール(95)30mLを加え，還流冷却器を付け，10分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液20mLに硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸1.0mLにエタノール(95)を加えて20mLとし，硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加える．

貯法　容器　密閉容器.

乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン

Freeze-dried Inactivated Tissue Culture Rabies Vaccine

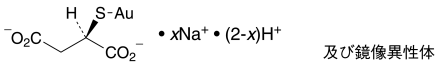
本品は不活化した狂犬病ウイルスを含む乾燥製剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色又は淡黄赤色の澄明な液となる．

金チオリンゴ酸ナトリウム

Sodium Aurothiomalate



$C_4H_3AuNa_2O_4S$：390.08と$C_4H_4AuNaO_4S$：368.09との混合物

Monogold monosodium monohydrogen (2*RS*)-2-sulfidobutane-1,4-dioate

Monogold disodium (2*RS*)-2-sulfidobutane-1,4-dioate

[*12244-57-4*，金チオリンゴ酸ナトリウム]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物に対し，金(Au：196.97)49.0～52.5%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末又は粒である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって緑色を帯びた淡黄色となる．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→10)2mLに硝酸カルシウム四水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，これに希硝酸を加えるとき，沈殿は溶ける．更に酢酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（２）　本品の水溶液(1→10)2mLに硝酸銀試液3mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じ，過量のアンモニア試液を加えるとき，沈殿は溶ける．

（３）　本品の水溶液(1→10)2mLを磁製るつぼにとり，アンモニア試液1mL及び過酸化水素(30)1mLを加え，蒸発乾固した後，強熱する．残留物に水20mLを加えてろ過するとき，ろ紙上の残留物は黄色又は暗黄色の粉末又は粒である．

（４）　(3)のろ液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（５）　(3)のろ液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.8～6.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（４）　エタノール　本品約0.2gを精密に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に水2mLを加えて溶かし，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)3mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，エタノールの量は3.0%以下である．

エタノールの量(mg)＝Q_T／Q_S × 6 × 0.793

0.793：20℃におけるエタノール(99.5)の密度(g/mL)

内標準溶液　2－プロパノール溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3mの管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g)を充てんする．

カラム温度：180℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.1g，電量滴定法)．ただし，水分気化装置を用いる(加熱温度：105℃，加熱時間：30分)．

定量法　本品約25mgを精密に量り，王水2mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用金標準液5mL，10mL及び15mLをそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)の濃度と吸光度の関係から得た検量線を用いて試料溶液の金含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：金中空陰極ランプ

波長：242.8nm

貯法

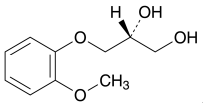
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

グアイフェネシン

Guaifenesin

グアヤコールグリセリンエーテル



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{14}O_4$：198.22

(2*RS*)-3-(2-Methoxyphenoxy)propane-1,2-diol

[*93-14-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グアイフェネシン($C_{10}H_{14}O_4$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はエタノール(95)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品のエタノール(95)溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグアイフェネシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したグアイフェネシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数

のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

融点〈2.60〉　80～83℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.20gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.7gに水25mLを加え，加温して溶かし，冷後，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.020%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品2.0gに水25mLを加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により，検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５）　遊離グアヤコール　本品1.0gをとり，水25mLを正確に加え，加温して溶かし，冷後，試料溶液とする．別にグアヤコール0.100gをとり，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液3mLを正確に量り，水22mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液にヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液1.0mL及び4－アミノアンチピリン溶液(1→200)5.0mLずつを加え，正確に5秒間振り混ぜる．直ちに炭酸水素ナトリウム溶液(1→1200)を加えて正確に100mLとする．これらの液につき，4－アミノアンチピリン溶液を加えたときから正確に15分後に，水25mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長500nmにおける試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（６）　類縁物質　本品1.0gをエタノール(95)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(40：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びグアイフェネシン標準品を乾燥し，その約60mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られたそれぞれの液の波長273nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

グアイフェネシン($C_{10}H_{14}O_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

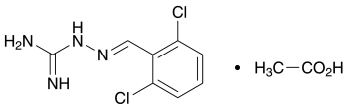
M_S：グアイフェネシン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

グアナベンズ酢酸塩

Guanabenz Acetate

酢酸グアナベンズ



$C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$：291.13

(*E*)-1-(2,6-Dichlorobenzylideneamino)guanidine monoacetate

[*23256-50-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グアナベンズ酢酸塩($C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約190℃(分解).

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→1000)5mLに，尿素16g及び1－ナフトール0.2gを薄めたエタノール(5→6)100mLに溶かした液0.5mLを加え，次に*N*－ブロモスクシンイミド試液1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

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

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

（４）　本品0.1gをとり，水5mL及びアンモニア試液1mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を希塩酸で中和した液は酢酸塩の定性反応(3)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.05gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液

(80：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．更に，この薄層板をヨウ素蒸気中に10分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，50℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.11mg $C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$

貯法

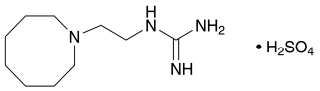
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

グアネチジン硫酸塩

Guanethidine Sulfate

硫酸グアネチジン



$C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$：296.39

1-[2-(Hexahydroazocin-1(2*H*)-yl)ethyl]guanidine monosulfate

[*645-43-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グアネチジン硫酸塩($C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：251～256℃(減圧毛細管，分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→4000)4mLに1－ナフトール試液2mL，ジアセチル試液1mL及び水15mLを加え，30分間放置するとき，液は赤色を呈する．

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

（3）　本品の水溶液(1→10)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.7～5.7である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸メチルイソチオ尿素　本品2.0gを水酸化ナトリウム試液80mLに溶かし，10分間放置する．次に塩酸60mL，臭化ナトリウム2g及び水を加えて溶かし，200mLとし，1／60 mol/L臭素酸カリウム液0.70mL及びヨウ化亜鉛デンプン試液2mLを加えるとき，液の色は青色である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かした後，無水酢酸／酢酸(100)混液(6：1)70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.64mg $C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$

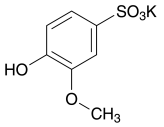
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

グアヤコールスルホン酸カリウム

Potassium Guaiacolsulfonate



$C_7H_7KO_5S$：242.29

Monopotassium 4-hydroxy-3-methoxybenzenesulfonate

[*1321-14-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グアヤコールスルホン酸カリウム($C_7H_7KO_5S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品0.25gを水に溶かし，500mLとする．この液10mLをとり，pH7.0のリン酸塩緩衝液を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→10)はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.8gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.030%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.20gを移動相200mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグアヤコールスルホン酸カリウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のグアヤコールスルホン酸カリウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：279nm)

カラム：内径約4mm，長さ20～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール混液(20：1)

流量：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：グアヤコールスルホン酸カリウム50mg及びグアヤコール50mgを移動相50mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，グアヤコール，グアヤコールスルホン酸カリウムの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液5μLから得たグアヤコールスルホン酸カリウムのピーク高さが10mm以上になるように調整する．

面積測定範囲：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間の約2倍の範囲

水分〈*2.48*〉　3.0～4.5%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，ギ酸2.0mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.23mg $C_7H_7KO_5S$

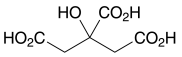
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

無水クエン酸

Anhydrous Citric Acid



$C_6H_8O_7$：192.12

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid

[*77-92-9*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，無水クエン酸($C_6H_8O_7$)99.5～100.5%を含む．

◆**性状**　本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすい．◆

◆**確認試験**　本品を105℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを水に溶かして10mLとするとき，液は澄明であり，その色は次の比較液(1)，比較液(2)又は比較液(3)より濃くない．

比較液(1)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

比較液(2)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.15mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液7.2mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.15mLをとり，水を加えて1000mLとする．

比較液(3)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液2.5mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

（2）　硫酸塩　本品2.0gを水に溶かして30mLとし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム0.181gを薄めたエタノール(3→10)に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100mLとする．この液4.5mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4)3mLを加えて振り混ぜ，1分間放置する．この液2.5mLに試料溶液15mL及び酢酸(31)0.5mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム0.181gを水に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（3）　シュウ酸　本品0.80gを水4mLに溶かした液に塩酸3mL及び亜鉛1gを加え，1分間煮沸する．2分間放置後，上澄液をとり，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液(1→

100)0.25mLを加え，沸騰するまで加熱した後，急冷する．この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(1→20)0.25mLを加えて振り混ぜた後，30分間放置するとき，液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない．

比較液：シュウ酸二水和物溶液(1→10000)4mLに塩酸3mL及び亜鉛1gを加え，以下同様に操作する．

◆（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．◆

（5）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.5gをとり，試験を行う．ただし，90℃で1時間加熱し，直ちに急冷する．液の色は色の比較液Kより濃くない．

水分〈2.48〉　1.0%以下(2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.55gを精密に量り，水50mLに溶かし，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

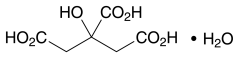
1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝64.04mg $C_6H_8O_7$

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

クエン酸水和物

Citric Acid Hydrate

クエン酸



$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$：210.14

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate

[*5949-29-1*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，無水クエン酸($C_6H_8O_7$：192.12)99.5～100.5%を含む．

◆**性状**　本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすい．

本品は乾燥空気中で風解する．◆

◆**確認試験**　本品を105℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを水に溶かして10mLとするとき，液は澄明であり，その色は次の比較液(1)，比較液(2)又は比較液(3)より濃くない．

比較液(1)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

比較液(2)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.15mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液7.2mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.15mLをとり，水を加えて1000mLとする．

比較液(3)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液2.5mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

（2）　硫酸塩　本品2.0gを水に溶かして30mLとし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム0.181gを薄めたエタノール(3→10)に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100mLとする．この液4.5mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4)3mLを加えて振り混ぜ，1分間放置する．この液2.5mLに試料溶液15mL及び酢酸(31)0.5mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム0.181gを水に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（3）　シュウ酸　本品0.80gを水4mLに溶かした液に塩酸3mL及び亜鉛1gを加え，1分間煮沸する．2分間放置後，上澄液をとり，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液(1→100)0.25mLを加え，沸騰するまで加熱した後，急冷する．この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(1→20)0.25mLを加えて振り混ぜた後，30分間放置するとき，液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない．

比較液：シュウ酸二水和物溶液(1→10000)4mLに塩酸3mL及び亜鉛1gを加え，以下同様に操作する．

◆（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．◆

（5）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.5gをとり，試験を行う．ただし，90℃で1時間加熱し，直ちに急冷する．液の色は色の比較液Kより濃くない．

水分〈2.48〉　7.5～9.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.55gを精密に量り，水50mLに溶かし，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝64.04mg $C_6H_8O_7$

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

クエン酸ガリウム(^{67}Ga)注射液

Gallium (^{67}Ga) Citrate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はガリウム－67をクエン酸ガリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のクエン酸ガリウム(^{67}Ga)注射液の条に適合する．

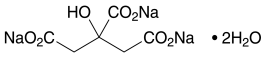
本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない.

性状 本品は無色～淡赤色澄明の液である.

クエン酸ナトリウム水和物

Sodium Citrate Hydrate

クエン酸ナトリウム



$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$: 294.10

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate dihydrate

[*6132-04-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$: 258.07)99.0～101.0%を含む.

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，清涼な塩味がある.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験 本品の水溶液(1→20)はクエン酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.5～8.5である.

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.015%以下).

（３） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.5gをとり，水に溶かし，40mLとする．これに希塩酸3.0mL及び水を加えて50mLとし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（４） 重金属〈*1.07*〉 本品2.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(10ppm以下).

（５） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（６） 酒石酸塩 本品1.0gに水2mL，酢酸カリウム試液1mL及び酢酸(31)1mLを加え，ガラス棒で内壁をこするとき，結晶性の沈殿を生じない.

（７） シュウ酸塩 本品1.0gに水1mL及び希塩酸3mLを加えて溶かし，エタノール(95)4mL及び塩化カルシウム試液0.2mLを加え，1時間放置するとき，液は澄明である.

（８） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品0.5gをとり，試験を行う．ただし，90℃で1時間加熱する．液の色は色の比較液Kより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0～13.0%(1g，180℃，2時間).

定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，非水滴定用酢酸30mLを加え，加温して溶かした後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝8.602mg $C_6H_5Na_3O_7$

貯法 容器 気密容器.

診断用クエン酸ナトリウム液

Diagnostic Sodium Citrate Solution

本品は定量するとき，クエン酸ナトリウム水和物($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$: 294.10)3.3～4.3w/v%を含む.

本品は水性の注射剤の規定を準用する.

製法

クエン酸ナトリウム水和物	38g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性状 本品は無色澄明の液である.

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉 7.0～8.5

定量法 本品5mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固する．残留物を180℃で2時間乾燥した後，これに酢酸(100)30mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝9.803mg $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

貯法 容器 密封容器.

輸血用クエン酸ナトリウム注射液

Sodium Citrate Injection for Transfusion

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，クエン酸ナトリウム水和物($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$: 294.10)9.5～10.5w/v%を含む.

製法

クエン酸ナトリウム水和物	100g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性状 本品は無色澄明の液である.

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉 7.0～8.5

エンドトキシン〈*4.01*〉 5.6EU/mL未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉 第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉 試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，

適合する．

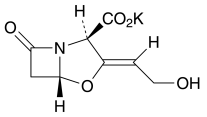
定量法　本品5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固する．残留物を180℃で2時間乾燥した後，これに酢酸(100)30mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝9.803mg $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

貯法　容器　密封容器．

クラブラン酸カリウム

Potassium Clavulanate



$C_8H_8KNO_5$：237.25

Monopotassium (2*R*,5*R*)-3-[(1*Z*)-2-hydroxyethylidene]-7-oxo-4-oxa-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*61177-45-5*]

本品は，*Streptomyces clavuligerus*の培養によって得られるβラクタマーゼ阻害活性を有する化合物のカリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり810～860μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クラブラン酸($C_8H_9NO_5$：199.16)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)1mLにイミダゾール試液5mLを加え，30℃の水浴中で12分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品はカリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋53～＋63°(脱水物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを移動相A 10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクラブラン酸以外の各々のピーク面積は標準溶液のクラブラン酸のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のクラブラン酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のクラブラン酸のピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH4.0に調整する．

移動相B：移動相A／メタノール混液(1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 4	100	0
4 ～ 15	100 → 0	0 → 100
15 ～ 25	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：クラブラン酸の保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たクラブラン酸のピーク面積が，標準溶液のクラブラン酸のピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品及びアモキシシリン10mgずつを移動相A 100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，アモキシシリンの順に溶出し，その分離度は8以上であり，クラブラン酸のピークの理論段数は2500段以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，クラブラン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.5%以下(5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びクラブラン酸リチウム標準品約12.5mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水30mLに溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クラブラン酸($C_8H_9NO_5$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　スルファニルアミド0.3gをメタノール30mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物1.36gを水900mLに溶かし，薄めた酢酸(31)(2→5)を加えてpH4.5に調整した後，メタノール30mL及び水を加えて1000mLとする．

流量：クラブラン酸の保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

グラミシジン

Gramicidin

[*1405-97-6*]

本品は，*Bacillus brevis* Dubos の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，グラミシジンとしての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品10mgに6mol/L塩酸試液2mLを加え，時々振り混ぜながら水浴中で30分間加熱する．冷後，6mol/L水酸化ナトリウム試液で中和した後，ニンヒドリン試液1mL及びピリジン0.5mLを加えて2分間加熱するとき，液は青紫色～赤紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール(95)溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグラミシジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(0.1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の比濁法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Enterococcus hirae* ATCC 10541を用いる．

（ii）　試験菌移植用カンテン培地　ブドウ糖10.0g，カゼイン製ペプトン5.0g，酵母エキス20.0g，リン酸二水素カリウム2.0g，ポリソルベート80 0.1g及び，カンテン15.0gをとり，水1000mLを加え，滅菌後のpHが6.7～6.8となるように調整した後，滅菌する．

（iii）　試験菌懸濁用液状培地　培地(2)を用いる．

（iv）　試験菌液の調製　試験菌を試験菌移植用カンテン培地約10mLを内径約16mmの試験管に分注した高層培地に穿刺し，36.5～37.5℃で20～24時間，少なくとも3回継代培養した後，1～5℃に保存する．この継代培養した菌を試験菌懸濁用液状培地10mLに移植し，36.5～37.5℃で20～24時間培養し，試験菌原液とする．用時，この試験菌原液を試験菌懸濁用液状培地に加え，波長580nmにおける透過率が50～60%になるように調整し，この液1容に試験菌懸濁用液状培地200容を加え，試験菌液とする．

（v）　標準溶液　グラミシジン標準品適量を60℃で3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，エタノール(99.5)に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，プロピレングリコール390mLにエタノール(99.5)／アセトン混液(9：1)210mL及び滅菌精製水適量を加えて1000mLとした液を加えて1mL中に0.02μg(力価)を含む液を調製し，標準溶液とする．

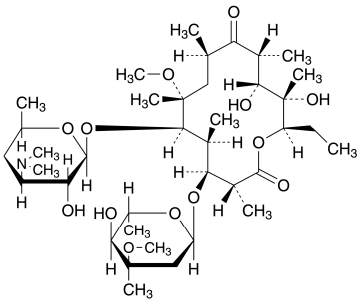
（vi）　試料溶液　本品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，プロピレングリコール390mLにエタノール(99.5)／アセトン混液(9：1)210mL及び滅菌精製水適量を加えて1000mLとした液を加えて1mL中に0.02μg(力価)を含む液を調製し，試料溶液とする．

（vii）　操作法　標準溶液0.155mL，0.125mL，0.100mL，0.080mL及び0.065mL，試料溶液0.100mL，及びプロピレングリコール390mLにエタノール(99.5)／アセトン混液(9：1)210mL及び滅菌精製水適量を加えて1000mLとした液0.100mLずつをとり，それぞれ内径約14mm，長さ約15cmの試験管3本ずつに入れる．各試験管に試験菌液10mLを加え，ふたをし，36.5～37.5℃の水浴中で180～270分間培養する．培養後，ホルムアルデヒド液溶液(1→3)0.5mLを各試験管に加え，波長580nmにおける透過率を測定する．

貯法　容器　気密容器.

クラリスロマイシン

Clarithromycin



$C_{38}H_{69}NO_{13}$：747.95

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-11,12-dihydroxy-6-methoxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

[*81103-11-9*]

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1050μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，味は苦い．

本品はアセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgに硫酸2mLを加えて静かに振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品3mgをアセトン2mLに溶かし，塩酸2mLを加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（3）　本品及びクラリスロマイシン標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとクラリスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品及びクラリスロマイシン標準品10mgずつをクロロホルム4mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(100：5：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧した後，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黒紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－87～－97°(脱水物に換算したもの0.25g，クロロホルム，25mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　220～227℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品約0.1gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別にクラリスロマイシン標準品約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量は2.0%以下であり，類縁物質の合計は5.0%以下である．なお，0.05%未満のピークは削除する．

脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 100$

脱水物に換算した本品中の類縁物質の合計(%)

$= M_S / M_T \times \Sigma A_T / A_S \times 100$

M_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量(mg)

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

A_S：標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積

A_T：試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

ΣA_T：試料溶液のクラリスロマイシン以外のピーク面積の合計

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：試料溶液注入後2分から主ピークの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液10μLから得たクラリスロマイシンのピーク面積が標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

定量法　本品及びクラリスロマイシン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液2mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマ

イシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(1→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→3)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：クラリスロマイシンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クラリスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

クラリスロマイシン錠

Clarithromycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するクラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$：747.95)を含む．

製法　本品は「クラリスロマイシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クラリスロマイシン」60mg(力価)に対応する量をとり，アセトン40mLを加え10分間振り混ぜた後，毎分4000回転で5分間遠心分離する．上澄液30mLをとり，溶媒を留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2980cm^{-1}，2940cm^{-1}，1734cm^{-1}，1693cm^{-1}，1459cm^{-1}，1379cm^{-1}及び1171cm^{-1}付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内標準溶液(1)V／20mLを正確に加え，更に1mL中にクラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)約5mg(力価)を含む液となるように移動相を加えてV mLとし，時々強く振り混ぜながら20分間超音波処理を行う．この液を毎分4000回転で15分間遠心分離した後，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．以下定量法を準用する．

本品1錠中のクラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

M_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液(1)　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(1→1000)

内標準溶液(2)　内標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．

溶出性〈6.10〉　試験液にpH6.0の0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠及び200mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「クラリスロマイシン」約28μg(力価)を含む液となるように移動相を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にクラリスロマイシン標準品約28mg(力価)を精密に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクラリスロマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

クラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のクラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，クラリスロマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品5個以上をとり，1mL中にクラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)約8mg(力価)を含む液となるように，薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→3)を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，クラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)100mg(力価)当たり内標準溶液(1)1mLを正確に加え，更に1mL中にクラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)約5mg(力価)を含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて，時々強く振り混ぜながら10分間超音波処理した後，毎分4000回転で15分間遠心分離し，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．

初めのろ液3mLを除き，次のろ液2mLを量り，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に，クラリスロマイシン標準品約50mg(力価)を精密に量り，移動相に溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液(2)2mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クラリスロマイシン($C_{38}H_{69}NO_{13}$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

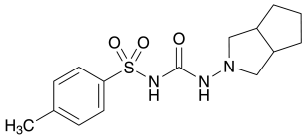
M_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液(1)　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(1→1000)
内標準溶液(2)　内標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→3)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(13：7)
流量：クラリスロマイシンの保持時間が約8分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を行うとき，クラリスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

グリクラジド

Gliclazide



$C_{15}H_{21}N_3O_3S$：323.41
1-(Hexahydrocyclopenta[*c*]pyrrol-2(1*H*)-yl)-3-[(4-methylphenyl)sulfonyl]urea
[*21187-98-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グリクラジド($C_{15}H_{21}N_3O_3S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品はアセトニトリル又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　165～169℃

純度試験
（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（2）　類縁物質　本操作は試料溶液調製後，2時間以内に行う．本品50mgをアセトニトリル23mLに溶かし，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に100mLとし，更にこの液10mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグリクラジド以外のピークの面積は，標準溶液のグリクラジドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のグリクラジド以外のピークの合計面積は，標準溶液のグリクラジドのピーク面積の3倍より大きくない．ただし，グリクラジドに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数5.65を乗じた値とする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)
カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン／トリフルオロ酢酸混液(550：450：1：1)
流量：グリクラジドの保持時間が約14分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリクラジドの保持時間の約2倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たグリクラジドのピーク面積が，標準溶液のグリクラジドのピーク面積の10～30%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリクラジドのピークの理論段数及び

シンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリクラジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

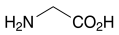
0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.34mg $C_{15}H_{21}N_3O_3S$

貯法　容器　密閉容器.

グリシン

Glycine

アミノ酢酸



$C_2H_5NO_2$：75.07

Aminoacetic acid

[*56-40-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グリシン($C_2H_5NO_2$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い.

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かし，蒸発乾燥したものにつき，同様の試験を行う.

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.6～6.6である.

純度試験

（1） 溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

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

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

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

（5） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（6） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う(2ppm以下).

（7） 類縁物質　本品0.10gを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

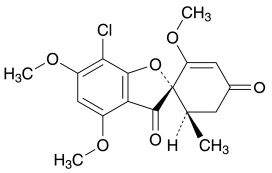
定量法　本品を乾燥し，その約80mgを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝7.507mg $C_2H_5NO_2$

貯法　容器　密閉容器.

グリセオフルビン

Griseofulvin



$C_{17}H_{17}ClO_6$：352.77

(2*S*,6′*R*)-7-Chloro-2′,4,6-trimethoxy-6′-methylspiro[benzo[*b*]furan-2(3*H*),1′-(cyclohex-2′-ene)]-3,4′-dione

[*126-07-8*]

本品は，*Penicillium griseofulvum* 又は *Penicillium janczewskii*の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり960～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，グリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリセオフル

ビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋350～＋364°(乾燥物に換算したもの0.25g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，25mL，100mm).

融点〈2.60〉　218～222℃

純度試験

（１）　酸　本品0.25gを中和エタノール20mLに溶かし，フェノールフタレイン試液2滴及び0.02mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(25ppm以下).

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.10gに内標準溶液1mLを正確に加え，更にアセトンを加えて溶かし，10mLとし，試料溶液とする．別にグリセオフルビン標準品5.0mgに内標準溶液1mLを正確に加え，更にアセトンを加えて溶かし，10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するデクロログリセオフルビン(グリセオフルビンに対する相対保持時間約0.6)のピーク面積の比Q_1，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するデヒドログリセオフルビン(グリセオフルビンに対する相対保持時間約1.2)のピーク面積の比Q_2及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比Q_Sを求めるとき，Q_1／Q_Sは0.6以下であり，Q_2／Q_Sは0.15以下である．

内標準溶液　9,10－ジフェニルアントラセンのアセトン溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径4mm，長さ1mのガラス管にガスクロマトグラフィー用25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマーを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：250℃付近の一定温度

注入口温度：270℃付近の一定温度

検出器温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：グリセオフルビンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，内標準溶液のアセトン溶液(1→10)を加えて正確に10mLとする．この液2μLから得た内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比が標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，グリセオフルビンの順に流出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は5.0%以下である．

（５）　石油エーテル可溶物　本品1.0gに石油エーテル20mLを加えて振り混ぜ，還流冷却器を付けて10分間煮沸する．冷後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル15mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で石油エーテルを蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.2%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品及びグリセオフルビン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，内標準溶液20mLずつを正確に加えた後，水を加えて250mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

グリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)

流量：グリセオフルビンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリセオフルビン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

グリセオフルビン錠

Griseofulvin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～105.0%に対応するグリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$：352.77)を含む．

製法 本品は「グリセオフルビン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い，「グリセオフルビン」15mg(力価)に対応する量をとり，エタノール(95)100mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLにエタノール(95)を加えて10mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長234～238nm，290～294nm及び323～328nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水V／5mLを加えて超音波で崩壊させ，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて5V／8mLとし，20分間激しく振り混ぜた後，1mL中に「グリセオフルビン」1.25mg(力価)を含む液となるように*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液8mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

グリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 32$

M_S：グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→2000)

溶出性〈6.10〉 試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→100)900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の120分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「グリセオフルビン」約6.9μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にグリセオフルビン標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液5mLを加え，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長295nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

グリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$

M_S：グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1錠中のグリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$)の表示量[mg(力価)]

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「グリセオフルビン」約0.5g(力価)に対応する量を精密に量り，水50mLを加え，超音波処理した後，*N,N*－ジメチルホルムアミド100mLを加え約20分間激しく振り混ぜた後，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に250mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にグリセオフルビン標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

グリセオフルビン($C_{17}H_{17}ClO_6$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25 / 2$

M_S：グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→2000)

試験条件

「グリセオフルビン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリセオフルビン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

グリセリン

Glycerin

グリセロール

$C_3H_8O_3$：92.09

本品は定量するとき，グリセリン($C_3H_8O_3$)84.0～87.0%を含む．

性状 本品は無色澄明の粘性の液で，味は甘い．

本品は水又はエタノール(99.5)と混和する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.449～1.454

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.221～1.230

純度試験

（1）　色　本品50mLをネスラー管にとり，上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.40mLをネスラー管にとり，水を加えて50mLとする．

（2）　液性　本品2mLに水8mLを混和するとき，液は中性である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品10.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.001%以下).

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品10.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.002%以下).

（5）　アンモニウム　本品5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（6）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下).

（7）　カルシウム　(2)の液5mLにシュウ酸アンモニウム試液3滴を加えるとき，液は変化しない．

（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（9）　アクロレイン，ブドウ糖又はその他の還元性物質　本品1.0gにアンモニア試液1mLを混和し，60℃の水浴中で5分間加温するとき，液は黄色を呈しない．また，水浴中から取り出し，直ちに硝酸銀試液3滴を加えて5分間暗所に放置するとき，液は変色又は混濁しない．

(10)　脂肪酸又は脂肪酸エステル　本品50gに新たに煮沸して冷却した水50mL及び正確に0.1mol/L水酸化ナトリウム液10mLを加えて15分間煮沸し，冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉するとき，0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は3.0mL以下である(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

(11)　ジエチレングリコール及び類縁物質　本品約5.88gを精密に量り，メタノールに混和し，正確に100mLとし，試料溶液とする．別にジエチレングリコール約0.1gを精密に量り，メタノールに混和し，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，それぞれの液のジエチレングリコールのピーク面積A_T及びA_Sを求める．次式によりジエチレングリコールの量を求めるとき，0.1%以下である．また，試料溶液の各々のピーク面積を面積百分率法により求めるとき，グリセリン及びジエチレングリコール以外の個々のピークの量は0.1%以下であり，グリセリン以外のピークの合計量は1.0%以下である．

ジエチレングリコールの量(%)

$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5 / 0.85$$

M_S：ジエチレングリコールの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用14%シアノプロピルフェニル－86%ジメチルシリコーンポリマーを厚さ1μmで被覆する．

カラム温度：100℃付近の一定温度で注入し，毎分7.5℃で220℃まで昇温し，220℃付近の一定温度で保持する．

注入口温度：220℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：約38cm/秒

スプリット比：1：20

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリセリンの保持時間の約3倍の範囲

システムの適合性

システムの性能：ジエチレングリコール及びグリセリン0.05gずつをメタノール100mLに混和する．この液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジエチレングリコール，グリセリンの順に溶出し，その分離度は7.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジエチレングリコールのピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

(12)　硫酸呈色物　本品5mLに硫酸呈色物用硫酸5mLを注意して加え，18～20℃で徐々に混和し，常温で1時間放置するとき，液の色は色の比較液Hより濃くない．

水分〈*2.48*〉　13～17%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　本品約10gをるつぼに入れて精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸1～2滴で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残分は0.01%以下である．

定量法　本品約0.2gを共栓三角フラスコに精密に量り，水50mLを加えて混和し，過ヨウ素酸ナトリウム試液50mLを正確に加えて振り混ぜた後，室温で暗所に約30分間放置する．この液に水／エチレングリコール混液(1：1)10mLを加え，更に約20分間放置した後，水100mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

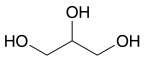
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝9.209mg $C_3H_8O_3$

貯法　容器　気密容器.

濃グリセリン

Concentrated Glycerin

濃グリセロール



$C_3H_8O_3$：92.09

Propane-1,2,3-triol

[*56-81-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グリセリン($C_3H_8O_3$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色澄明の粘性の液で，味は甘い．

本品は水又はエタノール(99.5)と混和する．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.470以上．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.258以上．

純度試験

（1）　色　本品50mLをネスラー管にとり，上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.40mLをネスラー管にとり，水を加えて50mLとする．

（2）　液性　本品2mLに水8mLを混和するとき，液は中性である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品10.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.001%以下)．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品10.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.002%以下)．

（5）　アンモニウム　本品5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（6）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（7）　カルシウム　(2)の液5mLにシュウ酸アンモニウム試液3滴を加えるとき，液は変化しない．

（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（9）　アクロレイン，ブドウ糖又はその他の還元性物質　本品1.0gにアンモニア試液1mLを混和し，60℃の水浴中で5分間加温するとき，液は黄色を呈しない．また，水浴中から取り出し，直ちに硝酸銀試液3滴を加えて5分間暗所に放置するとき，液は変色又は混濁しない．

(10)　脂肪酸又は脂肪酸エステル　本品50gに新たに煮沸して冷却した水50mL及び正確に0.1mol/L水酸化ナトリウム液10mLを加えて15分間煮沸し，冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉するとき，0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は3.0mL以下である(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

(11)　ジエチレングリコール及び類縁物質　本品約5gを精密に量り，メタノールに混和し，正確に100mLとし，試料溶液とする．別にジエチレングリコール約0.1gを精密に量り，メタノールに混和し，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，それぞれの液のジエチレングリコールのピーク面積A_T及びA_Sを求める．次式によりジエチレングリコールの量を求めるとき，0.1%以下である．また，試料溶液の各々のピーク面積を面積百分率法により求めるとき，グリセリン及びジエチレングリコール以外の個々のピークの量は0.1%以下であり，グリセリン以外のピークの合計量は1.0%以下である．

ジエチレングリコールの量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 5

M_S：ジエチレングリコールの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用14%シアノプロピルフェニル－86%ジメチルシリコーンポリマーを厚さ1μmで被覆する．

カラム温度：100℃付近の一定温度で注入し，毎分7.5℃で220℃まで昇温し，220℃付近の一定温度で保持する．

注入口温度：220℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：約38cm/秒

スプリット比：1：20

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリセリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ジエチレングリコール及びグリセリン0.05gずつをメタノール100mLに混和する．この液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジエチレングリコール，グリセリンの順に溶出し，その分離度は7.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジエチレングリコールのピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

(12)　硫酸呈色物　本品5mLに硫酸呈色物用硫酸5mLを注意して加え，18～20℃で徐々に混和し，常温で1時間放置するとき，液の色は色の比較液Hより濃くない．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(6g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　本品約10gをるつぼに入れて精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸1～2滴で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残分は0.01%以下である．

定量法　本品約0.2gを共栓三角フラスコに精密に量り，水

50mLを加えて混和し，過ヨウ素酸ナトリウム試液50mLを正確に加えて振り混ぜた後，室温で暗所に約30分間放置する．この液に水／エチレングリコール混液(1：1)10mLを加え，更に約20分間放置した後，水100mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝9.209mg $C_3H_8O_3$

貯法　容器　気密容器．

グリセリンカリ液

Glycerin and Potash Solution

製法

水酸化カリウム	3g
グリセリン	200mL
エタノール	250mL
芳香剤	適量
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

「水酸化カリウム」に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」の一部を加えて溶かした後，「グリセリン」，「エタノール」，芳香剤及び残りの「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加え，ろ過して製する．ただし，「グリセリン」の代わりに対応量の「濃グリセリン」を用いて製することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，芳香がある．

本品の水溶液(1→5)のpHは約12である．

比重　d_{20}^{20}：約1.02

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2)はアルカリ性である(水酸化カリウム)．

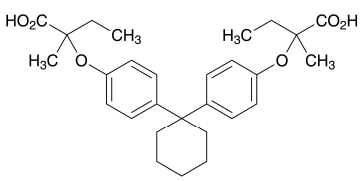
（2）　本品の水溶液(1→10)10mLを共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液2mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する(グリセリン)．

（3）　本品はカリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

貯法　容器　気密容器．

クリノフィブラート

Clinofibrate



$C_{28}H_{36}O_6$：468.58

2,2′-(4,4′-Cyclohexylidenediphenoxy)-2,2′-dimethyldibutanoic acid

[*30299-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クリノフィブラート($C_{28}H_{36}O_6$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，におい及び味はない．

本品はメタノール，エタノール(99.5)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約146℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／シクロヘキサン／酢酸(100)混液(12：5：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

異性体比　本品50mgをとり，塩化チオニル0.4mLを加え，密栓して，60℃の水浴上で時々振り混ぜながら5分間加温した後，減圧，60℃以下で過剰の塩化チオニルを留去する．残留物を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン2mLに溶かし，D－(＋)－α－メチルベンジルアミン0.15gを乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン5mLに溶かした液2mLを加え，軽く振り混ぜ，10分間放置した後，減圧，60℃以下でトルエンを留去する．残留物をクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間40分付近に近接して現れる3個のピークにつき，溶出順にその面積A_a，A_b及びA_cを測定するとき，$A_b/(A_a+A_b+A_c)\times100$は40～70である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ約30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充て

んする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／2－プロパノール混液(500：3)

流量：クリノフィブラートの3つのピークのうち，最初に溶出するピークの保持時間が約35分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，3つのピークが完全に分離するものを用いる．

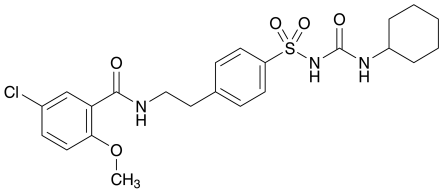
定量法　本品を乾燥し，その約0.45gを精密に量り，エタノール(95)40mLに溶かし，これに水30mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝23.43mg $C_{28}H_{36}O_6$

貯法　容器　気密容器．

グリベンクラミド

Glibenclamide



$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$：494.00

4-[2-(5-Chloro-2-methoxybenzoylamino)ethyl]-*N*-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

[*10238-21-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グリベンクラミド($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　169～174℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／クロロホルム／薄めたアンモニア試液(4→5)混液(11：7：2)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.9gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに水18mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝49.40mg $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$

貯法　容器　気密容器．

吸水クリーム

Absorptive Ointment

吸水軟膏

製法

白色ワセリン	400g
セタノール	100g
サラシミツロウ	50g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	50g
ラウロマクロゴール	5g
パラオキシ安息香酸エチル 又はパラオキシ安息香酸メチル	1g
パラオキシ安息香酸ブチル 又はパラオキシ安息香酸プロピル	1g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

本品は「白色ワセリン」，「セタノール」，「サラシミツロウ」，「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」及び「ラウロマクロゴール」をとり，水浴上で加熱して溶かし，かき混ぜて約75℃に保ち，これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸エチル」又は「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラオキシ安息香酸ブチル」又は「パラオキシ安息香酸プロピル」を「精製水」又は「精製水(容器入り)」に加え，80℃に加温して溶かした液を加え，かき混ぜて乳液とした後，冷却し，固まるまでよくかき混ぜて製する．

性状　本品は白色で光沢があり，わずかに特異なにおいがある．

貯法　容器　気密容器．

親水クリーム

Hydrophilic Ointment

親水軟膏

製法

白色ワセリン	250g
ステアリルアルコール	200g
プロピレングリコール	120g
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油60	40g
モノステアリン酸グリセリン	10g
パラオキシ安息香酸メチル	1g
パラオキシ安息香酸プロピル	1g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

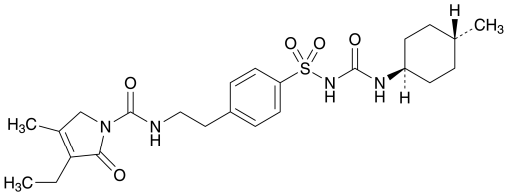
本品は「白色ワセリン」，「ステアリルアルコール」，ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油60及び「モノステアリン酸グリセリン」をとり，水浴上で加熱して溶かし，かき混ぜ，約75℃に保ち，これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラオキシ安息香酸プロピル」を「プロピレングリコール」に加え，必要ならば加温して溶かし，「精製水」又は「精製水(容器入り)」に加えて約75℃に加温した液を加え，かき混ぜて乳液とした後，冷却し，固まるまでよくかき混ぜて製する．

性状　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

貯法　容器　気密容器．

グリメピリド

Glimepiride



$C_{24}H_{34}N_4O_5S$：490.62

1-(4-{2-[(3-Ethyl-4-methyl-2-oxo-3-pyrroline-1-carbonyl)amino]ethyl}phenylsulfonyl)-3-(*trans*-4-methylcyclohexyl)urea

[*93479-97-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はジクロロメタンに溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約202℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリメピリド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　グリメピリドシス体　本品10mgをジクロロメタン5mLに溶かし，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグリメピリドに対する相対保持時間約0.9のグリメピリドシス体のピーク面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の3／4より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：228nm)

カラム：内径3mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用ジオールシリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用ヘプタン／液体クロマトグラフィー用2－プロパノール／酢酸(100)混液(900：100：1)

流量：グリメピリドの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たグリメピリドのピーク面積が，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の35～65%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリメピリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリメピリドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　類縁物質　試料溶液及び標準溶液は調製後，4℃以下で保存する．本品20mgを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグリメピリドに対する相対保持時間約0.25のピーク面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の4倍より大きくなく，相対保持

時間約1.1のピーク面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の2倍より大きくなく，相対保持時間約0.32のピーク面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の1.5倍より大きくなく，試料溶液のグリメピリド及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のグリメピリド及びグリメピリドに対する相対保持時間約0.25以外のピークの合計面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリメピリドの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たグリメピリドのピーク面積が，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の35～65%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を行うとき，グリメピリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ9000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリメピリドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　0.5%以下(0.25g，電量滴定法)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びグリメピリド標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリメピリドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：228nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.5gを水500mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル500mLを加える．

流量：グリメピリドの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を行うとき，グリメピリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ9000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリメピリドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

グリメピリド錠

Glimepiride Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するグリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$：490.62)を含む．

製法　本品は「グリメピリド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「グリメピリド」20mgに対応する量をとり，アセトニトリル40mLを加え15分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を水浴上で減圧留去し，残留物に水1mLを加えて懸濁させた後，減圧でろ過する．残留物を水1mLで洗った後，105℃で1時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3370cm^{-1}，3290cm^{-1}，2930cm^{-1}，1708cm^{-1}，1674cm^{-1}，1347cm^{-1}，1156cm^{-1}及び618cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　試料溶液及び標準溶液は調製後，4℃以下で保存する．本品を粉末とし，表示量に従い「グリメピリド」9mgに対応する量をとり，水0.5mLを加えて潤した後，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)を加えて50mLとし，振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグリメピリドに対する相対保持時間約0.3のピーク面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の2.6倍より大きくなく，試料溶液のグリメピリド及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のグリメピリド及び上記以外のピークの合計面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のグリメピリド以外のピークの合計面積は，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び移動相は，定量法の試験条件を準用する．

流量：グリメピリドの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：グリメピリドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たグリメ

ピリドのピーク面積が，標準溶液のグリメピリドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリメピリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリメピリドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品１個をとり，水V／20 mLを加え，崩壊させた後，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)V／2 mLを加え，振り混ぜる．この液に内標準溶液V／10 mLを正確に加え，1mL中にグリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)約50μgを含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)を加えてV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にグリメピリド標準品(別途「グリメピリド」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)を加えて20mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 400$

M_S：脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液にpH7.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，1mg錠の15分間の溶出率は75%以上であり，3mg錠の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にグリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)約1.1μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にグリメピリド標準品(別途「グリメピリド」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル8mLを加えた後，試験液を加えて正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリメピリドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のグリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリメピリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリメピリドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)約3mgに対応する量を精密に量り，水3mLを加えた後，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)30mLを加えて振り混ぜる．内標準溶液6mLを正確に加えた後，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にグリメピリド標準品(別途「グリメピリド」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液15mLを正確に量り，内標準溶液6mLを正確に加えた後，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するグリメピリドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 20$

M_S：脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(4：1)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：228nm)

カラム：内径4mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.5gを水500mLに溶かした液に，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル500mLを加え，薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.5に調整する．

流量：グリメピリドの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，グリメピリドの順に溶出し，その分離度は6以上である．

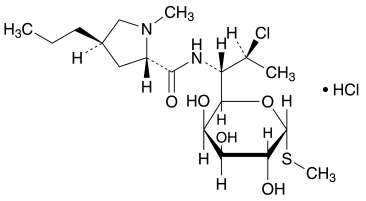
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリメピリドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

クリンダマイシン塩酸塩

Clindamycin Hydrochloride

塩酸クリンダマイシン



$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$・HCl：461.44

Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-*threo*-α-D-*galacto*-octopyranoside monohydrochloride

[*21462-39-5*]

本品は，リンコマイシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり838～940μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～灰白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクリンダマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋135～＋150°(脱水物に換算したもの0.5g，水，25mL，100mm)．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　6.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びクリンダマイシン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に8mol/L水酸化カリウム試液を加え，pH7.5に調整する．この液550mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLを加える．

流量：クリンダマイシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

クリンダマイシン塩酸塩カプセル

Clindamycin Hydrochloride Capsules

塩酸クリンダマイシンカプセル

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するクリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98)を含む．

製法　本品は「クリンダマイシン塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「クリンダマイシン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール2mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品10mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／トルエン／アンモニア水(28)混液(140：60：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにL－酒石酸溶液(1→5)500mLに次硝酸ビスマス試液50mLを加えた液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相を加え，30分間振り混ぜた後，1mL中に「クリンダマイシン塩酸塩」約0.75mg(力価)を含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の75mgカプセルの15分間及び150mgカプセルの30分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「クリンダマイシン塩酸塩」約83μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約17mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450$

M_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1カプセル中のクリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)の表示量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に8mol/L水酸化カリウム試液を加え，pH7.5に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える．
流量：クリンダマイシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の「クリンダマイシン塩酸塩」約75mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相を加え，30分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約75mg(力価)を精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

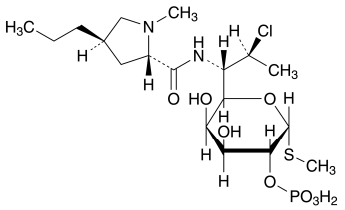
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に8mol/L水酸化カリウム試液を加えてpH7.5に調整する．この液550mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLを加える．
流量：クリンダマイシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

クリンダマイシンリン酸エステル

Clindamycin Phosphate
リン酸クリンダマイシン



$C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$：504.96
Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-*threo*-α-D-*galacto*-octopyranoside 2-dihydrogenphosphate
[*24729-96-2*]

本品は，クリンダマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり800～846μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験　本品を100℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は100℃で2時間乾燥したクリンダマイシンリン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋115～＋130°(脱水物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(5ppm以下)．

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（４）　類縁物質　本品0.1gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステルに対する相対保持時間約1.8のクリンダマイシンのピーク面積は，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクリンダマイシンリン酸エステルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の約7～13%になることを確認する．

水分〈2.48〉　6.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びクリンダマイシンリン酸エステル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液25mLを正確に加えて溶かした後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クリンダマイシン($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：クリンダマイシンリン酸エステル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(3→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム10.54gを水775mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液にアセトニトリル225mLを加える．

流量：クリンダマイシンリン酸エステルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は2.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

クリンダマイシンリン酸エステル注射液

Clindamycin Phosphate Injection

リン酸クリンダマイシン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するクリンダマイシンリン酸エステル($C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$：504.96)を含む．

製法　本品は「クリンダマイシンリン酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「クリンダマイシンリン酸エステル」0.15g(力価)に対応する容量をとり，水4mL，8mol/L水酸化ナトリウム試液2mL及びペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液0.1mLを加えて振り混ぜた後，水浴中で10分間加熱し，塩酸2mLを加えるとき，液は青緑色を呈する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈2.54〉　6.0～7.0

エンドトキシン〈4.01〉　0.1EU/mg(力価)未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　「クリンダマイシンリン酸エステル」約0.3g(力価)に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液7mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にクリンダマイシンリン酸エステル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液25mLを正確に加えて溶かし，次に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「クリンダマイシンリン酸エステル」の定量法を準用する.

クリンダマイシンリン酸エステル($C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 100 / 7$

M_S：クリンダマイシンリン酸エステル標準品の秤取量[mg(力価)]

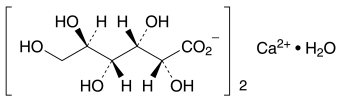
内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(3→50000)

貯法　容器　密封容器.

グルコン酸カルシウム水和物

Calcium Gluconate Hydrate

グルコン酸カルシウム



$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$：448.39

Monocalcium di-D-gluconate monohydrate

[*299-28-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グルコン酸カルシウム水和物($C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$)99.0～104.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末又は粒である.

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

確認試験

（１）　本品及び薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム10mgずつに水1mLを加え，加温して溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(95)／水／アンモニア水(28)／酢酸エチル混液(5：3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，110℃で20分間加熱する．冷後，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム(Ⅳ)試液を均等に噴霧し，風乾後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの色調及びR_f値は等しい.

（２）　本品の水溶液(1→40)はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(2)及び(3)を呈する.

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋6～＋11°(乾燥後，0.5g，水，加温，冷後，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに加温して溶かした液のpHは6.0～8.0である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水50mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.40gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.80mLを加える(0.071%以下).

（３）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下).

（４）　重金属〈1.07〉　本品1.0gに水30mL及び希酢酸2mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（５）　ヒ素〈1.11〉　本品0.6gに水5mLを加え，加温して溶かし，希硫酸5mL及び臭素試液1mLを加え，水浴上で加熱濃縮して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(3.3ppm以下).

（６）　ショ糖及び還元糖　本品0.5gに水10mL及び希塩酸2mLを加えて2分間煮沸し，冷後，炭酸ナトリウム試液5mLを加え，5分間放置し，水を加えて20mLとし，ろ過する．ろ液5mLにフェーリング試液2mLを加えて1分間煮沸するとき，直ちにだいだい黄色～赤色の沈殿を生じない.

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，80℃，2時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水100mLに溶かし，8mol/L水酸化カリウム試液2mL及びNN指示薬0.1gを加え，直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

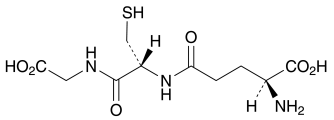
$= 22.42\text{mg } C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$

貯法　容器　密閉容器.

グルタチオン

Glutathione

グルタチオン(還元型)



$C_{10}H_{17}N_3O_6S$：307.32

(2*S*)-2-Amino-4-[1-(carboxymethyl)carbamoyl-(2*R*)-2-sulfanylethylcarbamoyl]butanoic acid

[*70-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

融点：約185℃(分解).

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15.5～－17.5°(乾燥後，2g，水，50mL，100mm).

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.05gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグルタチオンの保持時間の約4倍の保持時間のピークの面積は，標準溶液のグルタチオンのピーク面積の3／4より大きくない．また，試料溶液のグルタチオン以外のピークの合計面積は，標準溶液のグルタチオンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.02gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整する．この液970mLにメタノール30mLを加える.

流量：グルタチオンの保持時間が約5分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグルタチオンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たグルタチオンのピーク面積が，標準溶液のグルタチオンのピーク面積の8～12%になることを確認する.

システムの性能：本品0.05g，D－フェニルグリシン0.01g及びアスコルビン酸0.05gを水100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスコルビン酸，グルタチオン，D－フェニルグリシンの順に溶出し，アスコルビン酸とグルタチオンの分離度及びグルタチオンとD－フェニルグリシンの分離度はそれぞれ5以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルタチオンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

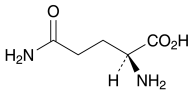
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，メタリン酸溶液(1→50)50mLに溶かし，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝30.73mg $C_{10}H_{17}N_3O_6S$

貯法　容器　気密容器.

L－グルタミン

L-Glutamine



$C_5H_{10}N_2O_3$：146.14

(2*S*)-2,5-Diamino-5-oxopentanoic acid

[*56-85-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－グルタミン($C_5H_{10}N_2O_3$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異な味がある.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋6.3～＋7.3°　本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，水45mLを加え，40℃に加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に50mLとする．この液につき60分以

内に層長100mmで測定する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

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

（４）　アンモニウム〈1.02〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液10.0mLを用いる(0.1%以下).ただし，本試験は減圧蒸留法により行い，水浴の温度は45℃とする．

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

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

（７）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

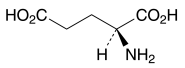
定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.61mg $C_5H_{10}N_2O_3$

貯法　容器　気密容器.

L－グルタミン酸

L-Glutamic Acid



$C_5H_9NO_4$：147.13

(2*S*)-2-Aminopentanedioic acid

[*56-86-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L－グルタミン酸($C_5H_9NO_4$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異な味と酸味がある．

本品は水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は2mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を少量の水に溶かし，60℃，減圧で水を蒸発し，残留物を乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋31.5～＋32.5°(乾燥物に換算したもの2.5g，2mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品0.7gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは2.9～3.9である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを2mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gをとり，希硝酸6mL及び水20mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（３）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.6gをとり，希塩酸5mL及び水30mLに溶かし，水を加えて45mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸5mL及び水を加えて45mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液5mLずつを加える(0.028%以下).

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

（５）　重金属〈1.07〉　本品1.0gに水20mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→25)7mLを加え，加温して溶かす．冷後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

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

（７）　類縁物質　本品約0.5gを精密に量り，塩酸0.5mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にL－アスパラギン酸，L－トレオニン，L－セリン，L－グルタミン酸，グリシン，L－アラニン，L－シスチン，L－バリン，L－メチオニン，L－イソロイシン，L－ロイシン，L－チロジン，L－フェニルアラニン，L－リジン塩酸塩，塩化アンモニウム，L－ヒスチジン及びL－アルギニンをそれぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとし，標準原液とする．この液5mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液6mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の

条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液1mLに含まれるグルタミン酸以外のアミノ酸の質量を求め，その質量百分率を算出するとき，グルタミン酸以外の各アミノ酸の量は0.2%以下であり，その合計は0.6%以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：570nm)

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

カラム温度：57℃付近の一定温度

反応槽温度：130℃付近の一定温度

反応時間：約1分

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

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	－
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	－
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	－
水酸化ナトリウム	－	－	－	－	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	－	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	－	－
ベンジルアルコール	－	－	－	5mL	－
ラウロマクロゴール(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

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

反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし，酢酸(100)123mL，1－メトキシ－2－プロパノール401mL及び水を加えて1000mLとし，10分間窒素を通じ，(Ⅰ)液とする．別に1－メトキシ－2－プロパノール979mLにニンヒドリン39gを加え，5分間窒素を通じた後，水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え，30分間窒素を通じ，(Ⅱ)液とする．(Ⅰ)液と(Ⅱ)液を1容量と1容量の混液とする(用時製する)．

移動相流量：毎分0.20mL

反応試薬流量：毎分0.24mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリシンとアラニンの分離度は1.2以上である．

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

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.12gを精密に量り，水40mLに加温して溶かす．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝14.71mg $C_5H_9NO_4$

貯法　容器　気密容器．

木クレオソート

Wood Creosote

クレオソート

本品は*Pinus*属諸種植物(*Pinaceae*)，*Cryptomeria*属諸種植物(*Taxodiaceae*)，*Fagus*属諸種植物(*Fagaceae*)，*Afzelia*属植物(*Intsia*属植物)(*Leguminosae*)，*Shorea*属植物(*Dipterocarpaceae*)又は*Tectona*属植物(*Verbenaceae*)の幹及び枝を乾留して得た木タールを原料とし，これを蒸留して180～230℃の留分を集め，更に精製・再蒸留して得られるフェノール類の混合物である．

本品は定量するとき，グアヤコール($C_7H_8O_2$：124.14)23～35%を含む．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがある．

本品は水に溶けにくい．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)と混和する．

本品の飽和水溶液は酸性である．

本品は光を強く屈折する．

本品は光又は空気によって徐々に変色する．

確認試験　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別にフェノール，*p*－クレゾール，グアヤコール及び2－メトキシ－4－メチルフェノール0.1gをそれぞれメタノールに溶かし，100mLとする．これらの液10mLにメタノールを加えて50mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)10μLずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得た主ピークの保持時間は，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)に一致する．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.076以上．

純度試験

(1)　石炭クレオソート　本品10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にベンゾ[*a*]ピレン，ベンズ[*a*]アントラセン及びジベンズ[*a,h*]アン

トラセンをそれぞれ1mgを量り，必要ならば少量の酢酸エチルに溶かし，メタノールを加えて100mLとする．この液1mLにメタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，試料溶液には標準溶液のベンゾ[a]ピレン，ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]アントラセンに対応する保持時間にピークを認めない．ベンゾ[a]ピレン，ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]アントラセンに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し，これらのピークがベンゾ[a]ピレン，ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]アントラセンでないことを確認する．

試験条件

検出器：質量分析計(EI)

モニターイオン：

ベンズ[a]アントラセン：分子イオン　m／z 228，フラグメントイオン　m／z 114　約14～20分

ベンゾ[a]ピレン：分子イオン　m／z 252，フラグメントイオン　m／z 125　約20～25分

ジベンズ[a,h]アントラセン：分子イオン　m／z 278，フラグメントイオン　m／z 139　約25～30分

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

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

注入口温度：250℃付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ベンゾ[a]ピレンの保持時間が約22分となるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，それぞれの物質のSN比は3以上である．

システムの性能：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンズ[a]アントラセン，ベンゾ[a]ピレン，ジベンズ[a,h]アントラセンの順に流出する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾ[a]ピレン，ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]アントラセンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ10%以下である．

（2）　アセナフテン　本品0.12gにメタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にアセナフテン25mgをメタノールに溶かし，50mLとする．この液5mLにメタノールを加えて20mLとする．この液2mLにメタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，試料溶液には標準溶液のアセナフテンに対応する保持時間にピークを認めない．アセナフテンに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し，このピークがアセナフテンでないことを確認する．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

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

カラム温度：45℃付近の一定温度で注入し，毎分11.5℃で160℃まで昇温した後，毎分4℃で180℃まで昇温し，次いで毎分8℃で270℃まで昇温し，270℃を3分間保持する．

注入口温度：250℃

検出器温度：250℃

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：アセナフテンの保持時間が約18分となるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセナフテンのSN比は3以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アセナフテンのピーク面積の相対標準偏差は6.0%以下である．

（3）　他の不純物　本品1.0mLに石油ベンジン2mLを加え，水酸化バリウム試液2mLを加えて振り混ぜた後，放置するとき，上層は青色又は汚褐色を呈しない．また，下層は赤色を呈しない．

蒸留試験〈2.57〉　200～220℃，85vol%以上．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用グアヤコール約30mgを精密に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグアヤコールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グアヤコール($C_7H_8O_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用グアヤコールの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)

流量：グアヤコールの保持時間が約9分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：グアヤコール及びフェノール2mgずつをメタノールに溶かし，10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フェノール，グアヤコールの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グアヤコールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クレゾール

Cresol

C_7H_8O：108.14

本品はクレゾール異性体の混合物である．

性状　本品は無色又は黄色～黄褐色澄明の液で，フェノールのようなにおいがある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にやや溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液はブロモクレゾールパープル試液に対して中性である．

本品は光を強く屈折させる．

本品は光により，また，長く放置するとき，暗褐色となる．

確認試験　本品の飽和水溶液5mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.032～1.041

純度試験

（1）　炭化水素　本品1.0mLを水60mLに溶かすとき，その混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水54mLに0.005mol/L硫酸6.0mL及び塩化バリウム試液1.0mLを加えてよく振り混ぜた後，5分間放置する．

（2）　イオウ化合物　本品20mLを100mLの三角フラスコにとり，フラスコの口に潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙をおき，水浴上で5分間加温するとき，酢酸鉛(Ⅱ)紙は黄色を呈することがあっても，褐色又は暗色を呈しない．

蒸留試験〈2.57〉　196～206℃，90vol%以上．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クレゾール水

Cresol Solution

本品は定量するとき，クレゾール1.25～1.60vol%を含む．

製法

クレゾール石ケン液	30mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は黄色の澄明又はわずかに混濁した液で，クレゾールのにおいがある．

確認試験　定量法で得た油層0.5mLに水30mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（1）　試料溶液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　試料溶液5mLに臭素試液1～2滴を加えるとき，淡黄色綿状の沈殿を生じる．

定量法　本品200mLを正確に量り，500mLの蒸留フラスコに入れ，塩化ナトリウム40g及び希硫酸3mLを加え，蒸留装置を連結する．受器には塩化ナトリウムの粉末30g及び正確にケロシン3mLを加えたカシアフラスコを用いて蒸留し，留液が90mLになったとき，冷却器の水を除き，蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をやめ，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし，15分間放置する．次に15℃に冷却し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして3時間以上放置し，析出する油滴を弱く揺り動かし1～2分間放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値(mL)から3mLを減じ，クレゾールの量(mL)とする．

貯法　容器　気密容器．

クレゾール石ケン液

Saponated Cresol Solution

本品は定量するとき，クレゾール42～52vol%を含む．

製法

クレゾール	500mL
植物油	300mL
水酸化カリウム	適量
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を加えて溶かし，この液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける．けん化が完了した後，「クレゾール」を加えて澄明になるまでよくかき混ぜ，適量の「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて，全量を1000mLとして製する．ただし，「水酸化カリウム」の代わりに「水酸化ナトリウム」の対応量を使用することができる．

性状　本品は黄褐色～赤褐色の粘稠性のある液で，クレゾール

臭がある．

本品は水，エタノール(95)又はグリセリンと混和する．

本品はアルカリ性である．

確認試験　純度試験(3)の留出した液につき，「クレゾール」の確認試験を準用する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品0.50mLに中和エタノール10mLを混和し，フェノールフタレイン試液2～3滴及び1mol/L塩酸0.10mLを加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　未けん化物　本品1.0mLに水5mLを加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．

（3）　クレゾール留分　本品180mLを2000mLの蒸留フラスコに入れ，水300mL及び希硫酸100mLを加え，水蒸気蒸留を行い，留出液が澄明になったとき，冷却器の水を除き蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，再び冷却水を通じ5分間蒸留する．留液に，留液100mL当たり，塩化ナトリウム20gを加えて溶かした後，放置して析出する澄明の油層を分取し，乾燥用塩化カルシウムを粉末としたもの15gをよく振り混ぜながら，少量ずつ加え，4時間放置した後，ろ過し，ろ液50mLを正確に量り，蒸留するとき196～206℃で43mL以上を留出する．

定量法　本品5mLを正確に量り，500mLの蒸留フラスコに入れ，用いたピペットは15分間垂直に保持して内容液を流出させた後，水200mL，塩化ナトリウム40g及び希硫酸3mLを加え，蒸留装置を連結し，受器には塩化ナトリウムの粉末30g及び正確にケロシン3mLを加えたカシアフラスコを用いて蒸留し，留液が90mLになったとき，冷却器の水を除き，蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をやめ，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし，15分間放置する．次に15℃に冷却し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして3時間以上放置し，析出する油滴を弱く振り動かし1～2分間放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値(mL)から3mLを減じクレゾールの量(mL)とする．

貯法

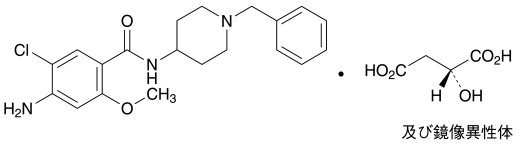
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クレボプリドリンゴ酸塩

Clebopride Malate

リンゴ酸クレボプリド



$C_{20}H_{24}ClN_3O_2$・$C_4H_6O_5$：507.96

4-Amino-*N*-(1-benzylpiperidin-4-yl)-5-chloro-2-methoxybenzamide mono-(2*RS*)-malate

[*57645-91-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クレボプリドリンゴ酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3O_2$・$C_4H_6O_5$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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

本品のメタノール溶液(1→25)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→80000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを酢酸(100)20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに酢酸(100)20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.009%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクレボプリド以外のピークの合計面積は，標準溶液のクレボプリドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム3.85gを水に溶かして500mLとし，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液400mLにメタノール600mLを加える．

流量：クレボプリドの保持時間が約15分となるように調整する．

面積測定範囲：クレボプリドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たクレボプリドのピーク面積が，標準溶液のクレボプリドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品30mg及びパラオキシ安息香酸プロピル5mgを移動相に溶かし，100mLとする．この

液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，クレボプリドの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クレボプリドのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

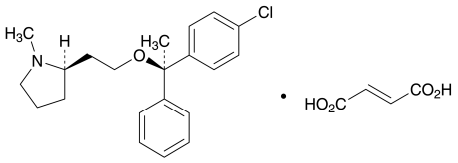
0.1mol/L 過塩素酸1mL＝50.80mg $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$

貯法　容器　気密容器.

クレマスチンフマル酸塩

Clemastine Fumarate

フマル酸クレマスチン



$C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$：459.96

(2*R*)-2-{2-[(1*R*)-1-(4-Chlorophenyl)-1-phenylethoxy]ethyl}-1-methylpyrrolidine monofumarate

[*14976-57-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クレマスチンフマル酸塩($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgに硫酸5mLを加えて振り混ぜて溶かすとき，液は黄色を呈する．この液を水10mL中に徐々に滴加するとき，液の色は直ちに消える．

（2）　本品0.01gに発煙硝酸1mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，薄めた塩酸(1→2)2mL及び亜鉛粉末0.2gを加え，水浴上で10分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液に水20mLを加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液(1→50000)5mLに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液5mLを加え，10分間加温するとき，液は赤紫色を呈する．

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（5）　本品0.04g及び薄層クロマトグラフィー用フマル酸0.01gをとり，それぞれにエタノール(95)／水混液(4：1)2mLを加えて穏やかに加温して溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル／ギ酸／水混液(90：7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たスポットのうちR_f値が大きい方のスポットは，標準溶液から得たスポットとR_f値が等しい．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16～＋18°(乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉　176～180℃(分解).

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをメタノール10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に250mLとし，標準溶液(1)とする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)の5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(90：10：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，直ちに過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，かつ，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

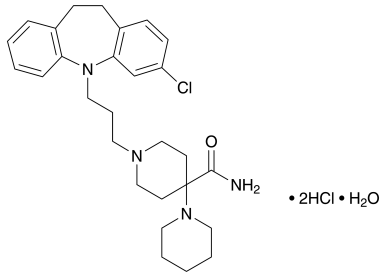
定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝46.00mg $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器.

クロカプラミン塩酸塩水和物

Clocapramine Hydrochloride Hydrate
塩酸クロカプラミン
クロカプラミン塩酸塩



$C_{28}H_{37}ClN_4O$・2HCl・H_2O：572.01
1′-[3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5*H*-dibenzo[*b*, *f*]azepin-5-yl)propyl]-1,4′-bipiperidine-4′-carboxamide dihydrochloride monohydrate
[*60789-62-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロカプラミン塩酸塩($C_{28}H_{37}ClN_4O$・2HCl：553.99)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)，クロロホルム又はイソプロピルアミンに溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約260℃(分解，乾燥後)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)5mLに硝酸1mLを加えるとき，液の色は初め青色を呈し，直ちに濃くなり，更に緑色～黄緑色に変わる．

（2）　本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品0.1gに水10mLを加え，加温して溶かし，冷後，アンモニア試液2mLを加えてろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをクロロホルム／イソプロピルアミン混液(99：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／イソプロピルアミン混液(99：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(100：70：40：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0～3.5%(0.5g，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(6：1)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.70mg $C_{28}H_{37}ClN_4O$・2HCl

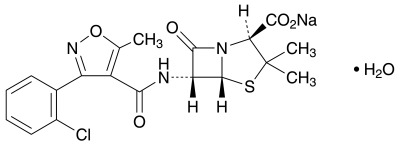
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロキサシリンナトリウム水和物

Cloxacillin Sodium Hydrate
クロキサシリンナトリウム
メチルクロルフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S$・H_2O：475.88
Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2-chlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate
[*7081-44-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～960μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クロキサシリン($C_{19}H_{18}ClN_3O_5S$：435.88)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，*N,N*－ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2500)につき，紫外可視吸

光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋163～＋171°(脱水物に換算したもの1g，水，100mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第5法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロキサシリン以外の個々のピークの面積は標準溶液のクロキサシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム4.953gを水700mLに溶かし，アセトニトリル250mLを加える．この液にリン酸を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて正確に1000mLとする．

流量：クロキサシリンの保持時間が約24分になるように調整する．

面積測定範囲：クロキサシリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たクロキサシリンのピーク面積が，標準溶液のクロキサシリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：クロキサシリンナトリウム標準品約50mgを正確に量り，適量の移動相に溶かし，グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)5mLを加え，更に移動相を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グアイフェネシン，クロキサシリンの順に溶出し，その分離度は25以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グアイフェネシンのピーク面積に対するクロキサシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉　3.0～4.5%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．

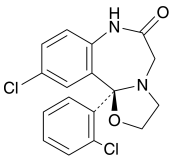
（iii）　標準溶液　クロキサシリンナトリウム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

クロキサゾラム

Cloxazolam



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$：349.21

(11b*RS*)-10-Chloro-11b-(2-chlorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one

[*24166-13-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けにくく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約200℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.01gにエタノール(99.5)10mLを加え，加熱して溶かした後，塩酸1滴を加えるとき，液は淡黄色を呈し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．また，この液に水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき，液の色及び蛍光は直ちに消える．

（2）　本品0.01gをとり，希塩酸5mLを加え，水浴中で10分間加熱して溶かし，冷却する．この液1mLは芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品2gを200mLのフラスコに量り，エタノール(95)50mL及び水酸化ナトリウム試液25mLを加え，還流冷却器を付け4時間加熱還流する．冷後，希塩酸で中和した後，ジクロロメタン30mLで抽出する．抽出液は無水硫酸ナトリウム3gを加えて脱水し，ろ過した後，ジクロロメタンを留去する．残留物にメタノール5mLを加え，水浴上で加熱して溶かした後，氷水中で急冷する．析出した結晶をろ取し，減圧，60℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は87～91℃である．

（4）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(244nm)：390～410(乾燥後，1mg，エタノール(99.5)，100mL).

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをケルダールフラスコに入れ，硫酸5mL及び硝酸5mLを加え，穏やかに加熱する．更に時々硝酸2～3mLずつを追加して液が無色から淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して2～3mLとする．冷後，水を加えて10mLとする．この液を検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.05gをジクロロメタン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにトルエン／アセトン混液(5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.92mg $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$

貯法

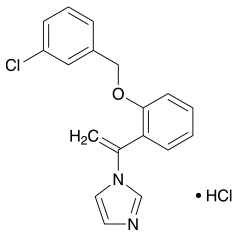
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロコナゾール塩酸塩

Croconazole Hydrochloride

塩酸クロコナゾール



$C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl：347.24

1-{1-[2-(3-Chlorobenzyloxy)phenyl]vinyl}-1*H*-imidazole monohydrochloride

[*77174-66-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロコナゾール塩酸塩($C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

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

（3）　本品0.05gを水10mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，更にジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜる．水層を分取し，ジエチルエーテル10mLずつで2回洗い，希硝酸2mLを加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　148～153℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品50mgをメタノール10mLに溶かし試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール／アンモニア水(28)混液(30：15：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸(100)溶液(1→100)1～2滴)．ただし，滴定の終点は液の青緑色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.72mg $C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$

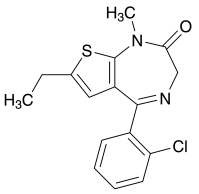
貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

クロチアゼパム

Clotiazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2OS$：318.82

5-(2-Chlorophenyl)-7-ethyl-1-methyl-1,3-dihydro-2*H*-thieno[2,3-*e*][1,4]diazepin-2-one

[*33671-46-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロチアゼパム($C_{16}H_{15}ClN_2OS$)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，アセトン，酢酸(100)又は酢酸エチルに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

（1） 本品0.01gを硫酸3mLに溶かし，この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，淡黄色の蛍光を発する.

（2） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品0.01gをとり，薄めた過酸化水素(30)(1→5)10mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により操作し，検液を調製する．装置のAの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，メタノール15mLでC，B及びAの内壁を洗い込み，ここで得た液を試験液とする．試験液15mLに，希硝酸0.5mLを加えた液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．また，残りの試験液は硫酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

融点〈2.60〉 106～109℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない.

比較液：色の比較液C 5mLをとり，0.01mol/L塩酸試液を加えて10mLとする.

（2） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gに水50mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液30mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.015%以下).

（3） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5） 類縁物質 本品0.25gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン混液(5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，80℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

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

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.88mg $C_{16}H_{15}ClN_2OS$

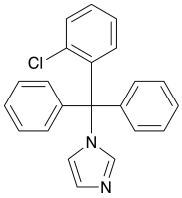
貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

クロトリマゾール

Clotrimazole



$C_{22}H_{17}ClN_2$：344.84

1-[(2-Chlorophenyl)(diphenyl)methyl]-1*H*-imidazole

[*23593-75-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロトリマゾール($C_{22}H_{17}ClN_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジクロロメタン又は酢酸(100)に溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミド，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1gに5mol/L塩酸試液10mLを加え，加温して溶かし，冷後，ライネッケ塩試液3滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品のメタノール溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　142～145℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをジクロロメタン10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.60mLに*N,N*－ジメチルホルムアミド40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをメタノール10mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLにメタノール10mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（6）　イミダゾール　本品0.10gをとり，ジクロロメタン10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用イミダゾール25mgをとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム混液(3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15分間風乾した後，ヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（7）　(2－クロロフェニル)－ジフェニルメタノール　本品0.20gをとり，ジクロロメタン10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(2－クロロフェニル)－ジフェニルメタノール10mgをとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(50：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.48mg $C_{22}H_{17}ClN_2$

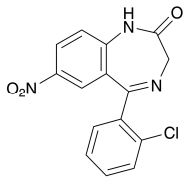
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

クロナゼパム

Clonazepam



$C_{15}H_{10}ClN_3O_3$：315.71

5-(2-Chlorophenyl)-7-nitro-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*1622-61-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に着色する.

融点：約240℃(分解).

確認試験

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

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.022%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.25gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にニトロメタン／アセトン混液(10：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.57mg $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$

貯法

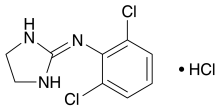
保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

クロニジン塩酸塩

Clonidine Hydrochloride

塩酸クロニジン



$C_9H_9Cl_2N_3$・HCl：266.55

2-(2,6-Dichlorophenylimino)imidazolidine monohydrochloride

[*4205-91-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロニジン塩酸塩($C_9H_9Cl_2N_3$・HCl)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けやすく，酢酸(100)に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)5mLにドラーゲンドルフ試液6滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる.

（2）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(3→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(4ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.20gをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mL及び2mLを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／1,4－ジオキサン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(10：8：2：1)を展開溶媒として約12cm展開

した後，薄層板を風乾する．これを100℃で1時間乾燥した後，次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15分間風乾する．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くなく，かつ主スポット及び原点のスポット以外のスポットのうち標準溶液(1)から得たスポットより濃いスポットは3個以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

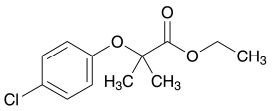
定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)30mLを加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.66mg $C_9H_9Cl_2N_3$・HCl

貯法　容器　気密容器.

クロフィブラート

Clofibrate



$C_{12}H_{15}ClO_3$：242.70

Ethyl 2-(4-chlorophenoxy)-2-methylpropanoate

[*637-07-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，クロフィブラート($C_{12}H_{15}ClO_3$)98.0%以上を含む.

性状　本品は無色～淡黄色の澄明な油状の液で，特異なにおいがあり，味は初め苦く後に甘い.

本品はメタノール，エタノール(95)，エタノール(99.5)，ジエチルエーテル又はヘキサンと混和し，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に分解する.

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1又はクロフィブラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2又はクロフィブラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロフィブラート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.500～1.505

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.137～1.144

純度試験

（1）　酸　本品2.0gを中和エタノール100mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品5.0gに硝酸20mL及び硫酸5mLを加え，白煙が発するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸5mLを加え，白煙が発生するまで加熱し，この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱し，冷後，水を加えて25mLとする．この液5mLを検液とし，試験を行う.

標準色：本品を用いないで同様に操作して調製した液5mLを発生瓶にとり，ヒ素標準液2.0mLを加え，以下検液の試験と同様に操作する(2ppm以下).

（4）　4－クロロフェノール　本品1.0gをとり，内標準溶液1mLを正確に加え，更に移動相を加えて5mLとし，試料溶液とする．別に4－クロロフェノール10mgをとり，ヘキサン／2－プロパノール混液(9：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヘキサン／2－プロパノール混液(9：1)を加えて正確に50mLとする．この液6mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対する4－クロロフェノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない.

内標準溶液　4－エトキシフェノールの移動相溶液(1→30000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径約4mm，長さ約30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／2－プロパノール／酢酸(100)混液(1970：30：1)

流量：クロフィブラートの保持時間が約2分になるように調整する.

カラムの選定：本品10.0g，4－クロロフェノール6mg及び4－エトキシフェノール6mgをヘキサン1000mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロフィブラート，4－クロロフェノール，4－エトキシフェノールの順に溶出し，クロフィブラートと4－クロロフェノールの分離度が5以上及び4－クロロフェノールと4－エトキシフェノールの分離度が2.0以上のものを用いる.

水分〈2.48〉　0.2%以下(5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液50mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて水浴中でしばしば振り混ぜながら2時間加熱する．冷後，直ちに過量の水酸化カリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝24.27mg $C_{12}H_{15}ClO_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロフィブラートカプセル

Clofibrate Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロフィブラート($C_{12}H_{15}ClO_3$：242.70)を含む．

製法　本品は「クロフィブラート」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　カプセルを切り開き，内容物を取り出し，試料とする．試料のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．また，試料のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長224～228nmに吸収の極大を示す．

純度試験　4－クロロフェノール　本品20個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，よく混和したもの1.0gをとり，以下「クロフィブラート」の純度試験(4)を準用する．

内標準溶液　4－エトキシフェノールの移動相溶液(1→30000)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，カプセルをジエチルエーテル少量で洗い，室温で放置してジエチルエーテルを除いた後，質量を精密に量る．カプセル内容物のクロフィブラート($C_{12}H_{15}ClO_3$)約0.1gに対応する量を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて試料溶液とする．別にクロフィブラート標準品約0.1gを精密に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロフィブラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロフィブラート($C_{12}H_{15}ClO_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したクロフィブラート標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　イブプロフェンの移動相溶液(1→100)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径約4mm，長さ約30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／薄めたリン酸(1→1000)混液(3：2)

流量：クロフィブラートの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：クロフィブラート0.05g及びイブプロフェン0.3gをアセトニトリル50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イブプロフェン，クロフィブラートの順に溶出し，分離度が6以上のものを用いる．

貯法

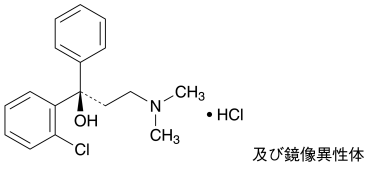
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

クロフェダノール塩酸塩

Clofedanol Hydrochloride

塩酸クロフェダノール



$C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$：326.26

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-3-dimethylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride

[*511-13-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロフェダノール塩酸塩($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約190℃(分解，ただし乾燥後)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を

呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.05gをメタノール25mLに溶かし．試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロフェダノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロフェダノールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸カリウム1.34gを薄めたリン酸(1→1000)に溶かし，1000mLとする．この液650mLにメタノール350mLを加える．

流量：クロフェダノールの保持時間が約9分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル0.01gずつをメタノールに溶かし，100mLとする．この液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロフェダノール，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液3μLから得たクロフェダノールのピーク高さがフルスケールの20～50%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロフェダノールの保持時間の約3倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，80℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)15mLに溶かし，無水酢酸35mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

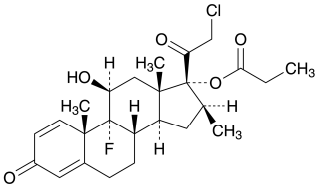
0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.63mg $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

クロベタゾールプロピオン酸エステル

Clobetasol Propionate

プロピオン酸クロベタゾール



$C_{25}H_{32}ClFO_5$：466.97

21-Chloro-9-fluoro-11β,17-dihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17-propanoate

[*25122-46-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロベタゾールプロピオン酸エステル($C_{25}H_{32}ClFO_5$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約196℃(分解)．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロベタゾールプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋109～＋115°(乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロベタゾールプロピオン酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のクロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のクロベタゾールプロピオン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロベタゾールプロピオン酸エステルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たクロ

ベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積の2.8～5.2%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgをメタノール20mLに溶かす．この液5mLにプロピオン酸ベクロメタゾンのメタノール溶液(1→1000)10mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロベタゾールプロピオン酸エステル，ベクロメタゾンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品及びクロベタゾールプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液100mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて250mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロベタゾールプロピオン酸エステル($C_{25}H_{32}ClFO_5$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：クロベタゾールプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロピオン酸ベクロメタゾンの移動相溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整し，水を加え1000mLとする．この液425mLにアセトニトリル475mL及びメタノール100mLを加える．

流量：クロベタゾールプロピオン酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロベタゾールプロピオン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

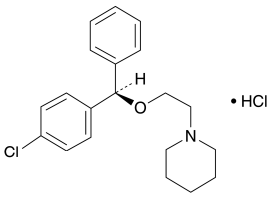
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロペラスチン塩酸塩

Cloperastine Hydrochloride

塩酸クロペラスチン



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$：366.32

1-{2-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methoxy]ethyl}piperidine monohydrochloride

[*14984-68-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロペラスチン塩酸塩($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすい．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)10mLにアンモニア試液2mL及びジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，水層を分取し，ジエチルエーテル20mLで洗い，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　148～152℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品40mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液

20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロペラスチンに対する相対保持時間約0.8及び約3.0のピーク面積は，それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積より大きくなく，かつ，相対保持時間約2.0のピーク面積は標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の5／3より大きくない．また，試料溶液のクロペラスチン及び上記のピーク以外のピークの面積は，それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の3／5よりも大きくない．更に，それらのピークの合計面積は，標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の2倍より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液／過塩素酸混液(500：250：1)

流量：クロペラスチンの保持時間が約7分になるように調整する．

カラムの選定：本品0.03g及びベンゾフェノン0.04gを移動相100mLに溶かす．この液2.0mLをとり，移動相を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロペラスチン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が6以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液20μLから得たクロペラスチンのピーク高さがフルスケールの約30%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロペラスチンの保持時間の約4倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.63mg $C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$

貯法

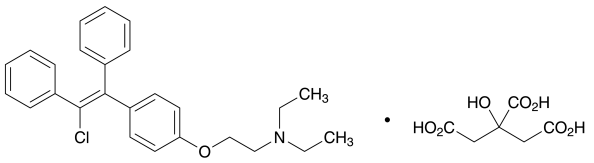
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロミフェンクエン酸塩

Clomifene Citrate

クエン酸クロミフェン



$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$：598.08

2-[4-(2-Chloro-1,2-diphenylvinyl)phenoxy]-*N*,*N*-diethylethylamine monocitrate

[*50-41-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約115℃

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→200)2mLにライネッケ塩試液2mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロミフェンクエン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品のメタノール溶液(1→200)はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(2)を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをメタノール30mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

異性体比　本品0.10gに水10mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加え，ジエチルエーテル15mLずつで3回抽出する．ジエチルエーテル層を合わせ，水20mLで洗った後，ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム10gを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過し，ジエチルエーテルを留去する．残留物をクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．保持時間20分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.3～0.5である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1mの管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを125～150μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：195℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：クロミフェンクエン酸塩の2つのピークのうち先に流出するピークの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，2つのピークの分離度は1.3以上である．

システムの再現性：試料溶液2μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，$A_b/(A_a+A_b)$の相対標準偏差は5.0%以下である．

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝59.81mg $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロミフェンクエン酸塩錠

Clomifene Citrate Tablets

クエン酸クロミフェン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$：598.08)を含む．

製法　本品は「クロミフェンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロミフェンクエン酸塩」1gに対応する量をとり，クロロホルム100mLを加えて激しく振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で濃縮し，室温で放置した後，析出した結晶をろ取し，少量のクロロホルムで洗う．この結晶につき，「クロミフェンクエン酸塩」の確認試験(1)及び(3)を準用する．

（2）　(1)の結晶の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長233～237nm及び290～294nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水10mLを加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール50mLを加え，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，1mL中にクロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)約20μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

クロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)約28μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にクロミフェンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として3時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のクロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)約50mgに対応する量を精密に量り，メタノール50mLを加え，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液の一部をとり，遠心分離した後，上澄液4mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にクロミフェンクエン酸塩標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長295nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロミフェンクエン酸塩($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

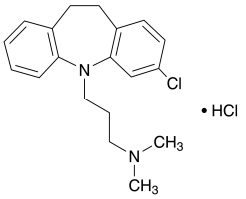
M_S：クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

クロミプラミン塩酸塩

Clomipramine Hydrochloride

塩酸クロミプラミン



$C_{19}H_{23}ClN_2$・HCl：351.31

3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

[*17321-77-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロミプラミン塩酸塩($C_{19}H_{23}ClN_2$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，アセトンに溶けにくく，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品3mgを硝酸1mLに溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品1gを分液漏斗にとり，水10mLを加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ジエチルエーテル30mLずつで2回抽出する[水層は確認試験(4)に使用]．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水20mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，少量の無水硫酸ナトリウムで乾燥し，ろ過する．ろ液は水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する．残留物につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（4）　(3)で得た水層に希硝酸を加えて中性とした液は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.0である．

融点〈*2.60*〉　192～196℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.20gをとり，メタノール10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に塩酸イミプラミン20mgを量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．更に試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／アンモニア水(28)混液(15：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.13mg $C_{19}H_{23}ClN_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

クロム酸ナトリウム(^{51}Cr)注射液

Sodium Chromate (^{51}Cr) Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はクロム－51をクロム酸ナトリウムの形で含む．

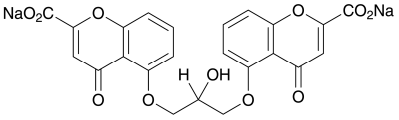
本品は放射性医薬品基準のクロム酸ナトリウム(^{51}Cr)注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，においはないか，又は保存剤によるにおいがある．

クロモグリク酸ナトリウム

Sodium Cromoglicate



$C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$：512.33

Disodium 5,5′-(2-hydroxypropane-1,3-diyl)bis(oxy)bis(4-oxo-4*H*-chromene-2-carboxylate)

[*15826-37-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，クロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は初めはないが，後にわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，プロピレングリコールにやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，2－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光により徐々に黄色を帯びる．

確認試験

（1）　本品0.1gを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，1分間煮沸するとき，液は黄色を呈し，冷後，濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液0.5mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品のpH7.4のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.50gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品2.0gに新たに煮沸して冷却した水40mLを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液6滴を加え，試料溶液とする．試料溶液20mLに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.25mLを加えるとき，液の色は青色である．また，試料溶液20mLに0.1mol/L塩酸0.25mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　シュウ酸塩　本品0.25gをとり，水に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にシュウ酸二水和物49mgを正確に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸鉄試液5mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとする．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長480nmにおける試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より小さくない．

（5）　類縁物質　本品0.20gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／酢酸(100)混液(9：9：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0%以下(1g，減圧，105℃，4時間)．

定量法　本品約0.18gを精密に量り，プロピレングリコール25mL及び2－プロパノール5mLを加え，加温して溶かし，冷後，1,4－ジオキサン30mLを加え，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝25.62mg $C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$

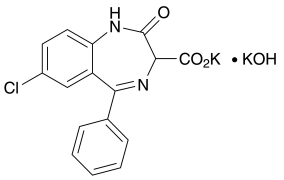
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロラゼプ酸二カリウム

Clorazepate Dipotassium



$C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH：408.92

Monopotassium 7-chloro-2-oxo-5-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-1,4-benzodiazepine-3-carboxylate mono(potassium hydroxide)

[*57109-90-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は酢酸(100)に溶ける．

本品1gを水100mLに溶かした液のpHは11.5～12.5である．

本品は光によって徐々に黄色となる．

確認試験

（1）　本品30mg及び金属ナトリウム50mgをとり，注意して徐々に赤熱するまで加熱する．冷後，エタノール(99.5)3滴及び水5mLを加えてよくかき混ぜた後，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，水20mLに溶かし，アセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．

これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.014%以下).

（2） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質　本品15mgを水／炭酸カリウム溶液(97→1000)／アセトニトリル混液(3：1：1)25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／炭酸カリウム溶液(97→1000)／アセトニトリル混液(3：1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液は速やかに調製し，3分以内に試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロラゼプ酸に対する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピーク面積は，標準溶液のクロラゼプ酸のピーク面積より大きくなく，クロラゼプ酸及びノルジアゼパム以外のピークの面積は，標準溶液のクロラゼプ酸のピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のクロラゼプ酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロラゼプ酸のピーク面積の2倍より大きくない．ただし，クロラゼプ酸に対する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.64を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物13.8gを水500mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整した液100mLに，アセトニトリル400mL及び水300mLを加える．

流量：クロラゼプ酸の保持時間が約1.3分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロラゼプ酸の保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／炭酸カリウム溶液(97→1000)／アセトニトリル混液(3：1：1)を加えて正確に25mLとする．この液5μLから得たクロラゼプ酸のピーク面積が，標準溶液のクロラゼプ酸のピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロラゼプ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロラゼプ酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，5時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝13.63mg $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロラゼプ酸二カリウムカプセル

Clorazepate Dipotassium Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH：408.92)を含む．

製法　本品は「クロラゼプ酸二カリウム」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液10mLに水を加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「クロラゼプ酸二カリウム」15mgに対応する量をとり，水／炭酸カリウム溶液(97→1000)／アセトニトリル混液(3：1：1)を加えて25mLとした後，10分間振り混ぜる．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／炭酸カリウム溶液(97→1000)／アセトニトリル混液(3：1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「クロラゼプ酸二カリウム」の純度試験(4)を準用する．ただし，試料溶液のクロラゼプ酸に対する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピーク面積は，標準溶液のクロラゼプ酸のピーク面積の3倍より大きくない．また，試料溶液のクロラゼプ酸及びノルジアゼパム以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロラゼプ酸のピーク面積より大きくない．ただし，クロラゼプ酸に対する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.64を乗じた値とする．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水70mLを加えて15分間振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にクロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)約12μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 2/25$

M_S：定量用クロラゼプ酸二カリウムの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)約8.3μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用クロラゼプ酸二カリウムを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で5時間減圧乾燥し，その約21mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長252nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用クロラゼプ酸二カリウムの秤取量(mg)

C：1カプセル中のクロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)約15mgに対応する量を精密に量り，水70mLを加えて15分間振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用クロラゼプ酸二カリウムを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で5時間減圧乾燥し，その約15mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長252nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロラゼプ酸二カリウム($C_{16}H_{10}ClKN_2O_3$・KOH)の量(mg)

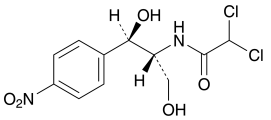
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用クロラゼプ酸二カリウムの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

クロラムフェニコール

Chloramphenicol



$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13

2,2-Dichloro-*N*-[(1*R*,2*R*)-1,3-dihydroxy-1-(4-nitrophenyl)propan-2-yl]acetamide

[*56-75-7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり980～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋18.5～＋21.5°(1.25g，エタノール(99.5)，25mL，100mm)．

融点〈2.60〉　150～155℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(25ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(79：14：7)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットの

合計は，2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びクロラムフェニコール標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノール20mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に100mLとする．更に，この液10mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長278nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロラムフェニコール($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

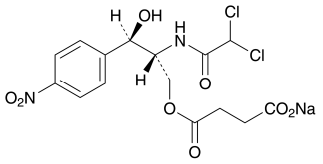
M_S：クロラムフェニコール標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム

Chloramphenicol Sodium Succinate

コハク酸クロラムフェニコールナトリウム



$C_{15}H_{15}Cl_2N_2NaO_8$：445.18

Monosodium (2*R*,3*R*)-2-(dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-3-(4-nitrophenyl)propan-1-yl succinate

[*982-57-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり711μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋5～＋8°(脱水物に換算したもの1.25g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.4gを水5mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～帯黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

水分〈2.48〉　2.0%以下(1.0g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に1000mLとし，試料溶液とする．別にクロラムフェニコールコハク酸エステル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水約50mLを加えて懸濁する．液をかき混ぜながら0.01mol/L水酸化ナトリウム試液約7mLを徐々に加えてpH7.0とする．この液に水を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長276nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロラムフェニコール($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

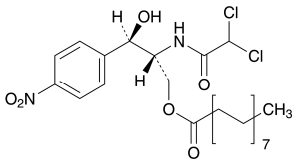
M_S：クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器.

クロラムフェニコールパルミチン酸エステル

Chloramphenicol Palmitate

パルミチン酸クロラムフェニコール



$C_{27}H_{42}Cl_2N_2O_6$：561.54

(2*R*,3*R*)-2-(Dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-3-(4-nitrophenyl)propan-1-yl palmitate

[*530-43-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり558～587μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→33000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品5mgずつをアセトン1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／シクロヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋21～＋25°(乾燥物に換算したもの1g，エタノール(99.5)，20mL，100mm).

融点〈2.60〉 91～96℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品50mgをメタノール50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，試料溶液及び標準溶液調製後，30分以内に次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の3.5倍より大きくない．ただし，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルに対する相対保持時間約0.5及び約5.0のクロラムフェニコール及びクロラムフェニコールジパルミチン酸エステルのピーク面積はそれぞれ感度係数0.5及び1.4を乗じて補正する．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品50mgをメタノール50mLに溶かす．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピークの理論段数は5000段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

定量法 本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品約37mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノール40mL及び酢酸(100)1mLに溶かし，更にメタノールを加えて正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

クロラムフェニコール($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(172：27：1)

流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピークの理論段数は2400段以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

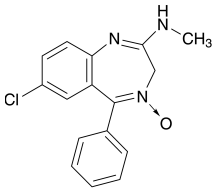
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

クロルジアゼポキシド

Chlordiazepoxide



$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75

7-Chloro-2-methylamino-5-phenyl-3*H*-1,4-benzodiazepin-4-oxide

[*58-25-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

本品は光によって徐々に変化する.

融点：約240℃(分解).

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルジアゼポキシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルジアゼポキシド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.20gをとり，メタノール／アンモニア試液混液(97：3)10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／アンモニア試液混液(97：3)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．別に薄層クロマトグラフィー用2－アミノ－5－クロロベンゾフェノン10mgをとり，メタノールに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液25μL並びに標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)混液(19：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，この薄層板に亜硝酸ナトリウムの1mol/L塩酸試液溶液(1→100)を均等に噴霧し，1分間放置後，*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は上澄液の紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.98mg $C_{16}H_{14}ClN_3O$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

クロルジアゼポキシド散

Chlordiazepoxide Powder

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75)を含む.

製法　本品は「クロルジアゼポキシド」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長244～248nm及び306～310nmに吸収の極大を示し，288～292nmに吸収の極小を示す.

（2）　本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.02gに対応する量をとり，メタノール10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し，ろ液に窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物を60℃で1時間減圧乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1625cm^{-1}，1465cm^{-1}，1265cm^{-1}，850cm^{-1}及び765cm^{-1}付近に吸収を認める.

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」50mgに対応する量をとり，メタノール／アンモニア試液混液(97：3)5mLを正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品50mgをとり，メタノール／アンモニア試液混液(97：3)に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液(1)とする．更に薄層クロ

マトグラフィー用2－アミノ－5－クロロベンゾフェノン5.0mgをとり，メタノールに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液25μL並びに標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験(2)を準用する．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)約0.1gに対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水10mLを正確に加え，本品をよく潤した後，メタノール90mLを正確に加え，密栓して15分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にメタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で4時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水10mL及びメタノール90mLを正確に加えて溶かす．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にメタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→20)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／0.02mol/Lリン酸二水素アンモニウム試液混液(7：3)

流量：クロルジアゼポキシドの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロルジアゼポキシド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロルジアゼポキシド錠

Chlordiazepoxide Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75)を含む．

製法　本品は「クロルジアゼポキシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長244～248nm及び306～310nmに吸収の極大を示し，288～292nmに吸収の極小を示す．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01gに対応する量をとり，ジエチルエーテル10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液5mLをとり，水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する．残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1625cm^{-1}，1465cm^{-1}，1265cm^{-1}，850cm^{-1}及び765cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」50mgに対応する量をとり，メタノール／アンモニア試液混液(97：3)5mLを正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品50mgをとり，メタノール／アンモニア試液混液(97：3)に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液(1)とする．更に薄層クロマトグラフィー用2－アミノ－5－クロルベンゾフェノン5.0mgをとり，メタノールに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液25μL並びに標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験(2)を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，水1mLを加えてよく振り混ぜて崩壊させた後，メタノール20mLを加えてよく振り混ぜる．この液にメタノールを加えて正確に25mLとし，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液のクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)約2mgに対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

クロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / V$

M_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→20)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液30mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)約3.7μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用クロルジアゼポキシドをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で4時間乾燥し，その約12mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に200mLとする．この液3mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長260nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27$

M_S：定量用クロルジアゼポキシドの秤取量(mg)

C：1錠中のクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の表示量(mg)

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のクロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)約0.1gに対応する個数をとり，水10mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール60mLを加えて更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．この上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，水1mL及びメタノールを加えて溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，更にメタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロルジアゼポキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→20)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／0.02mol/Lリン酸二水素アンモニウム試液混液(7：3)

流量：クロルジアゼポキシドの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロルジアゼポキシド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

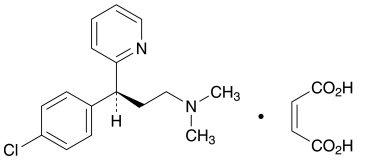
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩

Chlorpheniramine Maleate

マレイン酸クロルフェニラミン



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86

(3*RS*)-3-(4-Chlorophenyl)-*N*,*N*-dimethyl-3-pyridin-2-ylpropylamine monomaleate

[*113-92-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*－クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の微細な結晶である．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別にマレイン酸56mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／メタノール／

酢酸(100)／水混液(70：20：7：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットのうち，1個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様の濃さであり，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

融点〈2.60〉　130～135℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン以外のピークの面積は，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の2／3より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム8.57g及びリン酸1mLを水に溶かして1000mLとする．この液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルフェニラミンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たクロルフェニラミンのピーク面積が，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.54mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩散

Chlorpheniramine Maleate Powder

マレイン酸クロルフェニラミン散

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応する*dl*－クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86)を含む．

製法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液40mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を分液漏斗に移し，ヘキサン40mLで洗う．次に水酸化ナトリウム試液10mLを加え，ヘキサン20mLで抽出する．ヘキサン層に水5mLを加え，水洗いする．必要ならば遠心分離し，ヘキサン抽出液に無水硫酸ナトリウム0.5gを加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を約50℃の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数2940cm^{-1}，2810cm^{-1}，2770cm^{-1}，1589cm^{-1}，1491cm^{-1}，1470cm^{-1}，1434cm^{-1}，1091cm^{-1}及び1015cm^{-1}付近に吸収を認める．

定量法　本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)約4mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液70mLを加え，15分間振り混ぜる．更に内標準溶液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1000)7mLに水を加えて1000mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水900mLに溶かし，酢酸(100)10mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルフェニラミンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

クロルフェニラミンマレイン酸塩錠

Chlorpheniramine Maleate Tablets

マレイン酸クロルフェニラミン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応する*dl*－クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$：390.86)を含む.

製法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液40mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を分液漏斗に移し，ヘキサン40mLで洗う．次に水酸化ナトリウム試液10mLを加え，ヘキサン20mLで抽出する．ヘキサン層に水5mLを加え，水洗いする．必要ならば遠心分離し，ヘキサン抽出液に無水硫酸ナトリウム0.5gを加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を約50℃の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数2940cm^{-1}，2810cm^{-1}，2770cm^{-1}，1589cm^{-1}，1491cm^{-1}，1470cm^{-1}，1434cm^{-1}，1091cm^{-1}及び1015cm^{-1}付近に吸収を認める.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水10mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．1mL中にクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)約80μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液5mLを正確に量り，内標準溶液2.5mLを正確に加え，水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$

M_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→250)7mLに水を加えて1000mLとする.

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は75%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)約4.4μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265 nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水900mLに溶かし，酢酸(100)10mLを加えた後，水を加えて1000mLとする．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で

操作するとき，クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする，クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)約4mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液70mLを加え，15分間振り混ぜる．更に内標準溶液を加えて正確に100mLとし，この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1000)7mLに水を加えて1000mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水900mLに溶かし，酢酸(100)10mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルフェニラミンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液

Chlorpheniramine Maleate Injection

マレイン酸クロルフェニラミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する*dl*－クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$：390.86)を含む．

製法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：4.5～7.0

確認試験　本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」25mgに対応する容量をとり，希水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ヘキサン20mLで抽出する．ヘキサン層は水10mLを加えて洗い，無水硫酸ナトリウム0.5gを加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を50℃の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数2940cm^{-1}，2810cm^{-1}，2770cm^{-1}，1589cm^{-1}，1491cm^{-1}，1470cm^{-1}，1434cm^{-1}，1091cm^{-1}及び1015cm^{-1}付近に吸収を認める．

エンドトキシン〈4.01〉　8.8EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)約3mgに対応する容量を正確に量り，100mLの分液漏斗に入れ，水20mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えた後，ジエチルエーテル50mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水20mLで洗い，次に0.25mol/L硫酸試液20mL，20mL及び5mLで抽出する．全抽出液を合わせ，0.25mol/L硫酸試液を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.25mol/L硫酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，100mLの分液漏斗に入れ，水酸化ナトリウム試液2mLを加えた後，ジエチルエーテル50mLずつで2回抽出する．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nm付近の吸収極大の波長における吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

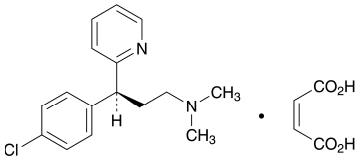
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

d−クロルフェニラミンマレイン酸塩

d-Chlorpheniramine Maleate

d−マレイン酸クロルフェニラミン



$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86

(3*S*)-3-(4-Chlorophenyl)-*N*,*N*-dimethyl-3-pyridin-2-ylpropylamine monomaleate

[*2438-32-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*d*−クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別にマレイン酸56mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／メタノール／酢酸(100)／水混液(70：20：7：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットのうち，1個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様の濃さであり，そのR_f値は約0.4である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39.5～＋43.0°(乾燥後，0.5g，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

融点〈*2.60*〉　111～115℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及び*d*−クロルフェニラミン以外のピークの面積は，標準溶液の*d*−クロルフェニラミンのピーク面積の2／3より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液の*d*−クロルフェニラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム8.57g及びリン酸1mLを水に溶かして1000mLとする．この液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：*d*−クロルフェニラミンの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から*d*−クロルフェニラミンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得た*d*−クロルフェニラミンのピーク面積が，標準溶液の*d*−クロルフェニラミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*d*−クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*d*−クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，65℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.54mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロルフェニラミン・カルシウム散

Chlorpheniramine and Calcium Powder

本品は定量するとき，クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$：390.86)0.27～0.33%を含む．

製法

クロルフェニラミンマレイン酸塩	3g
リン酸水素カルシウム水和物	800g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は白色である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長263～267nmに吸収の極大を示す(クロルフェニラミンマレイン酸塩)．

（2）　本品0.5gに希塩酸10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応(3)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品0.5gに希硝酸10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過した液はリン酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品1gにメタノール5mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品0.01gをメタノール17mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アセトン／アンモニア水(28)混液(73：15：10：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，30mLの共栓遠心沈殿管に入れ，0.05mol/L硫酸20mLを加えて5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．更にこの操作を2回行い，全抽出液を合わせ，200mLの分液漏斗にとり，ジエチルエーテル30mLを加えて振り混ぜた後，5分間放置する．水層を分取し，乾燥ろ紙を用いて別の分液漏斗にろ過する．ジエチルエーテル層は0.05mol/L硫酸10mLずつで2回抽出し，抽出液をろ過し，先の分液漏斗の水層に合わせる．ろ紙は0.05mol/L硫酸5mLで洗い，洗液は先の分液漏斗の水層に合わせる．この液にアンモニア試液10mLを加え，ジエチルエーテル50mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水20mLで洗い，次に0.25mol/L硫酸20mLずつで2回及び5mLで1回抽出する．全抽出液を合わせ，0.25mol/L硫酸を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約75mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸10mLに溶かし，更に0.05mol/L硫酸を加えて正確に100mLとする．この液2mLを200mLの分液漏斗にとり，0.05mol/L硫酸58mLを加え，更にジエチルエーテル30mLを加えて振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.25mol/L硫酸を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長265nmおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/50$

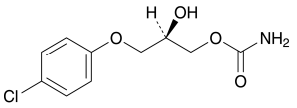
M_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル

Chlorphenesin Carbamate

カルバミン酸クロルフェネシン



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_4$：245.66

(2*RS*)-3-(4-Chlorophenoxy)-2-hydroxypropyl carbamate

[*886-74-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)又はピリジンに溶けやすく，水に溶けにくい．

本品のエタノール(95)溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　88～91℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをエタノール(95)20mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにエタノール(95)20mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　クロルフェネシン－2－カルバメート　本品0.10gを液体クロマトグラフィー用ヘキサン／2－プロパノール混液(7：3)20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積A_a及びクロルフェネシン－2－カルバメートのピーク面積A_bを自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.007以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用ヘキサン／2－プロパノール／酢酸(100)混液(700：300：1)

流量：クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用ヘキサン／2－プロパノール混液(7：3)を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用ヘキサン／2－プロパノール混液(7：3)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の40～60%になることを確認する．

システムの性能：本品0.1gをメタノール50mLに溶かす．この液25mLに希水酸化ナトリウム試液25mLを加え，60℃で20分間加温する．この液20mLに1mol/L塩酸試液5mLを加え，酢酸エチル20mLを加えてよく振り混ぜ，静置して，上層を分取する．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロルフェネシン，クロルフェネシンカルバミン酸エステル，クロルフェネシン－2－カルバメートの順に溶出し，クロルフェネシンカルバミン酸エステルに対するクロルフェネシン及びクロルフェネシン－2－カルバメートの相対保持時間は，約0.7及び約1.2であり，クロルフェネシンとクロルフェネシンカルバミン酸エステルの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　類縁物質　本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(17：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に20分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは1個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.20%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，ピリジン20mLに溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール試液50mLを正確に加え，70℃で40分間加温する．冷後，エタノール(95)100mLを加え，過量の水酸化カリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：チモールブルー試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の青色が青緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール試液1mL
＝24.57mg $C_{10}H_{12}ClNO_4$

貯法　容器　気密容器．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル錠

Chlorphenesin Carbamate Tablets

カルバミン酸クロルフェネシン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$：245.66)を含む．

製法　本品は「クロルフェネシンカルバミン酸エステル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルフェネシンカルバミン酸エステル」0.15gに対応する量をとり，エタノール(95)60mLを加えて超音波処理した後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液20mLを遠心分離する．上澄液1mLにエタノール(95)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長226～230nm，279～283nm及び286～290nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水10mLを加えて崩壊させ，水／メタノール混液(1：1)70mLを加えて，ときどき振り混ぜながら15分間超音波処理した後，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離した後，クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)約2.5mgに対応する上澄液V mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用カルバミン酸クロルフェネシンをデシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを求める．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / V \times 5$

M_S：定量用カルバミン酸クロルフェネシンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)約0.14mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用カルバミン酸クロルフェネシンをデシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノール1mLに溶かした後，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長278nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450$

M_S：定量用カルバミン酸クロルフェネシンの秤取量(mg)

C：1錠中のクロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう乳鉢で粉末とする．クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)約0.25gに対応する量を精密に量り，酢酸エチル30mLを加え，超音波処理し，分散させた後，更に酢酸エチルを加えて正確に50mLとする．この液20mLを遠心分離した後，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に酢酸エチルを加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用カルバミン酸クロルフェネシンをデシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，酢酸エチルに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に酢酸エチルを加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル($C_{10}H_{12}ClNO_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / 2$

M_S：定量用カルバミン酸クロルフェネシンの秤取量(mg)

内標準溶液　エテンザミドの酢酸エチル溶液(1→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用ヘキサン／2−プロパノール／酢酸(100)混液(700：300：1)

流量：クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

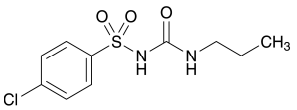
システムの性能：「クロルフェネシンカルバミン酸エステル」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

クロルプロパミド

Chlorpropamide



$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$：276.74

4-Chloro-*N*-(propylcarbamoyl)benzenesulfonamide

[*94-20-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.08gをメタノール50mLに溶かす．この液1mLに0.01mol/L塩酸試液を加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　127～131℃

純度試験

（1）　酸　本品3.0gに水150mLを加え，70℃で5分間加温した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.30mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　塩化物〈1.03〉　(1)のろ液40mLに希硝酸6mL及び水

を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下).

（３） 硫酸塩〈1.14〉 (1)のろ液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.021%以下).

（４） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（５） 類縁物質 本品0.60gをとり，アセトンに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に300mLとし，標準溶液(1)とする．別に4－クロロベンゼンスルホンアミド60mgをとり，アセトンに溶かし，正確に300mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／3－メチル－1－ブタノール／メタノール／アンモニア水(28)混液(15：10：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これを100℃で1時間乾燥した後，次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15分間風乾する．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール30mLに溶かし，水20mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝27.67mg $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$

貯法 容器 密閉容器.

クロルプロパミド錠

Chlorpropamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するクロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$：276.74)を含む.

製法 本品は「クロルプロパミド」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「クロルプロパミド」0.08gに対応する量をとり，メタノール50mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，0.01mol/L塩酸試液を加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長231～235nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，移動相75mLを加えて時々強く振り混ぜながら20分間超音波処理を行った後，1mL中に「クロルプロパミド」約2.5mgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

クロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$

M_S：定量用クロルプロパミドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)約10μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用クロルプロパミドを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノール10mLに溶かした後，水を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長232nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

クロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用クロルプロパミドの秤取量(mg)
C：1錠中のクロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)約50mgに対応する量を精密に量り，移動相75mLを加えて10分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用クロルプロパミドを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロルプロパミドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

クロルプロパミド($C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用クロルプロパミドの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に

10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)／アセトニトリル混液(1：1)

流量：クロルプロパミドの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，クロルプロパミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，1.5以下である．

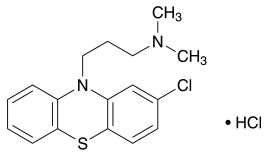
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロルプロパミドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

クロルプロマジン塩酸塩

Chlorpromazine Hydrochloride

塩酸クロルプロマジン



$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33

3-(2-Chloro-10*H*-phenothiazin-10-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

[*69-09-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品0.1gに水20mL及び希塩酸3滴を加えて溶かし，2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを滴加し，5時間放置する．沈殿をろ取し，水で洗い，少量のアセトンから再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は175～179℃である．

（3）　本品0.5gを水5mLに溶かし，アンモニア試液2mLを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　194～198℃

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは，10分以内に測定するとき，4.0～5.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かした液につき，10分以内に観察するとき，無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.53mg $C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロルプロマジン塩酸塩錠

Chlorpromazine Hydrochloride Tablets

塩酸クロルプロマジン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33)を含む．

製法　本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.2gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液40mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　(1)のろ液20mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを滴加し，以下「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験(2)を準用する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，1mL中にクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)約0.83mgを含む液となるように薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加え，5分間超音波処理し，20分間激しく振り混ぜた後，1mL中にクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)約0.5mgを含む液となるように薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確にV mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液2.5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(1→4500)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸クロルプロマジンを105℃で2時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，試験液に溶かし正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする．更に，この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長254nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 8$

M_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量(mg)
C：1錠中のクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)約50mgに対応する量を精密に量り，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)60mLを加え，5分間超音波を照射し，20分間激しく振り混ぜた後，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液2.5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸クロルプロマジンを105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(1→4500)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：256nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→2)／アセトニトリル混液(27：13)
流量：クロルプロマジンの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルプロマジンの順に溶出し，その分離度は10以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

クロルプロマジン塩酸塩注射液

Chlorpromazine Hydrochloride Injection
塩酸クロルプロマジン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33)を含む．

製法　本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：4.0～6.5

確認試験
（1）　本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」5mgに対応する容量をとり，「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．
（2）　本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.1gに対応する容量をとり，「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験(2)を準用する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl)約0.15gに対応する容量を正確に量り，水30mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)10mLを加え，ジエチルエーテル30mLずつで2回，20mLずつで3回抽出する．ジエチルエー

テル抽出液を合わせ，洗液がフェノールフタレイン試液で赤色を呈しなくなるまで水10mLずつで洗う．ジエチルエーテル抽出液を水浴上で濃縮して約20mLとし，無水硫酸ナトリウム5gを加えて20分間放置する．この液を脱脂綿を用いてろ過し，ジエチルエーテルで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを水浴上で留去する．残留物に非水滴定用アセトン50mL及び酢酸(100)5mLを加えて溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝17.77mg $C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl

貯法

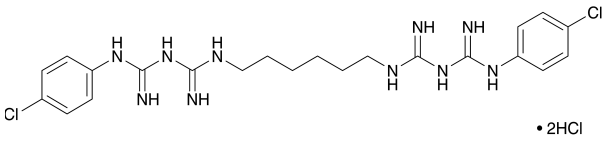
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

クロルヘキシジン塩酸塩

Chlorhexidine Hydrochloride

塩酸クロルヘキシジン



$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl：578.37

1,1′-Hexamethylenebis[5-(4-chlorophenyl)biguanide] dihydrochloride

[*3697-42-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルヘキシジン塩酸塩($C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸にやや溶けやすく，メタノール又は温メタノールに溶けにくく，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01gにメタノール5mLを加え，加温して溶かし，臭素試液1mL及び8mol/L水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品0.3gを6mol/L塩酸試液10mLに溶かし，氷冷し，かき混ぜながら8mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを徐々に加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水で洗い，薄めたエタノール(7→10)から再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は130～134℃である．

（3）　本品0.1gを希硝酸50mLに溶かした液は，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　4－クロロアニリン　本品0.10gをギ酸2mLに溶かし，直ちに1mol/L塩酸試液15mL及び水20mLを加え，亜硝酸ナトリウム試液0.3mLを加えて振り混ぜ，2分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液4mLを加え，1分間放置する．この液に*N,N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液5mLを加えて10分間放置し，エタノール(95)1mL及び水を加えて50mLとするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：4－クロロアニリン20mgを1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2.0mLにギ酸2mL，1mol/L塩酸試液15mL及び水20mLを加えて，以下同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，130℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ギ酸2.0mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.46mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロルヘキシジングルコン酸塩液

Chlorhexidine Gluconate Solution

グルコン酸クロルヘキシジン液

本品はクロルヘキシジンの二グルコン酸塩水溶液である．

本品は定量するとき，クロルヘキシジングルコン酸塩($C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・$2C_6H_{12}O_7$：897.76)19.0～21.0w/v%を含む．

性状　本品は無色～微黄色の澄明な液で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸(100)と混和する．本品1mLはエタノール(99.5)5mL以下又はアセトン3mL以下と混和するが，溶媒の量を増加するとき白濁する．

本品は光によって徐々に着色する．

比重　d_{20}^{20}：1.06～1.07

確認試験

（1）　本品0.05mLにメタノール5mLを加え，臭素試液1mL及び8mol/L水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品0.5mLに水10mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液0.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は沸騰するまで加熱

するとき，淡紫色を呈する．

（３）　本品10mLに水5mLを加え，氷冷し，かき混ぜながら水酸化ナトリウム試液5mLを徐々に加えるとき，白色の沈殿を生じる．この液をろ過し，残留物を水で洗い，薄めたエタノール(7→10)から再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は130～134℃である．

（４）　(3)のろ液を5mol/L塩酸試液を用いて中和した後，この液5mLに酢酸(100)0.65mL及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン1mLを加え，水浴上で30分間加熱し，冷後，ガラス棒で内壁をこするとき，結晶を析出する．結晶をろ取し，熱湯10mLに溶かし，活性炭少量を加えてろ過する．冷後，ガラス棒で内壁をこすり，析出した結晶をろ取し，乾燥するとき，その融点〈2.60〉は約195℃(分解)である．

ｐＨ〈2.54〉　本品5.0mLを水100mLに溶かした液のpHは5.5～7.0である．

純度試験　4－クロロアニリン　本品2.0mLに水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水20mL及び1mol/L塩酸試液5mLを加え，亜硝酸ナトリウム試液0.3mLを加えて振り混ぜ，2分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液4mLを加え，1分間放置する．次に*N,N*－ジエチル*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液5mLを加えて10分間放置し，エタノール1mL及び水を加えて50mLとするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：4－クロロアニリン0.020gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLに水20mL及び1mol/L塩酸試液5mLを加えて以下同様に操作する．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(2g，蒸発後)．

定量法　本品2mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を非水滴定用酢酸60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝22.44mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・$2C_6H_{12}O_7$

貯法

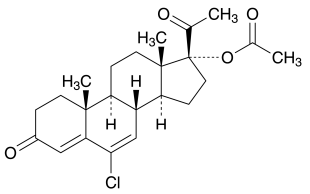
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

クロルマジノン酢酸エステル

Chlormadinone Acetate

酢酸クロルマジノン



$C_{23}H_{29}ClO_4$：404.93

6-Chloro-3,20-dioxopregna-4,6-dien-17-yl acetate

[*302-22-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルマジノン酢酸エステル($C_{23}H_{29}ClO_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液1mL及び水酸化カリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（２）　本品0.05gに水酸化カリウム・エタノール試液2mLを加え，水浴上で5分間煮沸する．冷後，薄めた硫酸(2→7)2mLを加え，1分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（３）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルマジノン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－10.0～－14.0°(乾燥後，0.2g，アセトニトリル，10mL，100mm)．

融点〈2.60〉　211～215℃

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品20mgをアセトニトリル10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロルマジノン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：236nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(13：7)

流量：クロルマジノン酢酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルマジノン酢酸エステルの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液10μLから

得たクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品8mg及びパラオキシ安息香酸ブチル2mgをアセトニトリル100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，クロルマジノン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びクロルマジノン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

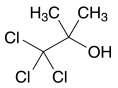
クロルマジノン酢酸エステル($C_{23}H_{29}ClO_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：クロルマジノン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

クロロブタノール

Chlorobutanol



$C_4H_7Cl_3O$：177.46
1,1,1-Trichloro-2-methylpropan-2-ol
[*57-15-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，クロロブタノール($C_4H_7Cl_3O$)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶で，カンフルようのにおいがある．

本品はメタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は空気中で徐々に揮散する．

融点：約76℃以上．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200)5mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加え，ヨウ素試液3mLを徐々に加えるとき，黄色の沈殿を生じ，ヨードホルムのにおいを発する．

（2）　本品0.1gに水酸化ナトリウム試液5mLを加えてよく振り混ぜ，アニリン3～4滴を加え，穏やかに加温するとき，フェニルイソシアニド(有毒)の不快なにおいを発する．

純度試験

（1）　酸　本品を粉末とし，その0.10gに水5mLを加えてよく振り混ぜるとき，液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希エタノール25mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLに希エタノール25mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.071%以下).

水分〈*2.48*〉　6.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.1gを精密に量り，200mLの三角フラスコに入れ，エタノール(95)10mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液10mLを加え，還流冷却器を付けて10分間煮沸する．冷後，希硝酸40mL及び正確に0.1mol/L硝酸銀液25mLを加え，よく振り混ぜ，ニトロベンゼン3mLを加え，沈殿が固まるまで激しく振り混ぜた後，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.915mg $C_4H_7Cl_3O$

貯法　容器　気密容器．

軽質無水ケイ酸

Light Anhydrous Silicic Acid

本品は定量するとき，換算した強熱物に対し，二酸化ケイ素(SiO_2：60.08)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯青白色の軽い微細な粉末で，におい及び味はなく，滑らかな触感がある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品はフッ化水素酸，熱水酸化カリウム試液又は熱水酸化ナトリウム試液に溶け，希塩酸に溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，煮沸して溶かし，塩化アンモニウム試液12mLを加えるとき，白色ゲル状の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸に溶けない．

（2）　(1)の沈殿にメチレンブルー溶液(1→10000)10mLを加え，次に水で洗うとき，沈殿は青色を呈する．

（3）　白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウムの融解球をつくり，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，煮沸して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸18mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.15mLに水酸化ナト

リウム試液20mL，希硝酸18mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下).

（２） 重金属〈1.07〉　本品0.5gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，煮沸して溶かし，冷後，酢酸(31)15mLを加えて振り混ぜた後，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は水酸化ナトリウム試液20mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，液の赤色が消えるまで酢酸(31)を加えた後，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下).

（３） 鉄〈1.10〉　本品0.040gに希塩酸10mLを加え，水浴中で10分間振り混ぜながら加熱する．冷後，L－酒石酸0.5gを加え，振り混ぜてL－酒石酸を溶かした後，以下第2法により検液を調製し，B法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(500ppm以下).

（４） アルミニウム　本品0.5gに水酸化ナトリウム試液40mLを加え，煮沸して溶かし，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて50mLとし，ろ過する．ろ液10mLを量り，酢酸(31)17mLを加えて振り混ぜ，アルミノン試液2mL及び水を加えて50mLとし，30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物0.176gを水に溶かし1000mLとする．この液15.5mLに水酸化ナトリウム試液10mL，酢酸(31)17mL，アルミノン試液2mL及び水を加えて50mLとする.

（５） カルシウム　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液30mLを加え，煮沸して溶かし，冷後，水20mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，液の赤色が消えるまで希硝酸を加え，直ちに希酢酸5mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて100mLとし，遠心分離又はろ過して澄明な液を得る．この液25mLにシュウ酸試液1mL及びエタノール(95)を加えて50mLとし，直ちに振り混ぜた後，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：180℃で4時間乾燥した炭酸カルシウム0.250gを希塩酸3mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液4mLに希酢酸5mL及び水を加えて100mLとする．この液25mLをとり，シュウ酸試液1mL及びエタノール(95)を加えて50mLとし，振り混ぜる.

（６） ヒ素〈1.11〉　本品0.40gを磁製るつぼにとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加え，煮沸して溶かし，冷後，水5mL及び希塩酸5mLを加えて振り混ぜ，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　7.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱減量〈2.43〉　12.0%以下(1g，850～900℃，恒量).

容積試験　本品5.0gを量り，200mLのメスシリンダーに徐々に入れて静置するとき，その容積は70mL以上である.

定量法　本品約1gを精密に量り，塩酸20mLを加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物を更に塩酸で潤して蒸発乾固した後，110～120℃で2時間加熱する．冷後，希塩酸5mLを加え，加熱した後，室温に放冷し，熱湯20～25mLを加えて速やかにろ過し，洗液が塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈しなくなるまで温湯で洗い，残留物をろ紙と共に白金るつぼに入れ，強熱して灰化し，更に30分間強熱し，冷後，質量を量りa(g)とする．次に残留物を水で潤し，フッ化水素酸6mL及び硫酸3滴を加え，蒸発乾固した後，5分間強熱し，冷後，質量を量りb(g)とする.

二酸化ケイ素(SiO_2)の量(g)＝$a-b$

貯法　容器　気密容器.

合成ケイ酸アルミニウム

Synthetic Aluminum Silicate

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→5)20mLを加えて加熱するとき，わずかに不溶分を残して溶ける.

確認試験

（１） 本品0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水20mLを加えてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

（２） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球を作り，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる.

純度試験

（１） 液性　本品1.0gに水20mLを加えて振り混ぜ，遠心分離して得た上澄液は中性である.

（２） 塩化物〈1.03〉　本品5.0gに水100mLを加え，15分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，遠心分離する．上澄液10mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（３） 硫酸塩〈1.14〉　(2)の上澄液2.0mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下).

（４） 重金属〈1.07〉　本品3.0gに水50mL及び塩酸5mLを加え，20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで2回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水(28)を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.45gを加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物0.45g，希酢酸6mL及び水を加えて150mLとする．この液50mLをとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g，酢酸ナトリウム三水和物0.15g，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下).

（５） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gに希塩酸10mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸5mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水10mLを加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　20.0%以下(1g，105℃，3時間).

制酸力〈6.04〉　本品約1gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1mol/L塩酸200mLを正確に加え，密栓し37±2℃で1時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液50mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまでよくかき混ぜながら滴定〈2.50〉する．本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は50.0mL以上である．

貯法　容器　密閉容器.

天然ケイ酸アルミニウム

Natural Aluminum Silicate

性状　本品は白色又はわずかに着色した粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→5)20mLを加えて加熱するとき，一部分は分解して溶けるが，大部分は不溶である．

確認試験

（1）　本品0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水20mLを加えてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2）　白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球を作り，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1）　液性　本品5.0gに水100mLを加えて振り混ぜ，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品5.0gに水100mLを加え，15分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，遠心分離する．上澄液10mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　(6)の残留物に希塩酸3mLを加え，水浴上で10分間加熱した後，水を加えて50mLとし，ろ過する．ろ液2.0mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下).

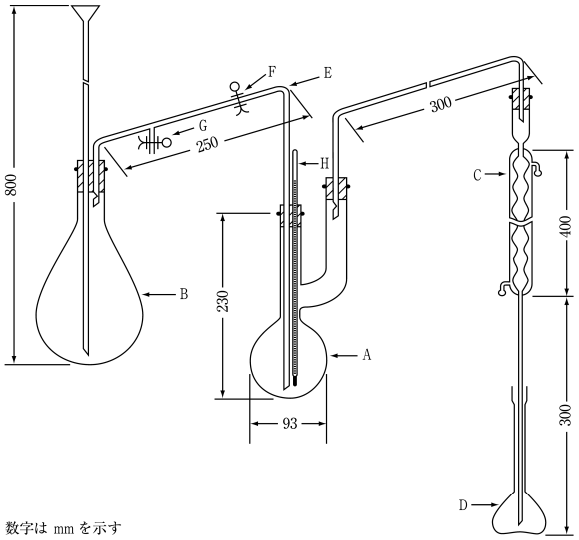
（4）　重金属〈1.07〉　本品1.5gに水50mL及び塩酸5mLを加え，20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで2回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水(28)を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.45gを加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物0.45g，希酢酸6mL及び水を加えて150mLとする．この液50mLをとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g，酢酸ナトリウム三水和物0.15g，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下).

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gに希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸5mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水10mLを加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（6）　可溶性塩　(1)の上澄液50mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物を700℃で2時間強熱するとき，その量は40mg以下である．

（7）　フッ化物

（i）　装置　図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合せにしてもよい．



数字は mm を示す

A：容量約300mLの蒸留フラスコ
B：容量約100mLの水蒸気発生器
　突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器　容量200mLのメスフラスコ
E：内径約8mmの水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

（ii）　操作法　本品5.0gをとり，水20mLを用いて蒸留フラスコAに洗い込み，ガラスウール約1g及び薄めた精製硫酸(1→2)50mLを加える．Aをあらかじめ水蒸気導入管Eに水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器Dには，0.01mol/L水酸化ナトリウム液10mL及び水10mLを入れ，冷却器Cの下端をこの液に浸す．Aを徐々に加熱して液の温度が130℃になったとき，ゴム管Fを開いてゴム管Gを閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器Bから水蒸気を通じる．同時にA中の液の温度を135～145℃に保つようにAを加熱する．蒸留速度は1分間約10mLとする．留液が約170mLになったとき，蒸留を止め，Cを少量の水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に200mLとし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．次式により試験液中のフッ素(F)の量を求めるとき，0.01%以下である．

試験液中のフッ素(F：19.00)の量(mg)

$= \text{標準液5mL中のフッ素の量(mg)} \times A_T / A_S \times 200 / V$

乾燥減量〈2.41〉　20.0%以下(1g，105℃，3時間).

吸着力　本品0.10gにメチレンブルー溶液(3→2000)20mLを加えて15分間振り混ぜ，更に37±2℃で5時間放置した後，遠心分離する．上澄液1.0mLに水を加えて200mLとし，その50mLをネスラー管に入れ，白色の背景を用いて側方又は上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：メチレンブルー溶液(3→2000)1.0mLに水を加えて400mLとし，この液50mLを用いる．

貯法　容器　密閉容器.

ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

本品は定量するとき，二酸化ケイ素(SiO_2：60.08)45.0%以上及び酸化マグネシウム(MgO：40.30)20.0%以上を含み，二酸化ケイ素と酸化マグネシウムとのパーセント(%)の比は2.2～2.5である．

性状　本品は白色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.5gに希塩酸10mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はマグネシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2）　白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球をつくり，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1）　可溶性塩　本品10.0gに水150mLを加え，水浴上で60分間振り混ぜ，冷後，水を加えて150mLとし，遠心分離して得た澄明な液75mLをとり，これに水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液25mLを水浴上で蒸発乾固し，更に700℃で2時間強熱するとき，その量は0.02g以下である．

（2）　アルカリ　(1)の試料溶液20mLにフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L塩酸1.0mLを加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物〈1.03〉　(1)の試料溶液10mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.75mLを加える(0.053%以下).

（4）　硫酸塩〈1.14〉　(1)の残留物に希塩酸3mLを加え，水浴上で10分間加熱した後，水30mLを加えてろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．この液4mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下).

（5）　重金属〈1.07〉　本品1.0gに水20mL及び塩酸3mLを加え，2分間煮沸した後，ろ過し，水5mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mLを加え，加温して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下).

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gに希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸5mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水10mLを加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(5ppm以下).

強熱減量〈2.43〉　34%以下(0.5g，850℃，3時間).

制酸力〈6.04〉　本品約0.2gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，正確に0.1mol/L塩酸30mL及び水20mLを加え，37±2℃で1時間振り混ぜ，冷後，上澄液25mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈2.50〉する．

本品の強熱減量における残留物に換算するとき，その1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は140～160mLである．

定量法

（1）　二酸化ケイ素　本品約0.7gを精密に量り，0.5mol/L硫酸試液10mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水25mLを加え，水浴上で時々かき混ぜながら，15分間加熱する．上澄液を定量分析用ろ紙を用いてろ過し，残留物に熱湯25mLを加えてかき混ぜ，上澄液を傾斜してろ紙上に移してろ過する．更に残留物は同様に熱湯25mLずつで2回洗った後，残留物をろ紙上に移し，洗液が硫酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈しなくなるまで熱湯で洗い，残留物をろ紙と共に白金るつぼに入れ，強熱して灰化し，更に775～825℃で30分間強熱し，冷後質量を量り，a(g)とする．次に残留物を水で潤し，フッ化水素酸6mL及び硫酸3滴を加え，蒸発乾固した後，5分間強熱し，冷後質量を量り，b(g)とする．

二酸化ケイ素(SiO_2)の含量(%)＝$(a-b)/M \times 100$

M：本品の秤取量(g)

（2）　酸化マグネシウム　本品約0.3gを50mLの三角フラスコに精密に量り，0.5mol/L硫酸試液10mLを加え，水浴上で15分間加熱する．冷後，100mLのメスフラスコに移し，三角フラスコは水で洗い，洗液及び水を加えて100mLとする．この液をろ過し，ろ液50mLを正確に量り，水50mL及び薄めた2,2′,2″－ニトリロトリエタノール(1→2)5mLを加えてよく振り混ぜる．これにアンモニア試液2.0mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mLを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g).

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝2.015mg MgO

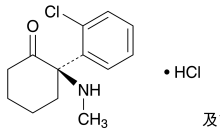
（3）　二酸化ケイ素(SiO_2)と酸化マグネシウム(MgO)とのパーセント(%)の比　定量法(1)及び(2)の数値から求める．

貯法　容器　密閉容器.

ケタミン塩酸塩

Ketamine Hydrochloride

塩酸ケタミン



$C_{13}H_{16}ClNO$・HCl：274.19

(2*RS*)-2-(2-Chlorophenyl)-2-(methylamino)cyclohexanone monohydrochloride

[*1867-66-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ケタミン塩酸塩($C_{13}H_{16}ClNO$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

融点：約258℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→3000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(269nm)：22.0～24.5(乾燥後，30mg，0.1mol/L塩酸試液，100mL)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.5gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／イソプロピルアミン混液(49：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，乾燥した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

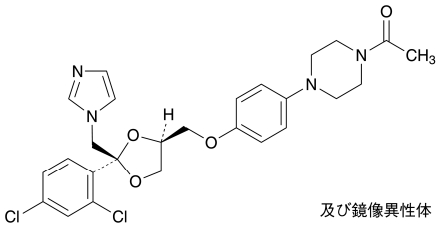
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，ギ酸1mLに溶かした後，無水酢酸／酢酸(100)混液(6：1)70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.42mg $C_{13}H_{16}ClNO$・HCl

貯法　容器　気密容器．

ケトコナゾール

Ketoconazole



$C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$：531.43

1-Acetyl-4-(4-{[(2*RS*,4*SR*)-2-(2,4-dichlorophenyl)-2-(1*H*-imidazol-1-ylmethyl)-1,3-dioxolan-4-yl]methoxy}phenyl)piperazine

[*65277-42-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　148～152℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以

下).

（２）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のケトコナゾール以外のピークの面積は，標準溶液のケトコナゾールのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のケトコナゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のケトコナゾールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

移動相B：硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(17→5000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	5 → 50	95 → 50
10 ～ 15	50	50

流量：毎分2.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後15分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たケトコナゾールのピーク面積が，標準溶液のケトコナゾールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ケトコナゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ケトコナゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

（３）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，2－ブタノン／酢酸(100)混液(7：1)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.57mg $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ケトコナゾール液

Ketoconazole Solution

ケトコナゾール外用液

本品は外用の液剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$：531.43)を含む．

製法　本品は「ケトコナゾール」をとり，外用液剤の製法により製する．

性状　本品は澄明な液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ケトコナゾール」10mgに対応する量をとり，メタノールを加えて10mLとし，試料溶液とする．別にケトコナゾール10mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール／水／アンモニア水(28)混液(40：40：30：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ　別に規定する．

定量法　本品のケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)約10mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノール15mLを加える．この液1mLをとり，メタノールを加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ケトコナゾールを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとする．この液1mLをとり，メタノールを加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：定量用ケトコナゾールの秤取量(mg)

内標準溶液　ビホナゾールのメタノール溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ジイソプロピルアミンのメタノール溶液(1→500)／酢酸アンモニウム溶液(1→200)／酢酸(100)混液(1800：600：1)

流量：ケトコナゾールの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で

操作するとき，ケトコナゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ケトコナゾールクリーム

Ketoconazole Cream

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$：531.43)を含む.

製法 本品は「ケトコナゾール」をとり，クリーム剤の製法により製する.

確認試験 本品の表示量に従い「ケトコナゾール」0.1gに対応する量をとり，2－プロパノール20mLを加えて20分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にケトコナゾール25mgを2－プロパノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール／水／アンモニア水(28)混液(40：40：25：2：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

定量法 本品のケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)約25mgに対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ケトコナゾールを105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ケトコナゾールの秤取量(mg)

内標準溶液 キサントンのメタノール溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(1→200)に酢酸(100)を加えてpH5.0に調整する．この液250mLにメタノール750mLを加える.

流量：ケトコナゾールの保持時間が約8分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ケトコナゾールの順に溶出し，その分離度は5以上である.

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

貯法 容器 気密容器.

ケトコナゾールローション

Ketoconazole Lotion

本品は乳剤性のローション剤である.

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$：531.43)を含む.

製法 本品は「ケトコナゾール」をとり，ローション剤の製法により製する.

性状 本品は白色の乳濁液である.

確認試験 本品をよく振り混ぜ，表示量に従い「ケトコナゾール」0.1gに対応する量をとり，2－プロパノール20mLを加えて20分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にケトコナゾール25mgを2－プロパノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール／水／アンモニア水(28)混液(40：40：25：2：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

定量法 本品をよく振り混ぜ，ケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)約25mgに対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ケトコナゾールを105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ケトコナゾール($C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ケトコナゾールの秤取量(mg)

内標準溶液 キサントンのメタノール溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(1→200)に酢酸(100)を加えてpH5.0に調整する．この液250mLにメタノール750mLを加える．

流量：ケトコナゾールの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ケトコナゾールの順に溶出し，その分離度は5以上である．

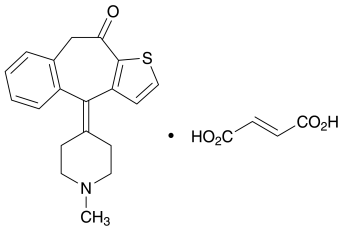
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ケトチフェンフマル酸塩

Ketotifen Fumarate

フマル酸ケトチフェン



$C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$：425.50

4-(1-Methylpiperidin-4-ylidene)-4*H*-benzo[4,5]cyclohepta[1,2-*b*]thiophen-10(9*H*)-one monofumarate

[*34580-14-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトチフェンフマル酸塩($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けにくく，水，エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい．

融点：約190℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.03gをとり，水20mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.6gをるつぼにとり，炭酸ナトリウム試液2.5mLに溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約500℃に強熱する．残留物を水15mLに溶かし，必要ならばろ過し，薄めた硝酸(3→10)を加えて中性とし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに炭酸ナトリウム試液2.5mL，中性とするのに要した量の薄めた硝酸(3→10)，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.015%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをアンモニア試液のメタノール溶液(1→100)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アンモニア試液のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に25mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，アンモニア試液のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(90：10：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，更に過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは4個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

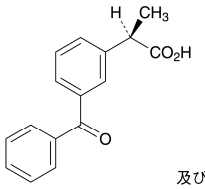
定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝42.55mg $C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器．

ケトプロフェン

Ketoprofen



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{14}O_3$：254.28

(2*RS*)-2-(3-Benzoylphenyl)propanoic acid

[*22071-15-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)99.0～100.5%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は旋光性を示さない.

本品は光によって微黄色になる.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈*2.60*〉　94～97℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをアセトン10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.6mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mLの混液に薄めた希塩酸(1→10)を加えて10mLとした液5.0mLをとり，薄めた希塩酸(1→10)を加えて100mLとする.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本操作はできるだけ光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たケトプロフェンに対する相対保持時間約1.5及び約0.3のピーク面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の4.5倍及び2倍より大きくない．また，試料溶液から得たケトプロフェン，相対保持時間約1.5及び約0.3以外のピークの面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積より大きくなく，それらの合計面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：233nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム68.0gを水に溶かし1000mLとした液にリン酸を加えてpH3.5に調整する．この液20mLにアセトニトリル430mL及び水550mLを加える.

流量：ケトプロフェンの保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：ケトプロフェンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たケトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のケトプロフェンのピーク面積の9～11%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ケトプロフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ケトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，60℃，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，エタノール(95)25mLに溶かし，水25mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝25.43mg $C_{16}H_{14}O_3$

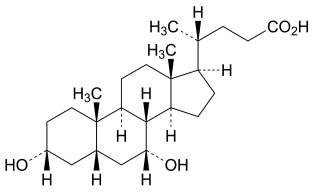
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ケノデオキシコール酸

Chenodeoxycholic Acid



$C_{24}H_{40}O_4$：392.57

3α,7α-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid

[*474-25-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ケノデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶，結晶性の粉末又は粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋11.0～＋13.0°(乾燥後，0.4g，エタノール(99.5)，20mL，100mm).

融点〈*2.60*〉　164～169℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.36gをメタノール30mLに溶かし，希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLにメタノール30mL，希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする(0.1%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　バリウム　本品2.0gに水100mLを加え，2分間煮沸する．この液に塩酸2mLを加えて2分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が100mLになるまで水で洗う．この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない.

（4）　類縁物質　本品0.20gをアセトン／水混液(9：1)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸10mgをアセトン／水混液(9：1)に溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトン／水混液(9：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．別にウルソデオキシコール酸10mgをアセトン／水混液(9：1)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．別に薄層クロマトグラフィー用コール酸10mgをアセトン／水混液(9：1)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液(3)とする．更に試料溶液1mLを正確に量り，アセトン／水混液(9：1)を加えて正確に20mLとする．この液0.5mL，1mL，2mL，3mL及び5mLずつを正確に量り，それぞれにアセトン／水混液(9：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液A，標準溶液B，標準溶液C，標準溶液D及び標準溶液Eとする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，及び標準溶液A，標準溶液B，標準溶液C，標準溶液D及び標準溶液E 5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に4－メチル－2－ペンタノン／トルエン／ギ酸混液(16：6：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾し，更に120℃で30分間乾燥する．直ちに，これにリンモリブデン酸*n*水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を均等に噴霧した後，120℃で2～3分間加熱するとき，標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)のスポットより濃くない．標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)のスポットより濃くない．標準溶液(3)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(3)のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液A，標準溶液B，標準溶液C，標準溶液D及び標準溶液Eから得たスポットと比較するとき，標準溶液Eから得たスポットより濃くなく，その総量は1.5%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

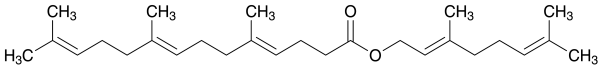
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)40mL及び水20mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝39.26mg $C_{24}H_{40}O_4$

貯法　容器　気密容器.

ゲファルナート

Gefarnate



$C_{27}H_{44}O_2$：400.64

(2*E*)-3,7-Dimethylocta-2,6-dienyl (4*E*,8*E*)-5,9,13-trimethyltetradeca-4,8,12-trienoate

[*51-77-4*，4*E*体]

本品は4位幾何異性体の混合物である.

本品は定量するとき，ゲファルナート($C_{27}H_{44}O_2$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は淡黄色～黄色の澄明な油状の液である.

本品はアセトニトリル，エタノール(99.5)又はシクロヘキサンと混和する.

本品は水にほとんど溶けない.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はゲファルナート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.906～0.914

純度試験

（1）　酸　本品1.0gに中和エタノール30mLを加えた後，フェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品のアセトニトリル溶液(1→500)を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゲファルナート以外のピークの面積は，標準溶液のゲファルナートのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のゲファルナート以外のピークの合計面積は，標準溶液のゲファルナートのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゲファルナートの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液2μLから得

たゲファルナートのピーク面積が，標準溶液のゲファルナートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゲファルナートのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，0.9～1.2である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゲファルナートのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

異性体比　本品1mLにエタノール(99.5)100mLを加え，試料溶液とする．試料溶液4μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，保持時間37分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$は0.2～0.3である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ160cmのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mをシラン処理した149～177μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ゲファルナートの2つのピークのうち，先に流出するピークの保持時間が約35分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液4μLにつき，上記の条件で操作するとき，2つのピークの分離度は1.0以上である．

システムの再現性：試料溶液4μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，2つのピークのうち，先に流出するピークのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品及びゲファルナート標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，アセトニトリル20mLを加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するゲファルナートのピーク面積の比Q_T及びQ_S求める．

ゲファルナート($C_{27}H_{44}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T/Q_S$

M_S：ゲファルナート標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　リン酸トリス(4－*t*－ブチルフェニル)のアセトニトリル溶液(1→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水／リン酸混液(700：300：1)

流量：ゲファルナートの保持時間が約19分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ゲファルナートの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するゲファルナートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

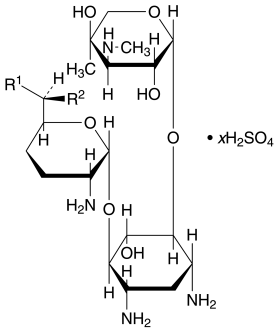
保存条件　遮光し，空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器．

ゲンタマイシン硫酸塩

Gentamicin Sulfate

硫酸ゲンタマイシン



ゲンタマイシンC_1硫酸塩　：　$R^1 = CH_3$　$R^2 = NHCH_3$

ゲンタマイシンC_2硫酸塩　：　$R^1 = CH_3$　$R^2 = NH_2$

ゲンタマイシンC_{1a}硫酸塩　：　$R^1 = H$　$R^2 = NH_2$

ゲンタマイシンC_1硫酸塩　(6*R*)-2-Amino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methylamino-6-methyl-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

ゲンタマイシンC_2硫酸塩　(6*R*)-2,6-Diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methyl-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

ゲンタマイシンC_{1a}硫酸塩　2,6-Diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*1405-41-0*，ゲンタマイシン硫酸塩]

本品は，*Micromonospora purpurea*又は*Micromonospora*

*echinospora*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり590～775μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ゲンタマイシンC_1($C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品50mgを水1mLに溶かし，1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→500)2滴を加える．この液を硫酸1mLの上に静かに層積するとき，境界面は青紫色を呈する．

（2）　本品及びゲンタマイシン硫酸塩標準品50mgずつを水10mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム／アンモニア水(28)／メタノール混液(2：1：1)を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で1時間以上放置する．この液の下層20mLをとり，メタノール0.5mLを加えて展開溶媒とし，約20mm^{2}の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約17cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た3個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットの色調及びR_f値と等しい．

（3）　本品50mgを水5mLに溶かし，塩化バリウム試液0.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋107～＋121°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水5mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

成分含量比　本品50mgを水に溶かして10mLとし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム／アンモニア水(28)／メタノール混液(2：1：1)を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で1時間以上放置する．この液の下層20mLをとり，メタノール0.5mLを加えて展開溶媒とし，約20mm^{2}の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約17cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置する．呈色後，薄層板をガラス板で覆い，デンシトメーター(測定波長450nm)を用いてゲンタマイシンC_1(R_f値約0.3)の吸光度の積分値A_a，ゲンタマイシンC_2(R_f値約0.2)の吸光度の積分値A_b及びゲンタマイシンC_{1a}(R_f値約0.1)の吸光度の積分値A_cを測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，ゲンタマイシンC_1は25～55%，ゲンタマイシンC_2は25～50%，及びゲンタマイシンC_{1a}は5～30%である．

ゲンタマイシンC_1の量(%)$=A_a/(A_a+1.35A_b+A_c)\times 100$

ゲンタマイシンC_2の量(%)

$=1.35A_b/(A_a+1.35A_b+A_c)\times 100$

ゲンタマイシンC_{1a}の量(%)$=A_c/(A_a+1.35A_b+A_c)\times 100$

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム／アンモニア水(28)／メタノール混液(2：1：1)を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で1時間以上放置する．この液の下層20mLをとり，メタノール0.5mLを加えて展開溶媒とし，約20mm^{2}の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約17cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置する．呈色後，ガラス板で薄層板を覆い，スポットを比較するとき，試料溶液から得たゲンタマイシンC_1(R_f値約0.3)，ゲンタマイシンC_2(R_f値約0.2)及びゲンタマイシンC_{1a}(R_f値約0.1)のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たゲンタマイシンC_2のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　18.0%以下(0.15g，減圧・0.67kPa以下，110℃，3時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う)．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228を用いる．

（ii）　基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地　ブドウ糖1.0g，ペプトン6.0g，肉エキス1.5g，酵母エキス3.0g，塩化ナトリウム10.0g，カンテン15.0g及び水1000mLを混和し，滅菌する．滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

（iii）　試験菌移植用カンテン培地　培地(2)の2)のⅱを用いる．

（iv）　標準溶液　ゲンタマイシン硫酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとし，標準原液とする．標準原液は15℃以下に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v）　試料溶液　本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ゲンタマイシン硫酸塩点眼液

Gentamicin Sulfate Ophthalmic Solution

硫酸ゲンタマイシン点眼液

本品は水性の点眼剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するゲンタマイシンC_1($C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60)としての量を含む．

製法　本品は「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，点眼剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」10mg(力価)に対応する容量をとり，水を加えて5mLとし，試料溶液とする．別にゲンタマイシン硫酸塩標準品10mg(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム2容量にアンモニア水(28)1容量及びメタノール1容量を加えて振り混ぜ，下層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た3個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれのスポットと色調及びR_f値が等しい．

ｐＨ〈2.54〉　5.5～7.5

不溶性異物〈6.11〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.08〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ)　試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

(ⅱ)　試料溶液　本品の「ゲンタマイシン硫酸塩」約12mg(力価)に対応する容量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に約1mg(力価)を含む液を調製する．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

容器　気密容器．

有効期間　製造後24箇月．

硬化油

Hydrogenated Oil

本品は魚油又は他の動物性若しくは植物性の脂肪油に水素を添加して得た脂肪である．

性状　本品は白色の塊又は粉末で，特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．ただし，ヒマシ油に水素を添加して得たものはジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

酸価〈1.13〉　2.0以下．

純度試験

（１）　水分及び着色度　本品5.0gを水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水を分離析出しない．また，この液を10mmの層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（２）　アルカリ　本品2.0gに水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．

（３）　塩化物　本品1.5gにエタノール(95)30mLを加え，還流冷却器を付け，10分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液20mLに硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸1.0mLにエタノール(95)を加えて20mLとし，硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加える．

（４）　重金属　本品2.0gに希塩酸5mL及び水10mLを加え，水浴上で時々振り混ぜながら5分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液5mLにアンモニア試液を加えてわずかにアルカリ性とし，硫化ナトリウム試液3滴を加えるとき，液は変化しない．

（５）　ニッケル　本品5.0gを石英又は磁製のるつぼに量り，初めは注意して弱く加熱し，炭化した後，強熱して灰化する(500±20℃)．冷後，塩酸1mLを加え水浴上で蒸発乾固し，残留物を希塩酸3mLに溶かした後，水7mLを加える．次に臭素試液1mL及びクエン酸一水和物溶液(1→5)1mLを加えた後，アンモニア試液5mLを加えてアルカリ性とし，流水中で冷却する．この液にジメチルグリオキシム試液1mLを加え，更に水を加えて20mLとし検液とする．検液を5分間放置するとき，その液の呈する色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩酸1mLを水浴上で蒸発乾固した後，ニッケル標準液1mL及び希塩酸3mLを加え，更に水6mLを加える．以下検液の調製法と同様に操作し，水を加えて20mLとした後，5分間放置する．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(5g)．

貯法　容器　密閉容器．

乾燥甲状腺

Dried Thyroid

本品は食用獣の新鮮な甲状腺をとり，結締組織及び脂肪を除き，すりつぶし，50℃以下で速やかに乾燥した後，粉末としたもの，又はこれに適当な賦形剤を加えたものである．

本品は定量するとき，甲状腺に特異な有機性化合体としてのヨウ素(I：126.90)0.30～0.35%を含む．

性状　本品は淡黄色～灰褐色の粉末で，わずかに特異な肉臭がある．

確認試験　本品を薄めたホルムアルデヒド液(1→10)で固定し，

ヘマトキシリン試液で10～30分間染色し，水で洗った後，塩酸1mL及び薄めたエタノール(7→10)99mLの混液中で5～10秒間弁色し，再び約1時間水で洗う．更にエオシンY溶液(1→100)で1～5分間染色し，水で洗った後，薄めたエタノール(7→10)で5～10秒間，薄めたエタノール(4→5)で5～10秒間，薄めたエタノール(9→10)で1～2分間，エタノール(95)で1～5分間更にエタノール(99.5)で1～5分間の順に脱水弁色する．キシレンで透徹し，バルサムで封じて鏡検するとき，甲状腺に特異なろ胞を構成する上皮細胞の核を認める．

純度試験

（1）　無機ヨウ化物　本品1.0gに硫酸亜鉛飽和溶液10mLを加え，5分間振り混ぜてろ過し，ろ液5mLによく振り混ぜながらデンプン試液0.5mL，亜硝酸ナトリウム試液4滴及び希硫酸4滴を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2）　脂肪　本品1.0gをソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテルで2時間抽出する．ジエチルエーテル抽出液からジエチルエーテルを留去し，残留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は30mg以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1g，105℃，恒量).

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下(0.5g).

定量法　本品約1gを精密に量り，るつぼに入れ，炭酸カリウム7gを加えてよく混ぜ，るつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし，その上部に更に炭酸カリウム10gを加え，再びたたいて密にする．これを600～700℃に加熱したマッフル炉中に入れ，その温度で25分間強熱し，冷後，水20mLを加え，穏やかに煮沸した後，フラスコにろ過する．残留物に水20mLを加えて煮沸し，前のフラスコにろ過し，次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が200mLとなるまで熱湯で洗い込む．この液に新たに製した臭素試液7mL及び薄めたリン酸(1→2)40mLを徐々に加えた後，発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し，フラスコの内壁を水で洗い，更に5分間煮沸を続ける．煮沸時にはしばしば水を補い，液が少なくとも200mLに保つようにする．冷後，フェノール溶液(1→20)5mLを加え，再びフラスコの内壁を水で洗い込み，5分間放置した後，これに薄めたリン酸(1→2)2mL及びヨウ化カリウム試液5mLを加え，直ちに遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝0.2115mg I

貯法　容器　気密容器.

乾燥酵母

Dried Yeast

本品は*Saccharomyces*に属する酵母の菌体を乾燥して粉末としたものである．

本品は定量するとき，その1g中にたん白質400mg以上及びチアミン[チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl：337.27)として]100μg以上を含む．

性状　本品は淡黄白色～褐色の粉末で，特異なにおい及び味がある．

確認試験　本品は鏡検〈*5.01*〉するとき，長径約6～12μmの円形又は卵形の単細胞からなる．

純度試験

（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

（2）　でんぷん　本品にヨウ素試液を加え，これを鏡検〈*5.01*〉するとき，黒紫色に染まる粒子を認めないか，又は認めてもわずかである．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0%以下(1g，100℃，8時間).

灰分〈*5.01*〉　9.0%以下(1g).

定量法

（1）　たん白質　本品約50mgを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

本品1g中のたん白質の量(mg)＝$N \times 6.25 \times 1/M$

N：窒素(N)の量(mg)
M：本品の秤取量(g)

（2）　チアミン　本品約1gを精密に量り，希塩酸1mL及び水80mLを加え，80～85℃の水浴中でしばしば振り混ぜながら30分間加熱し，冷後，水を加えて正確に100mLとし，10分間遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，酢酸・酢酸ナトリウム試液5mL及び酵素試液1mLを正確に加え，45～50℃で3時間放置する．この液2mLを正確に量り，カラム(40～110μmの弱酸性CM－架橋セルロース陽イオン交換体(H型)2.5mLを内径約1cm，高さ約17cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，1分間に約0.5mLの速度で流出する．次に少量の水でクロマトグラフィー管の内壁を洗い，更に水10mLで1分間に約1mLの速度でカラムを洗う．この操作を2回繰り返す．次に薄めたリン酸(1→50)2.5mLずつを用いて1分間に約0.5mLの速度で2回溶出し，溶出液を集める．溶出液に内標準溶液1mLを正確に加え，更に1－オクタンスルホン酸ナトリウム0.01gを加えて溶かし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約15mgを精密に量り，0.001mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，更に移動相3mLを加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液200μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1g中のチアミンの量(μg)＝$M_S/M_T \times Q_T/Q_S \times 12.5$

M_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　フェナセチン0.01gをアセトニトリルに溶かし，100mLとする．この液1mLに薄めたアセトニトリル(1→5)を加えて100mLとする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～30cmのステンレス管に

5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.7gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する．この液800mLに1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.6gを溶かし，アセトニトリル200mLを加える．

流量：チアミンの保持時間が約8分になるように調整する．

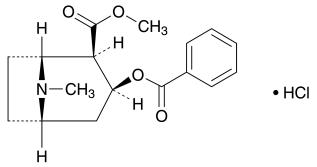
カラムの選定：標準溶液200μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が8以上のものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

コカイン塩酸塩

Cocaine Hydrochloride

塩酸コカイン



$C_{17}H_{21}NO_4$・HCl：339.81

(1*R*,2*R*,3*S*,5*S*)-2-Methoxycarbonyl-8-methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl benzoate monohydrochloride

[*53-21-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，コカイン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_4$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.25*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－70～－73°(乾燥後，0.5g，水，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　酸　本品0.5gを水10mLに溶かし，メチルレッド試液1滴を加え，0.01mol/L水酸化ナトリウム液で中和するとき，その消費量は1.0mL以下である．

（2）　シンナミルコカイン　本品0.10gを水5mLに溶かし，薄めた硫酸(1→20)0.3mL及び0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（3）　イソアトロピルコカイン　本品0.10gをビーカーにとり，水30mLに溶かし，この液5mLを試験管に分取し，先のビーカーには水30mLを追加し，試験管にはアンモニア試液1滴を加えて振り混ぜ，沈殿が凝結したとき，水10mLを加えて先のビーカーに入れ，試験管を水10mLで洗い，洗液はビーカーに合わせ，アンモニア試液3滴を加え，穏やかに振り混ぜるとき，結晶性の沈殿を生じ，次に1時間放置するとき，上層液は澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.98mg $C_{17}H_{21}NO_4$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

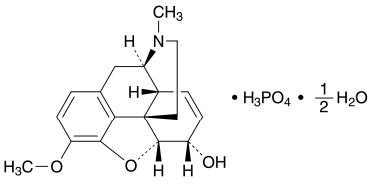
容器　気密容器．

コデインリン酸塩水和物

Codeine Phosphate Hydrate

コデインリン酸塩

リン酸コデイン



$C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$：406.37

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-6-ol monophosphate hemihydrate

[*41444-62-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，コデインリン酸塩($C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4：397.36)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を105℃で4時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→20)はリン酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－98～－102°(脱水物に換算したもの0.4g，水，20mL，100mm).

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下).

（3）　類縁物質　本品0.20gを0.01mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(4：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(4：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／トルエン／アセトン／アンモニア水(28)混液(14：14：7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　1.5～3.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.74mg $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

コデインリン酸塩散1%

1% Codeine Phosphate Powder

リン酸コデイン散1%

本品は定量するとき，コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$：406.37)0.90～1.10%を含む．

製法

コデインリン酸塩水和物	10g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液(1→100)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長283～287nmに吸収の極大を示す．

定量法　本品約5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.023$

M_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．

流量：コデインの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

コデインリン酸塩散10%

10% Codeine Phosphate Powder

リン酸コデイン散10%

本品は定量するとき，コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$：406.37)9.3～10.7%を含む.

製法

コデインリン酸塩水和物	100g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する.

確認試験　本品の水溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長283～287nmに吸収の極大を示す.

定量法　本品約2.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.023$

M_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する.

流量：コデインの保持時間が約10分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

コデインリン酸塩錠

Codeine Phosphate Tablets

リン酸コデイン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するコデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$：406.37)を含む.

製法　本品は「コデインリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「コデインリン酸塩水和物」0.1gに対応する量をとり，水20mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液2mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長283～287nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水3V／25 mLを加えて崩壊させた後，薄めた希硫酸(1→20)2V／25 mLを加えて，10分間超音波処理する．これに内標準溶液2V／25 mLを正確に加え，1mL中にコデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)約0.2mgを含む液となるように水を加えて$V$ mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，水を加えて25mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する.

コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250 \times 1.023$

M_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→2000)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にコデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のコデインのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18 \times 1.023$

M_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量(mg)

C：1錠中のコデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，コデインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，コデインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$)約0.1gに対応する量を精密に量り，水30mLを加えて振り混ぜた後，薄めた希硫酸(1→20)20mLを加えて，10分間超音波を照射し，水を加えて正確に100mLとする．この液をろ過し，ろ液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 \times 1.023$

M_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．

流量：コデインの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

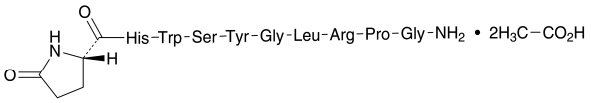
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ゴナドレリン酢酸塩

Gonadorelin Acetate

酢酸ゴナドレリン



$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$・$2C_2H_4O_2$：1302.39

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-tryptophyl-L-seryl-L-tyrosyl-glycyl-L-leucyl-L-arginyl-L-prolyl-glycinamide diacetate

[*34973-08-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ゴナドレリン酢酸塩($C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$・$2C_2H_4O_2$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はゴナドレリン酢酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品20mgをエタノール(99.5)0.5mLに溶かし，硫酸1mLを加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－53.0～－57.0°(脱水物に換算したもの0.1g，薄めた酢酸(100)(1→100)，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.8～5.8である．

構成アミノ酸　本品10mgを加水分解用試験管にとり，塩酸0.5mL及びメルカプト酢酸溶液(2→25)0.5mLを加えて溶かし，試験管の上部を融封し，110℃で5時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液をビーカーに移し，水浴上で蒸発乾固す

る．残留物に0.02mol/L塩酸試液100mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に105℃で3時間乾燥したL－セリン0.105g，L－グルタミン酸0.147g，L－プロリン0.115g，グリシン75mg，L－ロイシン0.131g，L－チロジン0.181g，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物0.210g，L－トリプトファン0.204g及び塩酸L－アルギニン0.211gを正確に量り，1mol/L塩酸試液50mLを加えて溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには構成する9種のアミノ酸のピークを認める．また，それぞれの構成するアミノ酸のアルギニンに対するモル比を求めるとき，セリン及びトリプトファンは0.7～1.0，プロリンは0.8～1.2，グルタミン酸，ロイシン，チロジン及びヒスチジンは0.9～1.1並びにグリシンは1.8～2.2である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：440nm(プロリン)及び570nm(プロリン以外のアミノ酸))

カラム：内径4mm，長さ8cmのステンレス管に5μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：57℃付近の一定温度

化学反応槽温度：130℃付近の一定温度

移動相：移動相A，移動相B，移動相C及び移動相Dを次の表に従って調製する．

	移動相の組成			
	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	26.67g	－
水酸化ナトリウム	－	－	－	8.00g
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	54.35g	－
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	6.10g	－
エタノール(99.5)	130mL	20mL	－	100mL
ベンジルアルコール	－	－	5mL	－
チオジグリコール	5mL	5mL	－	－
ラウロマクロゴールのジエチルエーテル溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL
カプリル酸	0.1mL	0.1mL	0.1mL	0.1mL
水	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

移動相の送液：移動相A，移動相B，移動相C及び移動相Dの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)	移動相C (vol%)	移動相D (vol%)
0 ～ 9	100	0	0	0
9 ～ 25	0	100	0	0
25 ～ 61	0	100 → 0	0 → 100	0
61 ～ 76	0	0	100	0
76 ～ 96	0	0	0	100

反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水336mLに溶かした後，酢酸(100)123mL及び1－メトキシ－2－プロパノール401mLを加えて，A液とする．別に，ニンヒドリン39g及び水素化ホウ素ナトリウム81mgを1－メトキシ－2－プロパノール979mLに溶かし，B液とする．A液及びB液を等量ずつ用時混和する．

移動相流量：毎分0.25mL

反応試薬流量：毎分0.3mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，ロイシン，チロジン，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，それぞれのピークは分離する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長350nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゴナドレリン以外のピークの面積は，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のゴナドレリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の3／5より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゴナドレリンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たゴナドレリンのピーク面積が，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の1～3%になることを確認する．

システムの性能：本品4mgを移動相に溶かし，フェナセチンのアセトニトリル溶液(1→1000)5mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゴナドレリン，フェナセチンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゴナドレリンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

水分〈2.48〉　8.0%以下(0.15g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.1g)．

定量法　本品及びゴナドレリン酢酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを薄めた酢酸(100)(1→1000)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，水を加えて25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ゴナドレリン酢酸塩($C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$・$2C_2H_4O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したゴナドレリン酢酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フェナセチンの水／アセトニトリル混液(3：2)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(90：17)

流量：ゴナドレリンの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゴナドレリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ゴマ油

Sesame Oil

OLEUM SESAMI

本品はゴマ*Sesamum indicum* Linné (*Pedaliaceae*)の種子から得た脂肪油である．

性状　本品は微黄色澄明の油で，においはないか又はわずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくい．

本品は0～－5℃で凝固する．

脂肪酸の凝固点：20～25℃

確認試験　本品1mLに白糖0.1g及び塩酸10mLを加え，30秒間振り混ぜるとき，酸層は淡赤色となり，放置するとき，赤色に変わる．

比重〈*1.13*〉　d_{25}^{25}：0.914～0.921

酸価〈*1.13*〉　0.2以下．

けん化価〈*1.13*〉　187～194

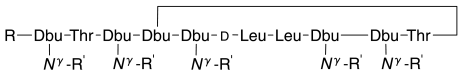
不けん化物〈*1.13*〉　2.0%以下．

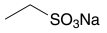
ヨウ素価〈*1.13*〉　103～118

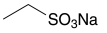
貯法　容器　気密容器．

コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム

Colistin Sodium Methanesulfonate



コリスチンAメタンスルホン酸ナトリウム　：　R＝6－メチルオクタン酸
Dbu＝L－α,γ－ジアミノブタン酸
R'＝ 

コリスチンBメタンスルホン酸ナトリウム　：　R＝6－メチルヘプタン酸
Dbu＝L－α,γ－ジアミノブタン酸
R'＝ 

[*8068-28-8*，コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム]

本品は，コリスチンの誘導体のナトリウム塩である．

本品はコリスチンAメタンスルホン酸ナトリウム及びコリスチンBメタンスルホン酸ナトリウムの混合物である．

本品を乾燥したものは，定量するとき1mg当たり11500単位以上を含む．ただし，本品の力価は，コリスチンA(R＝6－メチルオクタン酸，R′＝H，$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$：1169.46)としての量を単位で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品20mgを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液0.5mLを加え，振り混ぜながら硫酸銅(Ⅱ)試液5滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品40mgを1mol/L塩酸試液1mLに溶かし，希ヨウ素試液0.5mLを加えるとき，ヨウ素液の色は消失する．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1gを水10mLに溶かし，30分間放置したときのpHは6.5～8.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.16gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　遊離コリスチン　本品80mgを水3mLに溶かし，ケイタングステン酸二十六水和物溶液(1→10)0.05mLを加え，直ちにプラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉の参照乳濁液と比較するとき，比較液より濃くない(0.25%以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(0.1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Escherichia coli* NIHJを用いる．

（ⅱ）　培地　ペプトン10.0g，塩化ナトリウム30.0g，肉エキス3.0g及びカンテン20.0gをとり，水1000mLを加え，水酸化ナトリウム試液を用いて滅菌後のpHが6.5～6.6となるように調整した後，滅菌し，種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする．

（ⅲ）　標準溶液　コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品を乾燥し，その適量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，1mL中に100000単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は，10℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

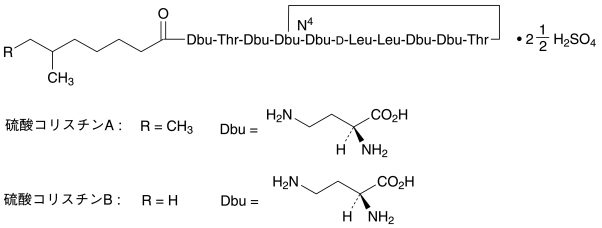
（ⅳ）　試料溶液　本品を乾燥し，その適量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，1mL中に約100000単位を含む液を調製し，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

コリスチン硫酸塩

Colistin Sulfate

硫酸コリスチン



硫酸コリスチンA　$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$・$2\frac{1}{2}H_2SO_4$：1414.66

硫酸コリスチンB　$C_{52}H_{98}N_{16}O_{13}$・$2\frac{1}{2}H_2SO_4$：1400.63

[*1264-72-8*]

本品は，*Bacillus polymyxa* var. *colistinus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1mg当たり16000単位以上を含む．ただし，本品の力価は，コリスチンA($C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$：1169.46)としての量を単位で示し，その1単位はコリスチンA($C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$)0.04μgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品20mgを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液0.5mLを加え，振り混ぜながら硫酸銅(Ⅱ)試液5滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品50mgを薄めた塩酸(1→2)10mLに溶かし，この液1mLを加水分解用試験管に密封し，135℃で5時間加熱する．冷後，開封し，塩酸臭がなくなるまで蒸発乾固し，残留物を水0.5mLに溶かし，試料溶液とする．別にL－ロイシン，L－トレオニン，フェニルアラニン及びL－セリン20mgずつを量り，それぞれを水に溶かして10mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)1μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／酢酸(100)／水／ピリジン／エタノール(99.5)混液(60：15：10：6：5)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で10分間乾燥する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，110℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットの数は3個で，試料溶液から得た2個の主スポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値と等しく，試料溶液から得た上記の主スポット以外の主スポットのR_f値は0.1である．また，試料溶液から得たスポットには標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞれのスポットに対応するスポットを認めない．

（3）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－63～－73°(乾燥後，1.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　硫酸　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水に溶かし，アンモニア水(28)を加えてpH11に調整した後，水を加えて100mLとする．この液に0.1mol/L塩化バリウム液10mLを正確に加え，更にエタノール(99.5)50mLを加えて0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，硫酸(SO_4)の量は16.0～18.0%である(指示薬：フタレインパープル0.5mg)．ただし，滴定の終点は，液の青紫色が無色に変わるときとする．

0.1mol/L塩化バリウム液1mL＝9.606mg SO_4

（2）　類縁物質　本品50mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，ピリジン／1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(6：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，100℃で約20分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Escherichia coli* NIHJを用いる．

（ⅱ） 培地　ペプトン10.0g，塩化ナトリウム30.0g，肉エキス3.0g及びカンテン15.0gを水1000mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて滅菌後のpHが6.5～6.6となるように調整した後，滅菌し，種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする．

（ⅲ） 標準溶液　コリスチン硫酸塩標準品を乾燥し，その約1000000単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に10mLとし，標準原液とする．標準原液は10℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

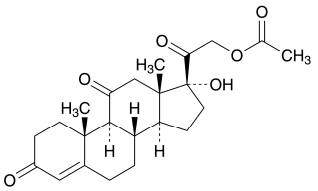
（ⅳ） 試料溶液　本品を乾燥し，その約1000000単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に10mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

コルチゾン酢酸エステル

Cortisone Acetate

酢酸コルチゾン



$C_{23}H_{30}O_6$：402.48

17,21-Dihydroxypregn-4-ene-3,11,20-trione 21-acetate

[*50-04-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，コルチゾン酢酸エステル($C_{23}H_{30}O_6$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約240℃(分解)．

確認試験

（1） 本品2mgに硫酸2mLを加え，しばらく放置するとき，帯黄緑色を呈し，徐々に黄だいだい色に変わる．紫外線を照射するとき，液は淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，退色し，澄明となる．

（2） 本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコルチゾン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋207～＋216°(乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル／水／酢酸(100)混液(70：30：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(70：30：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の1.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：水／アセトニトリル混液(7：3)

移動相B：アセトニトリル／水混液(7：3)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 5	90	10
5 ～ 25	90 → 10	10 → 90
25 ～ 30	10	90

流量：毎分1mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルチゾン酢酸エステルの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(70：30：1)を加えて正確に10mLとする．この液15μLから得たコルチゾン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，コルチゾン酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.3以下である．

システムの再現性：標準溶液15μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，コルチゾン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール50mLに溶かし，次に内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

コルチゾン酢酸エステル($C_{23}H_{30}O_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：コルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(3→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)

流量：コルチゾン酢酸エステルの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

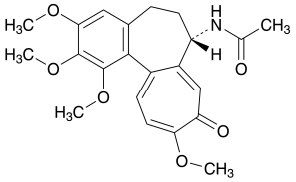
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，コルチゾン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

コルヒチン

Colchicine



$C_{22}H_{25}NO_6$：399.44

N-[(7*S*)-(1,2,3,10-Tetramethoxy-9-oxo-5,6,7,9-tetrahydrobenzo[*a*]heptalen-7-yl)]acetamide

[*64-86-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱酢酸エチル物に対し，コルヒチン($C_{22}H_{25}NO_6$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は帯黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミド，エタノール(95)又は無水酢酸に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

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

（2）　本品のメタノール溶液(1→50)0.5mLを赤外吸収スペクトル用臭化カリウム1gに加え，よくすり混ぜた後，80℃で1時間減圧乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－235～－250°(脱水及び脱酢酸エチル物に換算したもの0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　コルヒセイン　本品0.10gを水10mLに溶かし，その5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は明らかに認められる緑色を帯びない．

（2）　酢酸エチル及びクロロホルム　本品約0.6gを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて溶かし，更に*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド約20mLを入れた100mLのメスフラスコを用い，クロロホルム0.30gを量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．次に*N,N*－ジメチルホルムアミド約20mLを入れた100mLのメスフラスコを用い，酢酸エチル約1.8gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて10mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液のクロロホルムのピーク面積は，標準溶液(1)のクロロホルムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液及び標準溶液(2)の内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，6.0%以下である．

酢酸エチル($C_4H_8O_2$)の量(%)$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：酢酸エチルの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　1－プロパノールの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(3→200)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを厚さ1.0μmで被覆する．

カラム温度：60℃を7分間，必要ならば，その後毎分

40℃で100℃になるまで昇温し，100℃を10分間保持する．

注入口温度：130℃付近の一定温度

検出器温度：200℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：酢酸エチルの保持時間が約3分になるように調整する．

スプリット比：1：20

システム適合性

検出の確認：標準溶液(2)2mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に50mLとする．この液2μLから得た酢酸エチルのピーク面積が，標準溶液(2)の酢酸エチルのピーク面積の0.11～0.21%になることを確認する．

システムの性能：クロロホルム1mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて10mLとする．この液1mL及び酢酸エチル2mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて100mLとする．この液2mLをとり，内標準溶液2mLを加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて10mLとする．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチル，クロロホルム，内標準物質の順に流出し，クロロホルムと内標準物質の分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液(2)2μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏差は3.0%以下である．

（３）　類縁物質　本品60mgを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりコルヒチン以外のピークの合計量を求めるとき，5.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液450mLにメタノールを加えて1000mLとする．この液に薄めたリン酸(7→200)を加えてpH5.5に調整する．

流量：コルヒチンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルヒチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たコルヒチンのピーク面積が，試料溶液のコルヒチンのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，コルヒチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：試料溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，コルヒチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸25mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝19.97mg $C_{22}H_{25}NO_6$

貯法

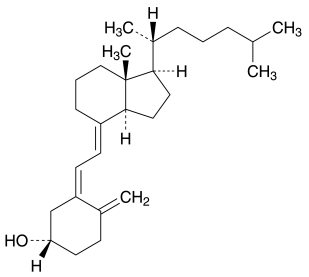
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

コレカルシフェロール

Cholecalciferol

ビタミンD_3



$C_{27}H_{44}O$：384.64

(3*S*,5*Z*,7*E*)-9,10-Secocholesta-5,7,10(19)-trien-3-ol

[*67-97-0*]

本品は定量するとき，コレカルシフェロール($C_{27}H_{44}O$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶で，においはない．

本品はエタノール(95)，クロロホルム，ジエチルエーテル又はイソオクタンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって変化する．

融点：84～88℃　本品を毛細管に入れ，デシケーター(減圧・2.67kPa以下)で3時間乾燥した後，毛細管を直ちに融封し，予想した融点の約10℃下の温度に加熱した浴中に入れ，1分間に3℃上昇するように加熱し，測定する．

確認試験

（１）　本品0.5mgをクロロホルム5mLに溶かし，無水酢酸0.3mL及び硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコレカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(265nm)：450～490(10mg，エタノール(95)，1000mL).

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋103～＋112°(50mg，エタノール(95)，10mL，100mm)．この試験は開封後30分以内に溶かし，溶液調製後30分以内に測定する．

純度試験　7－デヒドロコレステロール　本品10mgを薄めたエタノール(9→10)2.0mLに溶かし，ジギトニン20mgを薄めたエタノール(9→10)2.0mLに溶かした液を加え，18時間放置するとき，沈殿を生じない．

定量法　本操作はできるだけ空気又は酸化剤との接触を避け，遮光容器を用いて行う．本品及びコレカルシフェロール標準品約30mgずつを精密に量り，それぞれイソオクタンに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液3mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコレカルシフェロールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

コレカルシフェロール($C_{27}H_{44}O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：コレカルシフェロール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液(1→100)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ10～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：常温

移動相：ヘキサン／*n*－アミルアルコール混液(997：3)

流量：コレカルシフェロールの保持時間が約25分になるように調整する．

カラムの選定：コレカルシフェロール標準品15mgをイソオクタン25mLに溶かす．この液をフラスコに移し，還流冷却器を付け，油浴中で2時間加熱し，速やかに室温まで冷却する．この液を石英試験管に移し，短波長ランプ(主波長254nm)及び長波長ランプ(主波長365nm)を用いて3時間照射する．この液10mLに移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，コレカルシフェロールに対するプレビタミンD_3，トランスービタミンD_3及びタチステロールD_3の相対保持時間は，約0.5，約0.6及び約1.1であり，またプレビタミンD_3とトランスービタミンD_3及びコレカルシフェロールとタチステロールD_3の分離度がそれぞれ1.0以上のものを用いる．

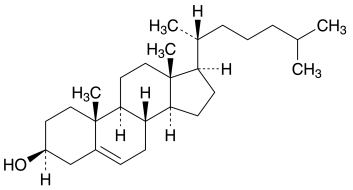
貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換し，冷所に保存する．

容器　密封容器．

コレステロール

Cholesterol



$C_{27}H_{46}O$：386.65

Cholest-5-en-3β-ol

[*57-88-5*]

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は粒で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味はない．

本品はクロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく，1,4－ジオキサンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色～淡黄褐色となる．

確認試験

（1）　本品0.01gをクロロホルム1mLに溶かし，硫酸1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

（2）　本品5mgをクロロホルム2mLに溶かし，無水酢酸1mL及び硫酸1滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，青色を経て緑色に変わる．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{25}_{D}$：－34～－38°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

融点〈2.60〉　147～150℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを共栓フラスコにとり，温エタノール(95)50mLに溶かし，室温で2時間放置するとき，混濁又は沈殿を生じない．

（2）　酸　本品1.0gをフラスコに入れ，ジエチルエーテル10mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液10.0mLを加えて1分間振り混ぜた後，ジエチルエーテルを留去し，更に5分間煮沸する．冷後，水10mLを加え，0.05mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は0.30mL以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.30%以下(1g，減圧，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

コレラワクチン

Cholera Vaccine

本品は不活化した小川型株及び稲葉型株コレラ菌を含む液状の注射剤である．必要ならば単株の製剤とすることができ

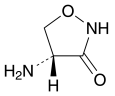
る．

本品は生物学的製剤基準のコレラワクチンの条に適合する．

性状　本品は白濁した液である．

サイクロセリン

Cycloserine



$C_3H_6N_2O_2$：102.09

(4*R*)-4-Aminoisoxazolidin-3-one

[*68-41-7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はサイクロセリン($C_3H_6N_2O_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したサイクロセリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋108～＋114°(乾燥物に換算したもの2.5g，2mol/L水酸化ナトリウム試液，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～7.4である．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　縮合生成物　本品20mgをとり，水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長285nmにおける吸光度は，0.8以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.0～6.1とする．

（iii）　標準溶液　サイクロセリン標準品を60℃で3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に100μg(力価)及び50μg(力価)を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に100μg(力価)及び50μg(力価)を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密閉容器．

酢酸

Acetic Acid

本品は定量するとき，酢酸($C_2H_4O_2$：60.05)30.0～32.0w/v%を含む．

性状　本品は無色澄明の液で，刺激性の特異なにおい及び酸味がある．

本品は水，エタノール(95)又はグリセリンと混和する．

比重　d_{20}^{20}：約1.04

確認試験　本品は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　塩化物　本品20mLに水40mLを加えて試料溶液とする．試料溶液10mLに硝酸銀試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（２）　硫酸塩　(1)の試料溶液10mLに塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない．

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品10mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(3ppm以下)．

（４）　過マンガン酸カリウム還元性物質　(1)の試料溶液20mLに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（５）　蒸発残留物　本品30mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

定量法　本品5mLを正確に量り，水30mLを加え，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝60.05mg $C_2H_4O_2$

貯法　容器　気密容器．

氷酢酸

Glacial Acetic Acid

H_3C-CO_2H

$C_2H_4O_2$：60.05

Acetic acid

[*64-19-7*]

本品は定量するとき，酢酸($C_2H_4O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色澄明の揮発性の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，刺激性の特異なにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

比重　d_{20}^{20}：約1.049

沸点：約118℃

確認試験　本品の水溶液(1→3)は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

凝固点〈*2.42*〉　14.5℃以上．

純度試験

（1）　塩化物　本品10mLに水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLに硝酸銀試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2）　硫酸塩　(1)の試料溶液10mLに塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて溶かし50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（4）　過マンガン酸カリウム還元性物質　(1)の試料溶液20mLに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（5）　蒸発残留物　本品10mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

定量法　共栓フラスコに水10mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約1.5gを加え，再び精密に量る．次に水30mLを加え，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝60.05mg $C_2H_4O_2$

貯法　容器　気密容器．

酢酸ナトリウム水和物

Sodium Acetate Hydrate

酢酸ナトリウム

$H_3C-CO_2Na \cdot 3H_2O$

$C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$：136.08

Monosodium acetate trihydrate

[*6131-90-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，酢酸ナトリウム($C_2H_3NaO_2$：82.03)99.5%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，清涼な塩味があり，わずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験　本品の水溶液(1→10)は酢酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かし，フェノールフタレイン試液3滴を加えるとき，液は赤色を呈する．これを10℃に冷却するとき，又は10℃に冷却した後，0.01mol/L塩酸1.0mLを加えるとき，赤色は消える．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.017%以下)．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（6）　カルシウム及びマグネシウム　本品4.0gを水25mLに溶かし，これに塩化アンモニウム6g，アンモニア水(28)20mL及び亜硫酸ナトリウム七水和物溶液(1→10)0.25mLを加えて溶かし，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その量は0.5mL以下である(指示薬：メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬0.1g)．ただし，滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする．

（7）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（8）　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品1.0gを水100mLに溶かし，希硫酸5mLを加えて煮沸し，0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.50mLを加え，更に5分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

乾燥減量〈*2.41*〉　39.0～40.5%(1g，初め80℃で2時間，次に130℃で2時間)．

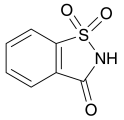
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝8.203mg $C_2H_3NaO_2$

貯法　容器　気密容器．

サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$：183.18

1,2-Benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide

[*81-07-2*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，サッカリン($C_7H_5NO_3S$)99.0～101.0%を含む．

◆**性状**　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘い．

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．◆

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

◆**融点**〈2.60〉　226～230℃◆

純度試験

◆（１）　溶状　本品1.0gを熱湯30mL又はエタノール(95)50mLに溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

◆（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．◆

（３）　安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品の加熱した飽和溶液10mLに，塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆（４）　*o*－トルエンスルホンアミド　本品10gを水酸化ナトリウム試液70mLに溶かし，酢酸エチル30mLずつで3回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液(1→4)30mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5gを加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に*o*－トルエンスルホンアミド0.10gをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200℃付近の一定温度

注入口温度：225℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*－トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である．◆

（５）　硫酸呈色物〈1.15〉　本品0.20gをとり，試験を行う．ただし，48～50℃で10分間加温する．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，エタノール(95)40mLに溶かし，水40mLを加えて混和し，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

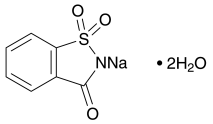
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝18.32mg $C_7H_5NO_3S$

貯法　容器　密閉容器．

サッカリンナトリウム水和物

Saccharin Sodium Hydrate

サッカリンナトリウム



$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$：241.20

2-Sodio-1,2-benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide dihydrate

[*6155-57-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サッカリンナトリウム($C_7H_4NNaO_3S$：205.17)99.0～101.0%を含む．

◆**性状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘く，10000倍の水溶液でも甘味がある．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくい．

本品は空気中で徐々に風解して約半量の結晶水を失う．◆

確認試験

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

（２）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

◆（1） 溶状 本品1.0gを水1.5mL又はエタノール(95)50mLに溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

（2） 酸又はアルカリ 本品1.0gを水10mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液1滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

◆（3） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gを水40mLに溶かし，希塩酸0.7mL及び水を加えて50mLとし，器壁をガラス棒でこすり，結晶が析出し始めたら1時間放置する．次に乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．◆

（4） 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品0.5gを水10mLに溶かし，酢酸(31)5滴及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆（5） *o*－トルエンスルホンアミド 本品10gを水50mLに溶かし，酢酸エチル30mLずつで3回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液(1→4)30mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5gを加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に*o*－トルエンスルホンアミド0.10gをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液 カフェインの酢酸エチル溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200℃付近の一定温度

注入口温度：225℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*－トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である．◆

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品0.20gをとり，試験を行う．ただし，48～50℃で10分間放置する．液の色は色の比較液Aより濃くない．

水分〈*2.48*〉 15.0%以下(0.1g，容量適定法，直接適定)．

定量法 本品約0.15gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，必要ならばわずかに加熱して溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.52mg $C_7H_4NNaO_3S$

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

サラシ粉

Chlorinated Lime

本品は定量するとき，有効塩素(Cl：35.45)30.0%以上を含む．

性状 本品は白色の粉末で，塩素ようのにおいがある．

本品に水を加えるとき，一部が溶け，液は赤色リトマス紙を青変し，次に徐々にこれを脱色する．

確認試験

（1） 本品に希塩酸を加えるとき，塩素臭のあるガスを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（2） 本品1gに水10mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

定量法 本品約5gを精密に量り，乳鉢に入れ，水50mLを加えてよくすり混ぜた後，水を用いて500mLのメスフラスコに移し，水を加えて500mLとする．よく振り混ぜ，直ちにその50mLを正確にヨウ素瓶にとり，ヨウ化カリウム試液10mL及び希塩酸10mLを加え，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝3.545mg Cl

貯法

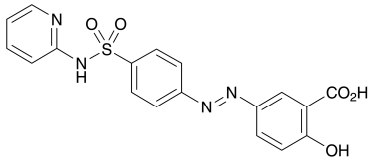
保存条件 遮光して，冷所に保存する．

容器 気密容器．

サラゾスルファピリジン

Salazosulfapyridine

スルファサラジン



$C_{18}H_{14}N_4O_5S$：398.39

2-Hydroxy-5-[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenylazo]benzoic acid

[*599-79-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サラゾスルファピリ

ジン($C_{18}H_{14}N_4O_5S$)96.0%以上を含む.

性状　本品は黄色～黄褐色の微細な粉末で，におい及び味はない.

本品はピリジンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

融点：240～249℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.1gを希水酸化ナトリウム試液20mLに溶かした液は赤褐色を呈し，これに亜ジチオン酸ナトリウム0.5gを振り混ぜながら徐々に加えるとき，液の赤褐色は徐々に退色する．この液を以下(2)～(4)の試験に用いる.

（2）　(1)で得た液1mLをとり，水40mLを加えた後，0.1mol/L塩酸試液で中和し，更に水を加えて50mLとし，この液5mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に退色する.

（3）　(1)で得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（4）　(1)で得た液1mLにピリジン1mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜ，次に水3mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する.

（5）　本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，水酸化ナトリウム試液12mL及び水36mLに溶かし，硝酸2mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25mLをとり希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，水酸化ナトリウム試液12mL及び水36mLに溶かし，塩酸2mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液として，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを分解フラスコにとり，硝酸20mLを加え，流動状態になるまで弱く加熱する．冷後，硫酸5mLを加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸5mLを加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて25mLとする．この液5mLを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない.

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液5mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2mLを正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する(10ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.20gをピリジン20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ピリジンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール(9→10)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（6）　サリチル酸　本品0.10gをとり，ジエチルエーテル15mLを加えて激しく振り混ぜ，これに希塩酸5mLを加えて3分間激しく振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過する．更に水層にジエチルエーテル15mLを加えて3分間激しく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過し，先のろ液と合わせる．ろ紙上の残留物をジエチルエーテル少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，室温で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発させる．残留物に希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ紙上の残留物を希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液に溶かし，正確に400mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長535nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，サリチル酸の量は0.5%以下である.

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(%)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約20mgを精密に量り，薄めた過酸化水素(30)(1→40)10mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のイオウの定量操作法により試験を行う.

0.005mol/L過塩素酸バリウム液1mL
＝1.992mg $C_{18}H_{14}N_4O_5S$

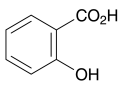
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

サリチル酸

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$：138.12

2-Hydroxybenzoic acid

[*69-72-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$)99.5～101.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに酸味があり，刺激性である.

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい.

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→500)はサリチル酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(3)を呈する.

（2） 本品のエタノール(95)溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈2.60〉 158～161℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品5.0gに水90mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液30mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.35mLを加える(0.008%以下).

（2） 硫酸塩〈1.14〉 (1)のろ液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下).

（3） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをアセトン25mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液4mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.50gを移動相に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．別にフェノール10mg，4－ヒドロキシイソフタル酸25mg及びパラオキシ安息香酸50mgをそれぞれ正確にとり移動相に溶かして正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のサリチル酸及び上記以外のピークの面積は標準溶液の4－ヒドロキシイソフタル酸のピーク面積より大きくなく，試料溶液のサリチル酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸のピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／酢酸(100)混液(60：40：1)

流量：サリチル酸の保持時間が約17分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサリチル酸の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積の14～26%になることを確認する.

システムの性能：フェノール10mg，4－ヒドロキシイソフタル酸25mg及びパラオキシ安息香酸50mgを移動相100mLに溶かす．この液1mLを量り，移動相を加えて10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールの順に溶出し，4－ヒドロキシイソフタル酸とフェノールの分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(2g，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール25mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝13.81mg $C_7H_6O_3$

貯法 容器 密閉容器.

サリチル酸精

Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)2.7～3.3w/v%を含む.

製法

サリチル酸	30g
グリセリン	50mL
エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する.

性状 本品は無色澄明の液である.

比重 d_{20}^{20}：約0.86

確認試験 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長520～535nmに吸収の極大を示す(サリチル酸).

アルコール数〈1.01〉　8.8以上(第2法).

定量法　本品10mLを正確に量り，エタノール(95)10mL及び水を加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，pH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.3gを精密に量り，エタノール(95)10mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，pH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを正確に加え，更にpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に25mLとする．これらの液につき，水を用いて同様に操作した液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長530nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

複方サリチル酸精

Compound Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)1.8～2.2w/v%及びフェノール(C_6H_6O：94.11)0.43～0.53w/v%を含む.

製法

サリチル酸	20g
液状フェノール	5mL
グリセリン	40mL
エタノール	800mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する.

性状　本品は無色～淡赤色澄明の液である.

比重　d^{20}_{20}：約0.88

確認試験

（1）　本品1mLにpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて200mLとする．この液5mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸).

（2）　本品1mLに水20mL及び希塩酸5mLを加え，ジエチルエーテル20mLで抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5mLずつで2回洗った後，希水酸化ナトリウム試液10mLで抽出する．抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，10分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール).

（3）　本品0.5mLに希塩酸5mLを加え，クロロホルム5mLで抽出し，試料溶液(1)とする．また，本品2mLに希塩酸5mLを加え，クロロホルム5mLで抽出し，抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5mLずつで2回洗い，試料溶液(2)とする．別にサリチル酸及びフェノール0.01gずつをそれぞれクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液(1)及び標準溶液(1)から得たスポットのR_f値は等しく，試料溶液(2)及び標準溶液(2)から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液(1)から得たスポットは，紫色を呈する.

アルコール数〈1.01〉　7.5以上(第2法).

定量法　本品2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.2g及び定量用フェノール約50mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める.

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/5$
フェノール(C_6H_6O)の量(mg)＝$M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/5$

M_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量(mg)
M_{Sb}：定量用フェノールの秤取量(mg)

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液(1→1250)
操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)
カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.
カラム温度：室温
移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)
流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整する.
カラムの選定：安息香酸0.2g，サリチル酸0.2g及びテオフィリン0.05gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液10mLに薄めたメタノール(1→2)90mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

貯法　容器　気密容器.

サリチル酸絆創膏

Salicylic Acid Adhesive Plaster

製法

サリチル酸，細末	500g
絆創膏基剤	適量
全量	1000g

以上をとり，精選したゴム，樹脂類，酸化亜鉛及びその他の物質を練り合わせ，粘着性物質とし，布に均等に延べて製する．

性状 本品の膏面は類白色で，皮膚によく付着する．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

サリチル・ミョウバン散

Salicylated Alum Powder

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)2.7～3.3%を含む．

製法

サリチル酸，細末	30g
乾燥硫酸アルミニウムカリウム，微末	640g
タルク，微末	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状 本品は白色の粉末である．

確認試験

（1） 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長520～535nmに吸収の極大を示す(サリチル酸)．

（2） 本品0.3gにメタノール5mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸0.01gをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定量法 本品約0.33gを精密に量り，エタノール(95)80mLを加えてよく振り混ぜた後，更にエタノール(95)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを正確に加え，更にpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に25mLとする．これらの液につき，エタノール(95)10mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長530nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

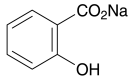
サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

貯法 容器 密閉容器．

サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$C_7H_5NaO_3$：160.10

Monosodium 2-hydroxybenzoate

[*54-21-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸ナトリウム($C_7H_5NaO_3$)99.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品2.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.02以下である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.5gを水15mLに溶かし，希硝酸6mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにエタノール(95)28mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)．

（3） 硫酸塩 本品0.25gを水5mLに溶かし，塩化バリウム試液0.5mLを加えるとき，液は変化しない．

（4） 亜硫酸塩又はチオ硫酸塩 本品1.0gを水20mLに溶か

し，塩酸1mLを加えてろ過し，ろ液に0.05mol/Lヨウ素液0.15mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを分解フラスコにとり，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，白煙が生じるまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，冷後，更に過酸化水素(30)2mLを加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．必要ならば硝酸及び過酸化水素(30)を加えて加熱する操作を繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が生じるまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.01mg $C_7H_5NaO_3$

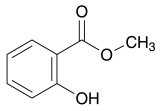
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$：152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate

[*119-36-8*]

本品は定量するとき，サリチル酸メチル($C_8H_8O_3$)98.0%以上を含む.

性状　本品は無色～微黄色の液で，強い特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

比重　d_{20}^{20}：1.182～1.192

沸点：219～224℃

確認試験　本品1滴に水5mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品5.0mLに新たに煮沸して冷却した水25mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，フェノールレッド試液2滴を加え，液の赤色が消えるまで0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉するとき，0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は0.45mL以下である．

（2）　重金属　本品10.0mLに水10mLを加えてよく振り混ぜた後，塩酸1滴を加え，硫化水素を通じて飽和するとき，油層及び水層は暗色を呈しない．

定量法　本品約2gを精密に量り，0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液50mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱し，冷後，過量の水酸化カリウムを0.5mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝76.08mg $C_8H_8O_3$

貯法　容器　気密容器.

複方サリチル酸メチル精

Compound Methyl Salicylate Spirit

製法

サリチル酸メチル	40mL
トウガラシチンキ	100mL
d－又は*dl*－カンフル	50g
エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状　本品は帯赤黄色の液で，特異なにおいがあり，味はやくようである．

確認試験

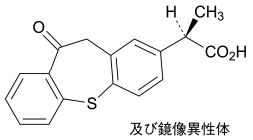
（1）　本品1mLに希メタノール5mLを加えて振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する(サリチル酸メチル).

（2）　本品1mLにクロロホルム10mLを加えてよく振り混ぜ，試料溶液とする．別にサリチル酸メチル0.04gをクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／クロロホルム混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯法　容器　気密容器.

ザルトプロフェン

Zaltoprofen



$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36

(2*RS*)-2-(10-Oxo-10,11-dihydrodibenzo[*b*,*f*]thiepin-2-yl)propanoic acid

[*74711-43-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に分解する.

本品のアセトン溶液(1→10)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化ナトリウム0.5gを加え，徐々に加熱して融解し，炭化する．冷後，薄めた塩酸(1→2)5mLを加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙を黒変する.

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈*2.60*〉　135～139℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(2→25)を用いる(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のザルトプロフェンのピーク及びザルトプロフェンに対する相対保持時間約0.7のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約4分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からザルトプロフェンの保持時間の約15倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たザルトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積の8～12%になることを確認する.

システムの性能：本品25mg及び安息香酸イソプロピル50mgをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は6以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ザルトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝29.84mg $C_{17}H_{14}O_3S$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ザルトプロフェン錠

Zaltoprofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$：298.36)を含む.

製法　本品は「ザルトプロフェン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ザルトプロフェン」80mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)30mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液1mLにエタノール(99.5)を加えて20mLとする．この液2mLにエタノール(99.5)を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227～231nm及び329～333nmに吸収の極大を示し，波長241～245nmに吸収の肩を示す.

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水4mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール(95)を加えてよく振り混ぜた後，1mL中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約4mgを含む液となるようにエタノール(95)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，エタノール(95)を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液(1→1000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品１個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約44μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを105℃で4時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，エタノール(99.5)20mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長340nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)
C：1錠中のザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量(mg)

定量法　本品10個をとり，水40mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール(95)を加えてよく振り混ぜた後，エタノール(95)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約8mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，エタノール(95)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを105℃で4時間乾燥し，その約80mgを精密に量り，水4mLを加えた後，エタノール(95)に溶かし正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，エタノール(95)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

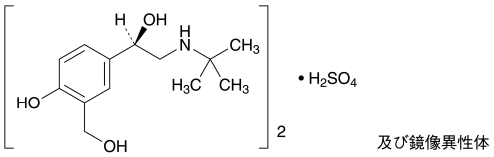
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルブタモール硫酸塩

Salbutamol Sulfate

硫酸サルブタモール



$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：576.70

(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethyl)amino-1-(4-hydroxy-3-hydroxymethylphenyl)ethanol hemisulfate

[*51022-70-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サルブタモール硫酸塩[$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$]98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→12500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品20mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－プロパノール／水／アンモニア水(28)混液(25：15：8：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをジエチルアミンの蒸気で飽和した密閉容器中に5分間放置した後，噴霧用4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（４）　ホウ素　本品50mg及びホウ素標準液5.0mLをとり，それぞれを白金るつぼに入れ，炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液5mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，120℃で1時間乾燥し，直ちに強熱灰化する．冷後，残留物に水0.5mL及びクルクミン試液3mLを加え，水浴上で5分間穏やかに加温する．冷後，酢酸(100)・硫酸試液3mLを加えて混和し，30分間放置した後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，エタノール(95)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長555nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.9gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

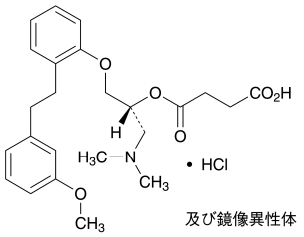
0.1mol/L過塩素酸1mL＝57.67mg $(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩

Sarpogrelate Hydrochloride

塩酸サルポグレラート



$C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$：465.97

(2*RS*)-1-Dimethylamino-3-{2-[2-(3-methoxyphenyl)ethyl]phenoxy}propan-2-yl hydrogen succinate monohydrochloride

[*135159-51-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6 \cdot HCl$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はサルポグレラート塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はサルポグレラート塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を，又は本品及びサルポグレラート塩酸塩標準品のそれぞれをアセトンで加熱懸濁し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（３）　本品0.3gに水酸化ナトリウム試液6mLを加え，よく振り混ぜた後，10分間放置する．この液をろ過し，ろ液1mLに希硝酸1mLを加えた液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（３）　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後3時間以内に行う．本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉によ

り試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／5より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のサルポグレラート以外のピークの合計面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／2より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品50mgを水20mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加える．この液にサルポグレラート塩酸塩原液1mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　0.5%以下(0.1g，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びサルポグレラート塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液2.5mLずつを正確に加え，移動相を加えて溶かし，50mLとする．この液5mLずつを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(3→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液(1300：700：1)

流量：サルポグレラートの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

サルポグレラート塩酸塩細粒

Sarpogrelate Hydrochloride Fine Granules

塩酸サルポグレラート細粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97)を含む．

製法　本品は「サルポグレラート塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」50mgに対応する量をとり，0.01mol/L塩酸試液10mLを加え，室温で10分間放置した後，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を遠心分離し，上澄液5mLを量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nm及び274～278nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後3時間以内に行う．本品を粉末とし，表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」0.10gに対応する量をとり，移動相50mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の2.5倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：サルポグレラート塩酸塩50mgを水20mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加える．この液に，サルポグレラート塩酸塩原液1mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，内標準溶液V／10 mLを正確に加え，更に移動相4V／5 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約1mgを含む液となるように移動相を加えてV mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従いサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約50mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 180$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約0.25gに対応する量を精密に量り，内標準溶液25mLを正確に加えた後，移動相200mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液に移動相を加えて250mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩錠

Sarpogrelate Hydrochloride Tablets

塩酸サルポグレラート錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97)を含む．

製法　本品は「サルポグレラート塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」50mgに対応する量をとり，0.01mol/L塩酸試液10mLを加え，室温で10分間放置した後，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を遠心分離し，上澄液5mLを量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nm及び274～278nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後12時間以内に行う．本品を粉末とし，表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」0.10gに対応する量をとり，移動相50mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1.5倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：サルポグレラート塩酸塩50mgを水20mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加える．この液に，サルポグレラート塩酸塩原液1mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内標準溶液V／10 mLを正確に加え，錠剤を崩壊させる．移動相4V／5 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約1mgを含む液となるように移動相を加えてV mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約55.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約0.25gに対応する量を精密に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，更に移動相約200mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液に移動相を加えて250mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとする．この液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

酸化亜鉛

Zinc Oxide

亜鉛華

ZnO：81.38

本品を強熱したものは定量するとき，酸化亜鉛(ZnO)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は空気中で徐々に二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品は強熱するとき，黄色となり，冷えると色はもとに戻る．

（2）　本品の希塩酸溶液(1→10)は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　炭酸塩及び溶状　本品2.0gに水10mLを加えて振り混ぜ，希硫酸30mLを加え，水浴上でかき混ぜながら加熱するとき，泡立たない．また，この液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品1.0gに水10mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L塩酸0.20mLを加えるとき，液は無色である．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gに水40mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.096%以下)．

（4）　鉄　本品1.0gをとり，薄めた塩酸(1→2)50mLに溶かし，更にペルオキソ二硫酸アンモニウム0.1gを加えて溶かし，4－メチル－2－ペンタノン20mLで抽出する．次に4－メチル－2－ペンタノン層に鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mLを加えて再び抽出し，鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液層を検液とする．別に鉄標準液1.0mLをとり，同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にL－アスコルビン酸溶液(1→100)2mLを加えて混和し，30分間放置後，2,2′－ビピリジルのエタノール(95)溶液(1→200)5mL及び水を加えて50mLとし，30分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)．

（5）　鉛　本品2.0gに水20mLを加え，かき混ぜながら酢酸(100)5mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，クロム酸カリウム試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(4ppm以下)．

強熱減量〈*2.43*〉　1.0%以下(1g，850℃，1時間)．

定量法　本品を850℃で1時間強熱し，その約0.8gを精密に量り，水2mL及び塩酸3mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水80mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→50)をわずかに沈殿を生じるまで加え，次にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加えた後，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝4.069mg ZnO

貯法　容器　気密容器．

酸化カルシウム

Calcium Oxide

生石灰

CaO：56.08

本品を強熱したものは定量するとき，酸化カルシウム(CaO)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の堅い塊で，粉末を含み，においはない．

本品は熱湯に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品1gは水2500mLにほとんど溶ける．

本品は空気中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品を水で潤すとき，発熱して白色の粉末となり，これを約5倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する．

（2）　本品1gに水20mLを混ぜ，酢酸(31)を滴加して溶かした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5.0gに水少量を加えて崩壊し，水100mLを加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸1mLを加える．この液を5分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は10.0mg以下であ

る．

（２）　炭酸塩　本品1.0gに水少量を加えて崩壊し，水50mLとよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の希塩酸を加えるとき，著しく泡立たない．

（３）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0gに水75mLを混ぜ，塩酸を滴加して溶かし，更に塩酸1mLを追加する．1～2分間煮沸し，アンモニア試液で中和し，これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後，水浴上で2時間加熱する．冷後，水を加えて200mLとし，よく混ぜてろ過する．ろ液50mLを量り，硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固し，残留物を600℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は15mg以下である．

強熱減量〈*2.43*〉　10.0%以下(1g，900℃，恒量).

定量法　本品を900℃で恒量になるまで強熱し，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，その約0.7gを精密に量り，水50mL及び薄めた塩酸(1→3)8mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水50mL及び8mol/L水酸化カリウム試液2mLを加え，更にNN指示薬0.1gを加えた後，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝1.122mg CaO

貯法　容器　気密容器.

酸化チタン

Titanium Oxide

TiO_2：79.87

本品を乾燥したものは定量するとき，酸化チタン(TiO_2)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが，塩酸，硝酸又は希硫酸に溶けない.

本品は硫酸水素カリウム，水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え，加熱して融解するとき，可溶性塩に変わる.

本品1gに水10mLを加え，振り混ぜた液は中性である.

確認試験　本品0.5gに硫酸5mLを加え，白煙を発するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液5mLに過酸化水素試液2～3滴を加えるとき，液は黄赤色を呈する.

純度試験

（１）　鉛　本品1.0gを白金るつぼにとり，硫酸水素カリウム10.0gを加え，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強く加熱し，時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する．冷後，クエン酸水素二アンモニウム溶液(9→20)30mL及び水50mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて100mLとし，試料原液とする．試料原液25mLを分液漏斗に入れ，硫酸アンモニウム溶液(2→5)10mL及びチモールブルー試液5滴を加え，アンモニア試液で中和し，更にアンモニア試液2.5mLを加えた後，この液にジチゾンの酢酸*n*－ブチル溶液(1→500)20mLを正確に加え，10分間振り混ぜて得た酢酸*n*－ブチル溶液を試料溶液とする．別に鉛標準液6.0mLを白金るつぼにとり，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である(60ppm以下).

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン又は水素
　支燃性ガス　空気
ランプ：鉛中空陰極ランプ
波長：283.3nm

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　(1)の試料原液20mLを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない.

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液20mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2.0mLを加え，以下検液と同様に操作する(10ppm以下).

（３）　水可溶物　本品4.0gに水50mLを加え，よく振り混ぜて一夜放置する．次に塩化アンモニウム試液2mLを加えてよく振り混ぜ，必要ならば更に塩化アンモニウム試液2mLを加え，酸化チタンが沈着した後，水を加えて200mLとし，よく振り混ぜ，二重ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液10mLを除き，澄明なろ液100mLをとり，水浴上で蒸発した後，650℃で恒量になるまで強熱するとき，残留物の量は5.0mg以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，るつぼに入れ，二硫酸カリウム3gを加え，ふたをし，初めは弱く，次に徐々に温度を上げ，内容物が融解した状態で30分間加熱し，更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明な液となる程度に30分間加熱する．冷後，るつぼの内容物を250mLのビーカーに移し，更に水75mL及び硫酸2.5mLの混液で洗い込み，水浴上でほとんど澄明になるまで加熱する．これにL－酒石酸2gを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液2～3滴を加え，アンモニア試液で中和し，薄めた硫酸(1→2)1～2mLを加えて酸性とし，硫化水素を十分に通じる．次にアンモニア試液30mLを加え，再び硫化水素を通じて飽和した後，10分間放置してろ過する．ろ紙上の沈殿を硫化アンモニウム試液2.5mLを含むL－酒石酸アンモニウム溶液(1→100)25mLずつで10回洗う．ろ過及び洗浄のときにはろ紙を液で満たして硫化鉄(Ⅱ)の酸化を防ぐ．ろ液及び洗液を合わせ，薄めた硫酸(1→2)40mLを加え，煮沸して硫化水素を除き，冷後，水を加えて400mLとする．これにクペロン試液40mLをかき混ぜながら徐々に加え，放置して黄色の沈殿が沈着した後，更に白色の沈殿が生じるまでクペロン試液を加える．沈殿を軽く吸引しながら定量分析用ろ紙でろ過し，薄めた塩酸(1→10)で20回洗い，最後はやや強く吸引して水分を除く．沈殿をろ紙とともに70℃で乾燥し，質量既知のるつぼに入れ，初めは極めて弱く，煙を発しなくなればしだい

に強く加熱し，900～950℃で恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量り，酸化チタン(TiO_2)の量とする．

貯法 容器 密閉容器．

酸化マグネシウム

Magnesium Oxide

MgO：40.30

本品を強熱したものは定量するとき，酸化マグネシウム(MgO)96.0%以上を含む．

本品の5gの容積が30mL以下のものは別名として重質酸化マグネシウムと表示することができる．

性状 本品は白色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気中で湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験 本品の希塩酸溶液(1→50)はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ及び可溶性塩 本品2.0gをビーカーにとり，水100mLを加え，時計皿で覆い，水浴上で5分間加熱した後，直ちにろ過し，冷後，ろ液50mLをとり，メチルレッド試液2滴及び0.05mol/L硫酸2.0mLを加えるとき，液の色は赤色である．また，ろ液25mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は10mg以下である．

（2） 炭酸塩 本品0.10gに水5mLを加えて煮沸し，冷後，酢酸(31)5mLを加えるとき，ほとんど泡立たない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gを希塩酸20mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水35mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸20mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸2mL，鉛標準液4.0mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下)．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品40mgをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(500ppm以下)．

（5） 酸化カルシウム 本品を強熱し，その約0.25gを精密に量り，希塩酸6mLを加え，加熱して溶かす．冷後，水300mL及びL－酒石酸溶液(1→5)3mLを加え，更に2,2′,2″－ニトリロトリエタノール溶液(3→10)10mL，8mol/L水酸化カリウム試液10mLを加え，5分間放置した後，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：NN指示薬0.1g)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL

＝0.5608mg CaO

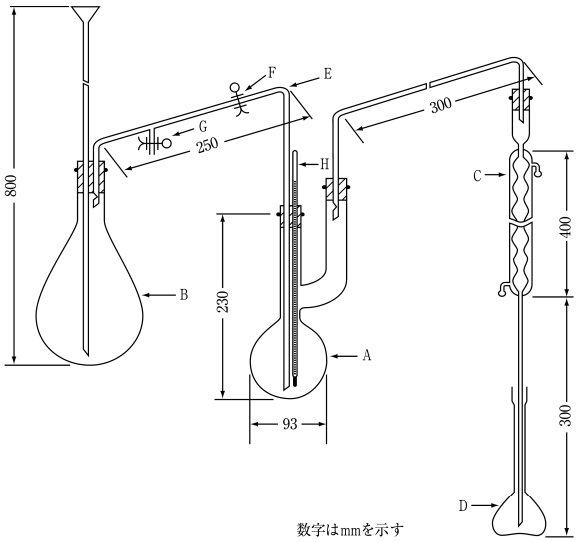
酸化カルシウム(CaO：56.08)の量は1.5%以下である．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.20gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(10ppm以下)．

（7） 酸不溶物 本品2.0gに水75mLを加え，振り混ぜながら塩酸12mLを滴加し，5分間煮沸する．不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙と共に強熱して灰化するとき，その量は2.0mg以下である．

（8） フッ化物

(i) 装置 図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．



A：容量約300mLの蒸留フラスコ
B：容量約100mLの水蒸気発生器
突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器 容量200mLのメスフラスコ
E：内径約8mmの水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

(ii) 操作法 本品5.0gをとり，水20mLを用いて蒸留フラスコAに洗い込み，ガラスウール約1g及び薄めた精製硫酸(1→2)50mLを加える．Aをあらかじめ水蒸気導入管Eに水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器Dには，0.01mol/L水酸化ナトリウム液10mL及び水10mLを入れ，冷却器Cの下端をこの液に浸す．Aを徐々に加熱して液の温度が130℃になったとき，ゴム管Fを開いてゴム管Gを閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器Bから水蒸気を通じる．同時にA中の液の温度を135～145℃に保つようにAを加熱する．蒸留速度は1分間約10mLとする．留液が約170mLになったとき，蒸留を止め，Cの少量を水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に200mLとし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．次式により試験液中のフッ素(F)の量を求めるとき，0.08%以下である．

試験液中のフッ素(F：19.00)の量(mg)
＝標準液5mL中のフッ素の量(mg) × A_T／A_S × 200／V

強熱減量〈2.43〉　10%以下(0.25g，900℃，恒量).

定量法　本品を900℃で恒量になるまで強熱し，その約0.2gを精密に量り，水10mL及び希塩酸4.0mLを加えて溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験(5)で得た酸化カルシウム(CaO)に対応する0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝2.015mg MgO
酸化カルシウム(CaO)1mg
＝0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液0.36mL

貯法　容器　気密容器.

三酸化ヒ素

Arsenic Trioxide
亜ヒ酸
三酸化二ヒ素

As_2O_3：197.84

本品を乾燥したものは定量するとき，三酸化ヒ素(As_2O_3)99.5%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，においはない.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験　本品0.2gに水40mLを加え，水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験　溶状　本品1.0gをアンモニア試液10mLに弱く加熱して溶かすとき，液は澄明である.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→25)20mLを加え，必要ならば加温して溶かす．水40mL及びメチルオレンジ試液2滴を加え，液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後，炭酸水素ナトリウム2g，水50mLを加え，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL).

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝4.946mg As_2O_3

貯法　容器　気密容器.

酸素

Oxygen

O_2：32.00

本品は空気液化分離法により製造された酸素である.

本品は定量するとき，酸素(O_2)99.5vol%以上を含む.

性状　本品は大気圧下において無色のガスで，においはない.

本品1mLは温度20℃，気圧101.3kPaで水32mL又はエタノール(95)7mLに溶ける.

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで1.429gである.

確認試験

本品及び酸素1mLずつを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピーク及び酸素から得たピークの保持時間は等しい.

試験条件
純度試験の試験条件を準用する.

純度試験　窒素　本品1.0mLを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，窒素のピーク面積A_Tを求める．別に混合ガス調製器に窒素0.50mLを採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に100mLとし，よく混合して標準混合ガスとする．その1.0mLにつき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積A_Sを求めるとき，A_TはA_Sより大きくない.

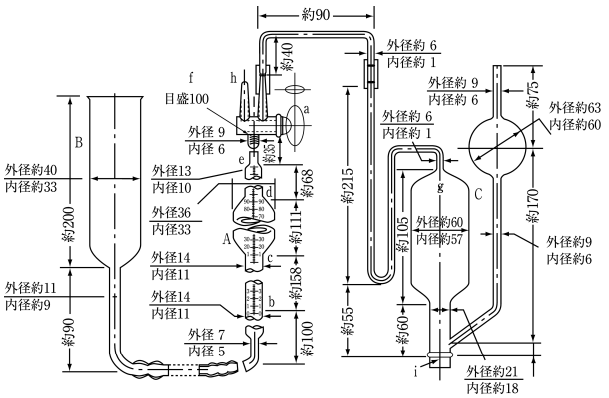
試験条件
検出器：熱伝導度検出器
カラム：内径3mm，長さ3mの管に250～355μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm)を充てんする.
カラム温度：50℃付近の一定温度
キャリヤーガス：水素又はヘリウム
流量：窒素の保持時間が約5分になるように調整する.

システム適合性
システムの性能：混合ガス調製器に窒素0.5mLを採取し，本品を加えて100mLとし，よく混合する．その1.0mLにつき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，その分離度は1.5以上である.
システムの再現性：標準混合ガス1.0mLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，窒素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

定量法

(i)　装置　図に示すものを用いる．Aは二方活栓aを有する100mLのガスビュレットで，b～c，d～e及びe～fは0.1mL目盛り，c～dは2mL目盛りである．Aは水準管Bと肉厚ゴム管で連結し，A及びBのほぼ半容に達する量の塩化アンモニウム・アンモニア試液を満たす．ガスピペットCの吸収球gには直径2mm以下の線状の銅をコイル状に細く巻いたものを多数上部に達するまで詰め，更に塩化アンモニウム・アン

モニア試液125mLを入れ，ゴム栓iを閉じ，Aと肉厚ゴム管で連結する．



b～c＝0.1mL目盛り
c～d＝2mL目盛り
d～e＝0.1mL目盛り
e～f＝0.1mL目盛り
目盛線は，赤色とする．
b～f＝100mL

（ⅱ） 操作法　aを開きBを下げてg中の液をaの活栓孔のところまで吸い上げた後，aを閉じ，次にaの試料導入管hに通じる孔を開き，Bを上げて塩化アンモニウム・アンモニア試液をA及びh中に全満した後，aを閉じ，試料容器をhにつなぎ再びaを開いて，Bを下げながら本品約100mLを精密に量る．aのCに通じる孔を開きBを上げて本品をg中へ送り込み，aを閉じてCを5分間，前後に穏やかに振り動かす．吸収されずに残るガスをaを開きBを下げてA中へ戻し，その容量を量る．この操作を繰り返し，吸収されずに残るガスの量が恒量になったときその容量を量りV(mL)とする．ただし，C中の塩化アンモニウム・アンモニア試液を新たにした場合は少なくとも4回上記の操作を繰り返した後の定量値を採用する．ただし，採取量及びVは，20℃で気圧101.3kPaの容量に換算したものとする．

酸素(O_2)の量(mL)＝本品の採取量(mL)－V(mL)

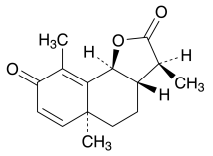
貯法

保存条件　40℃以下で保存する．

容器　耐圧密封容器．

サントニン

Santonin



$C_{15}H_{18}O_3$：246.30

(3*S*,3a*S*,5a*S*,9b*S*)-3,5a,9-Trimethyl-3a,5,5a,9b-tetrahydronaphtho[1,2-*b*]furan-2,8(3*H*,4*H*)-dione

[*481-06-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サントニン($C_{15}H_{18}O_3$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって黄色になる．

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(3→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－170～－175°(0.2g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　172～175℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2） アルカロイド　本品0.5gに薄めた硫酸(1→100)20mLを加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液10mLに水を加えて30mLとし，この液にヨウ素試液3滴を加えて3時間放置するとき，液は混濁しない．

（3） アルテミシン　本品を粉末とし，その1.0gにクロロホルム2mLを加え，わずかに加温して溶かすとき，液は澄明で黄色を呈しないか，又は黄色を呈しても色の比較液Aより濃くない．

（4） フェノール類　本品0.20gに水10mLを加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液が黄色を呈するまで臭素試液を加えるとき，液は混濁しない．

（5） 酸呈色物　本品10mgを硝酸で潤すとき，直ちに呈色しない．また0℃に冷却した硫酸で潤すとき，直ちに呈色しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，エタノール(95)10mLを加え，加温して溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で5分間加熱する．急冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.05mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝24.63mg $C_{15}H_{18}O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジアスターゼ

Diastase

本品は主として麦芽から製したもので，でんぷん消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1g当たり440でんぷん糖化力単位以上を含む．

本品は，通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性状　本品は淡黄色～淡褐色の粉末である．

本品は吸湿性である．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1g，105℃，5時間)．

定量法

（ｉ）　基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．

（ⅱ）　試料溶液　本品約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．

（ⅲ）　操作法　消化力試験法〈*4.03*〉「1.でんぷん消化力試験法」の「1.1.でんぷん糖化力測定法」により操作する．

貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジアスターゼ・重曹散

Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製法

ジアスターゼ	200g
炭酸水素ナトリウム	300g
沈降炭酸カルシウム	400g
酸化マグネシウム	100g
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性状　本品は淡黄色で，特異な塩味がある．

貯法　容器　密閉容器．

複方ジアスターゼ・重曹散

Compound Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製法

ジアスターゼ	200g
炭酸水素ナトリウム	600g
酸化マグネシウム	150g
ゲンチアナ末	50g
全量	1000g

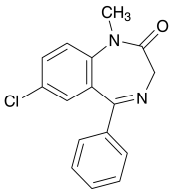
以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性状　本品はわずかに褐色を帯びた淡黄色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

貯法　容器　密閉容器．

ジアゼパム

Diazepam



$C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*439-14-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品10mgを硫酸3mLに溶かし，この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（２）　本品2mgを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)200mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（４）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，青色～青緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　130～134℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下)．

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（４）　類縁物質　本品1.0gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用

シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，無水酢酸60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.47mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジアゼパム錠

Diazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74)を含む．

製法　本品は「ジアゼパム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ジアゼパム」50mgに対応する量をとり，アセトン50mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液1mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240～244nm，283～287nm及び360～370nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．メタノール30mLを加えて10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとし，遠心分離する．ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)0.4mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジアゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V$

M_S：定量用ジアゼパムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→25000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジアゼパムの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)約50mgに対応する量を精密に量り，水10mLを加え，振り混ぜ，メタノール60mLを加えて，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジアゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水10mL及びメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ジアゼパムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(13：7)

流量：ジアゼパムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジアゼパムの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シアナミド

Cyanamide

H_2N-CN

CH_2N_2：42.04
Aminonitrile
[*420-04-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シアナミド(CH_2N_2)97.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水，メタノール，エタノール(99.5)又はアセトンに極めて溶けやすい.

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である.

本品は吸湿性である.

融点：約46℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する.

（2）　本品のアセトン溶液(1→100)1～2滴を赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により製した臭化カリウム錠剤に滴加し，風乾した後，赤外吸収スペクトル法〈*2.25*〉の薄膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約1gを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとする．この液15mLを正確に量り，希硝酸2～3滴を加えた後，アンモニア試液10mLを加える．次に0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加え，時々振り混ぜながら15分間放置した後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液50mLを正確に量り，希硝酸で中和した後，更に希硝酸3mLを加え，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝2.102mg CH_2N_2

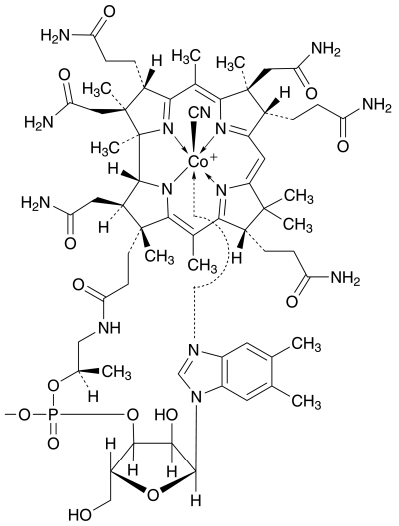
貯法

保存条件　冷所に保存する.

容器　気密容器.

シアノコバラミン

Cyanocobalamin
ビタミンB_{12}



$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37
*Co*α-[α-(5,6-Dimethyl-1*H*-benzoimidazol-1-yl)]-*Co*β-cyanocobamide
[*68-19-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)96.0～102.0%を含む.

性状　本品は暗赤色の結晶又は粉末である.

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシアノコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品1mgに硫酸水素カリウム50mgを混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水3mLを加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物0.5g，希酢酸0.5mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→500)0.5mLを加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸0.5mLを追加し，1分間煮沸しても液の赤色は消えない.

（3）　本品5mgを50mLの蒸留フラスコにとり，水5mLに溶かし，ホスフィン酸2.5mLを加えた後，短い冷却器を付け，冷却器の先端は試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液(1→50)1mL中に浸す．次いで，10分間穏やかに煮沸し，留液1mLを得るまで蒸留する．試験管中の液に硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物の飽和溶液4滴を加えて穏やかに振り混ぜ，

フッ化ナトリウム30mgを加えて沸騰するまで加熱した後，直ちに薄めた硫酸(1→7)を液が澄明になるまで滴加し，更に薄めた硫酸(1→7)3～5滴を追加するとき，液は青色～青緑色を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは4.2～7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシアノコバラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシアノコバラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：361nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム10gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整する．この液147mLにメタノール53mLを加える．

流量：シアノコバラミンの保持時間が約7分になるよう調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシアノコバラミンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たシアノコバラミンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のシアノコバラミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本操作は溶液調製後，速やかに行う．本品25mgに水10mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.5mL及び0.05mol/L塩酸試液0.5mLを加え，更に水を加えて25mLとし，振り混ぜる．5分間静置後，この液1mLに移動相を加えて10mLとした液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，2本の主ピークを示し，それらのピークの分離度は2.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　12%以下(50mg，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，100℃，4時間)．

定量法　本品及びシアノコバラミン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に1000mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長361nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シアノコバラミン注射液

Cyanocobalamin Injection

ビタミンB_{12}注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37)を含む．

製法　本品は「シアノコバラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は淡赤色～赤色澄明の液である．

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～279nm，360～362nm及び548～552nmに吸収の極大を示す．また，波長360～362nm及び548～552nmの吸収極大の波長における吸光度をA_1及びA_2とするとき，A_2 / A_1は0.29～0.32である．

エンドトキシン〈4.01〉　0.30EU/μg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)約2mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品(別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．以下「シアノコバラミン」の定量法を準用する．

シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

貯法

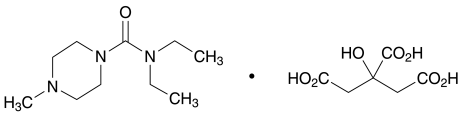
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩

Diethylcarbamazine Citrate

クエン酸ジエチルカルバマジン



$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42

N,N-Diethyl-4-methylpiperazine-1-carboxamide monocitrate

[*1642-54-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，酸味及び苦味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，アセトン，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は酸性である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.5gを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液10mLを加えた後，クロロホルム5mLずつで4回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせて水10mLで洗った後，クロロホルムを水浴上で蒸発し，残留物にヨードエタン1mLを加え，還流冷却器を付けて5分間穏やかに煮沸する．次に空気を送りながら過量のヨードエタンを蒸発して除き，エタノール(95)4mLを加えて氷水中で冷却し，かき混ぜながら沈殿を生じるまでジエチルエーテルを加え，沈殿が結晶になるまでかき混ぜる．30分間氷水中に放置した後，結晶をろ取し，エタノール(95)4mLに溶かし，同じ操作を繰り返して再結晶し，105℃で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は151～155℃である．

（2）　(1)のクロロホルムで抽出した残液に希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

融点〈*2.60*〉　135.5～138.5℃

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(2g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.75gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.14mg $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯法　容器　気密容器．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

Diethylcarbamazine Citrate Tablets

クエン酸ジエチルカルバマジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42)を含む．

製法　本品は「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.1gに対応する量をとり，水10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にライネッケ塩試液1mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相70mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液のジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約2.5mgに対応する容量$V$ mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 / V$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2－アミノベンズイミダゾールの移動相溶液(1→12500)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約50mgに対応する量を精密に量り，移動相70mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2－アミノベンズイミダゾールの移動相溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液950mLにメタノール50mLを加える．

流量：ジエチルカルバマジンの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

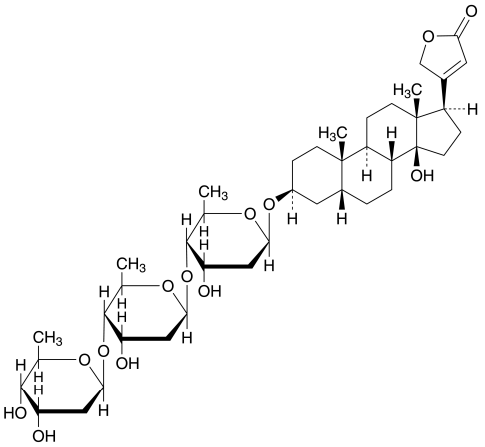
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジエチルカルバマジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ジギトキシン

Digitoxin



$C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94

3β-[2,6-Dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-14-hydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*71-63-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)90.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLに溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（2）　本品2mgに新たに調製した1,3－ジニトロベンゼンのエタノール(95)溶液(1→100)25mLを加え，振り混ぜて溶かす．この液2mLをとり，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール(95)溶液(1→200)2mLを加えて振り混ぜるとき，液は徐々に赤紫色を呈し，次に退色する．

（3）　本品及びジギトキシン標準品1mgずつをエタノール(95)／クロロホルム混液(1：1)50mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16～＋18°(乾燥後，0.5g，クロロホルム，20mL，200mm)．

純度試験　ジギトニン　本品10mgをとり，かき傷のない試験管に入れ，エタノール(95)2mLに溶かし，コレステロールのエタノール(95)溶液(1→200)2mLを加えて穏やかに混ぜ，10分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5g，減圧，100℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びジギトキシン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え，更に水12.5mLを加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジギトキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液(3→1000000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノール／水混液(3：1)

流量：ジギトキシンの保持時間が約5分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジギトキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が6以上のものを用いる．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジギトキシン錠

Digitoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94)を含む．

製法　本品は「ジギトキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（１）　本品を粉末とし，表示量に従いジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)2mgに対応する量をとり，分液漏斗に入れ，水30mLを加えて振り混ぜた後，クロロホルム30mLを加え激しく振り混ぜる．クロロホルム抽出液を少量の無水硫酸ナトリウムを置いた漏斗を用いてろ過し，すり合わせのナス型フラスコに入れる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物をクロロホルム10mLに溶かす．この液5mLを内径約10mmの小試験管にとり，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物につき，「ジギトキシン」の確認試験(1)を準用する．

（２）　(1)で得たクロロホルム溶液4mLを減圧で加温して蒸発乾固し，残留物に新たに調製した1,3－ジニトロベンゼンのエタノール(95)溶液(1→100)10mLを加え，振り混ぜて溶かす．この液2mLにつき，「ジギトキシン」の確認試験(2)を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を50mLのビーカーにとり，水0.5mLを加えて崩壊させ，アセトニトリル5mLを加え，時計皿でビーカーを覆い，水浴上で5分間加温する．冷後，ビーカーの中の液を分液漏斗Aに移し，ビーカーはクロロホルム30mL，次いで水20mLで洗い，洗液は分液漏斗Aに合わせ，よく振り混ぜて抽出する．クロロホルム抽出液は，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)5mLを入れた分液漏斗Bに分取し，振り混ぜて洗った後，クロロホルム層はあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてフラスコにろ過する．分液漏斗Aの水層は更にクロロホルム30mLずつで2回抽出し，それぞれの抽出液は先に用いた分液漏斗B中の炭酸水素ナトリウム溶液で洗った後，同様にろ過し，ろ液は先のろ液に合わせる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物に1mL中にジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)約5μgを含む液となるように薄めたエタノール(4→5)を加えて正確にV mLとし，20分間激しく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を100℃で2時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたエタノール(4→5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール(4→5)2mLずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管T，S及びBに入れる．次に0.02g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液10mLずつを正確に加えて振り混ぜ，直ちに希過酸化水素試液1mLずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，25～30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長400nm，蛍光の波長570nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の量(mg)

$$= M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V / 2000$$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に薄めた塩酸(3→500)500mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の30分間及び60分間の溶出率はそれぞれ60%以上及び85%以上である．本品は繰り返し試験の規定を適用しない．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液a＋15mLをとり，直ちに37±0.5℃に加温した同容量の試験液を注意して補う．溶出液は孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．表示量に従いジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)約2μgに対応する容量の試料溶液a mLを正確に量り共栓遠心沈殿管T_{30}に入れ，37±0.5℃で30分間加温する．更に溶出試験開始60分後，溶出液a＋15mLをとり，同様に操作した後，試料溶液a mLを正確に量り，共栓遠心沈殿管T_{60}に入れる．別にジギトキシン標準品を100℃で2時間減圧乾燥し，表示量の100倍量を精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に500mLとし，37±0.5℃で60分間加温した後，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を標準溶液とする．標準溶液及び試験液a mLずつを正確に量り，共栓遠心沈殿管T_S及びT_Bに入れる．それぞれの共栓遠心沈殿管T_{30}，T_{60}，T_S及びT_Bにクロロホルム7mLずつを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離を行う．水層を除き，クロロホルム層の5mLを正確に量り，それぞれ褐色の試験管T'_{30}，T'_{60}，T'_S及びT'_Bに入れ，この液のクロロホルムを留去した後，0.05g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液4mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，10分間放置する．次に希過酸化水素試液0.5mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25～30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長395nm，蛍光の波長560nmにおける蛍光の強さF_{30}，F_{60}，F_S，及びF_Bを測定する．

30分間におけるジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times (F_{30} - F_B) / (F_S - F_B) \times 1 / C$$

60分間におけるジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times \left(\frac{F_{60} - F_B}{F_S - F_B} + \frac{F_{30} - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{a+15}{500} \right) \times 1 / C$$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の表示量(mg)
a＋15：規定時間の溶出液の採取量(mL)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)約0.5mgに対応する量を精密に量り，水12.5mLを加えて10分間振り混ぜる．次に内標準溶液10mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を100℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水12.5mLを加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「ジギトキシン」の定量法を準用する．

ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/40$

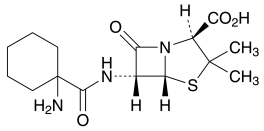
M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液(3→1000000)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

シクラシリン

Ciclacillin



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43
(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(1-Aminocyclohexanecarbonyl)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid
[*3485-14-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，シクラシリン($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．
本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクラシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋300～＋315°(2g，水，100mL，100mm)．

純度試験
（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．
（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びシクラシリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シクラシリン($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

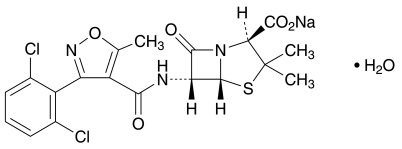
M_S：シクラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　オルシンの移動相溶液(1→500)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：酢酸アンモニウム0.771gを水約900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH4.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液850mLにアセトニトリル150mLを加える．
流量：シクラシリンの保持時間が約4分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクラシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジクロキサシリンナトリウム水和物

Dicloxacillin Sodium Hydrate
ジクロキサシリンナトリウム
メチルジクロロフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{16}Cl_2N_3NaO_5S \cdot H_2O$：510.32
Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2,6-dichlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate
[*13412-64-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり910～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジクロキサシリン($C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_5S$：470.33)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．
本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

水分〈*2.48*〉　3.0～4.5%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

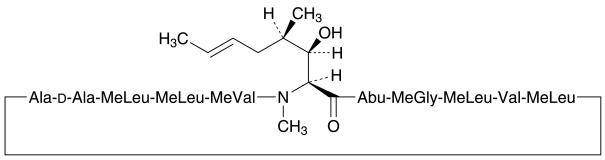
（iii）　標準溶液　ジクロキサシリンナトリウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

シクロスポリン

Ciclosporin
サイクロスポリンA



Abu = (2*S*)-2-アミノ酪酸
MeGly = *N*-メチルグリシン
MeLeu = *N*-メチルロイシン
MeVal = *N*-メチルバリン

$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$：1202.61
cyclo{-[(2*S*,3*R*,4*R*,6*E*)-3-Hydroxy-4-methyl-2-methylaminooct-6-enoyl]-L-2-aminobutanoyl-*N*-methylglycyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-valyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-alanyl-D-alanyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-valyl-}
[*59865-13-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シクロスポリン($C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．
本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクロスポリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－185～－193°(乾燥物に換算したもの0.1g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液(1)，(2)又は(3)より濃くない．

比較液(1)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.8mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

比較液(2)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL，塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.3mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.5mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

比較液(3)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の7／10倍より大きくない．また，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の1.5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシクロスポリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たシクロスポリンのピーク面積が，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(0.5g).

定量法 本品及びシクロスポリン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約30mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のシクロスポリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シクロスポリン($C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシクロスポリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．なお，試料導入部とカラムは内径0.3mm，長さ1mのステンレス管で接続する．

カラム温度：80℃付近の一定温度(試料導入部とカラムを接続するステンレス管を含む．)

移動相：水／アセトニトリル／*tert*－ブチルメチルエーテル／リン酸混液(520：430：50：1)

流量：シクロスポリンの保持時間が約27分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シクロスポリンU 3mgを水／アセトニトリル混液(1：1)2.5mLに溶かし，標準溶液2.5mLを加える．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクロスポリンU，シクロスポリンの順に溶出し，その分離度は1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

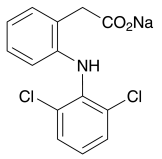
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ジクロフェナクナトリウム

Diclofenac Sodium



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$：318.13

Monosodium 2-(2,6-dichlorophenylamino)phenylacetate

[*15307-79-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水又は酢酸(100)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→250)1mLに硝酸1mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品5mgにつき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，淡緑色を呈する．

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

（4） 本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品0.05gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正

確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たジクロフェナクのピーク以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100)(3→2500)混液(4：3)

流量：ジクロフェナクの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジクロフェナクの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル35mg及びパラオキシ安息香酸プロピル0.05gを移動相100mLに溶かし，この液1mLをとり，移動相を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジクロフェナクのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水40mLに溶かし，希塩酸2mLを加え，生じた沈殿をクロロホルム50mLで抽出する．更にクロロホルム20mLずつで2回抽出し，抽出液は毎回クロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する．分液漏斗の先端及び脱脂綿はクロロホルム15mLで洗い，洗液は抽出液に合わせ，1mol/L塩酸試液のエタノール(99.5)溶液(1→100)10mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).

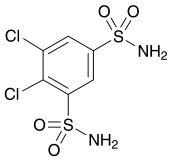
0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝31.81mg $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$

貯法　容器　気密容器.

ジクロフェナミド

Diclofenamide

ジクロルフェナミド



$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16

4,5-Dichlorobenzene-1,3-disulfonamide

[*120-97-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液100mLに溶かす．この液10mLに塩酸0.1mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロフェナミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　237～240℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.10gを*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.45mL，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.160%以下).

（2）　セレン　本品0.10gに過塩素酸／硫酸混液(1：1)0.5mL及び硝酸2mLを加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸4mLを加えた後，更に水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセレン標準液3mLを正確に量り，過塩素酸／硫酸混液(1：1)0.5mL及び硝酸6mLを加えた後，更に水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれA_T及びA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(30ppm以下).

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0nm
原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約1000℃とする．
キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（3） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジクロフェナミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積より大きくない．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：ジクロフェナミドの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジクロフェナミドのピーク面積が，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジクロフェナミドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，5時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びジクロフェナミド標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相30mLに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(3→5000)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：リン酸ナトリウム試液／アセトニトリル混液(1：1)
流量：ジクロフェナミドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジクロフェナミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ジクロフェナミド錠

Diclofenamide Tablets
ジクロルフェナミド錠

本品は定量するとき，表示量の92.0～108.0%に対応するジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16)を含む．

製法 本品は「ジクロフェナミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジクロフェナミド」0.2gに対応する量をとり，メタノール20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物0.01gを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液100mLに溶かす．この液10mLに塩酸試液0.1mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長284～288nm及び293～297nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を100℃，減圧・0.67kPa以下で5時間乾燥し，その約55mgを精密に量り，エタノール(95)10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)約50mgに対応

する量を精密に量り，移動相25mLを正確に加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を100℃，減圧・0.67kPa以下で5時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相30mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「ジクロフェナミド」の定量法を準用する．

ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

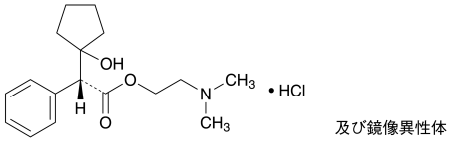
M_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(3→5000)

貯法　容器　密閉容器.

シクロペントラート塩酸塩

Cyclopentolate Hydrochloride
塩酸シクロペントラート



$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl：327.85
2-(Dimethylamino)ethyl (2*RS*)-2-(1-hydroxycyclopentyl)phenylacetate monohydrochloride
[*5870-29-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シクロペントラート塩酸塩($C_{17}H_{25}NO_3$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又は特異なにおいがある.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)，酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLにライネッケ塩試液1mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

（2）　本品0.2gを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，1分間煮沸する．冷後，硝酸2滴を加えるとき，フェニル酢酸ようのにおいを発する.

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

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である.

融点〈*2.60*〉　135～138℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－プロパノール／酢酸*n*－ブチル／水／アンモニア水(28)混液(100：60：23：17)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のエタノール(99.5)溶液(1→10)を均等に噴霧し，120℃で30分間加熱した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(1g).

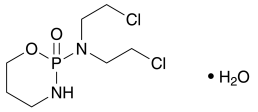
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴).ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.79mg $C_{17}H_{25}NO_3$・HCl

貯法　容器　気密容器.

シクロホスファミド水和物

Cyclophosphamide Hydrate
シクロホスファミド



$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P$・H_2O：279.10
N,N-Bis(2-chloroethyl)-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-1,3,2-oxazaphosphorin-2-amine 2-oxide monohydrate
[*6055-19-2*]

本品は定量するとき，シクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P$・H_2O)97.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けやすい.

融点：45～53℃

確認試験

（1） 本品0.1gを水10mLに溶かし，硝酸銀試液5mLを加えるとき，沈殿を生じない．この液を煮沸するとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

（2） 本品0.02gに薄めた硫酸(1→25)1mLを加え，白煙を生じるまで加熱する．冷後，水5mLを加えて振り混ぜ，アンモニア試液で中和した後，希硝酸を加えて酸性とする．この液はリン酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品0.20gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.40gをとり，20℃以下で試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下)．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

水分〈*2.48*〉 5.5～7.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品約0.3gを精密に量り，塩化水素・エタノール試液15mLを加え，還流冷却器を付け，吸湿を防ぎながら，水浴中で3.5時間加熱した後，エタノールを減圧で留去する．残留物を無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)40mLに溶かし，直ちに0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝13.96mg $C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$

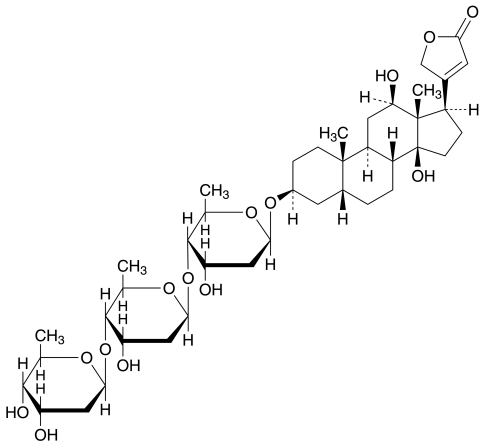
貯法

保存条件 30℃以下で保存する．

容器 気密容器．

ジゴキシン

Digoxin



$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94

3β-[2,6-Dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*20830-75-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)96.0～106.0%を含む．

性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLに溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

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

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋10.0～＋13.0°(乾燥後，0.2g，無水ピリジン，10mL，100mm)．

純度試験

（1） 溶状 本品0.10gに薄めたエタノール(4→5)15mLを加え，70℃に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質 本品25.0mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水10mL及び希エタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にギトキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その5.0mgを正確に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のギトキシンの

ピーク面積A_T及びA_Sを求めるとき，A_TはA_Sより大きくない．また，試料溶液から得たジゴキシン及びギトキシン以外のピークの合計面積は面積百分率法により求めるとき，3%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLに水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07～0.13%になることを確認する．

システムの性能：本品25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)5mLを加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，減圧，105℃，1時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びジゴキシン標準品を乾燥し，その約25mgを精密に量り，それぞれを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジゴキシン錠

Digoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～105.0%に対応するジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94)を含む．

製法　本品は「ジゴキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ジゴキシン」0.5mgに対応する量をとり，メタノール2mLを加えて，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品0.5mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(3→100)1容量にトリクロロ酢酸のエタノール(99.5)溶液(1→4)4容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱した後，紫外線(主波長366nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品20個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「ジゴキシン」2.5mgに対応する量を量り，希エタノール30mLを加え，20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜる．冷後，希エタノールを加えて50mLとし，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジゴキシン以外のピークの合計量は5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mL

に溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLに水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07～0.13%になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)5mLを加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水0.5mLを加えて崩壊させ，内標準溶液0.5mLを正確に加えた後，1mL中にジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約21μgを含む液となるように希エタノールV mLを加え20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．更に，この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液0.5mLを正確に加え，水1.5mL及び希エタノール($V-2$)mLを加えて標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/200$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピル1gをエタノール(95)に溶かし，40000／V mLとする．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に薄めた塩酸(3→500)500mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は65%以上である．本品は繰り返し試験の規定を適用しない．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，少量のエタノール(95)に溶かした後，エタノール(95)／水混液(4：1)を加えて正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液2mLずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管に入れる．これらに0.012g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液10mLずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに希過酸化水素試液1mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25～30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起波長360nm，蛍光波長485nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times 1 / C$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約2.5mgに対応する量を精密に量り，希エタノール30mLを加え，20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜる．内標準溶液5mLを正確に加え，希エタノールを加えて50mLとし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジゴキシン注射液

Digoxin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～105.0%に対応するジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94)を含む．

製法　本品は「ジゴキシン」を10～50vol%エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い1mL中に「ジゴキシン」約0.25mgを含む液となるように必要ならばメタノールを加え，試料溶液とする．なお，他成分の影響を受ける場合は固相抽出などを行う．別にジゴキシン標準品0.5mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(3→100)1容量にトリクロロ酢酸のエタノール(99.5)溶液(1→4)4容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱した後，紫外線(主波長366nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

アルコール数〈1.01〉　0.8～1.2(第1法)．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「ジゴキシン」約2.5mgに対応する容量を量り，希エタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジゴキシンのピーク以外のピークの合計量は5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLに，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07～0.13%になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)5mLを加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　200EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約2.5mgに対応する量を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に希エタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

次硝酸ビスマス

Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス(Bi：208.98)71.5～74.5%を含む.

性状　本品は白色の粉末である.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが，泡立たない.

本品はわずかに吸湿性があり，潤した青色リトマス紙に接触するとき，これを赤変する.

確認試験　本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.7gを水2mL及び硝酸2mLに溶かし，これに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は硝酸2mLを水浴上で蒸発乾固し，0.01mol/L塩酸0.70mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下).

（2）　硫酸塩　本品3.0gを加温した硝酸3.0mLに溶かし，この液を水100mL中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発して30mLとし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5mLに硝酸バリウム試液2～3滴を加えるとき，混濁しない.

（3）　アンモニウム　本品0.10gに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

（4）　銅　(2)の試料溶液5mLにアンモニア試液2mLを加え，ろ過した液は青色を呈しない.

（5）　鉛　本品1.0gに水酸化カリウム溶液(1→6)5mLを加え，注意しながら2分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液10滴を加え，酢酸(100)を1滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない.

（6）　銀　(2)の試料溶液5mLに硝酸0.5mL及び希塩酸2～3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（7）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品2.0gに薄めた酢酸(31)(1→2)40mLを加え，2分間煮沸し，冷後，水を加えて40mLとし，ろ過する．ろ液20mLに希塩酸2mLを加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じた後，ろ過し，残留物を水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は5.0mg以下である.

（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20gに硫酸2mLを加え，白煙を発生するまで加熱し，注意して水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(10ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(2g，105℃，2時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，薄めた硝酸(2→5)5mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水200mLを加え，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：キシレノールオレンジ試液5滴)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が黄色に変わるときとする.

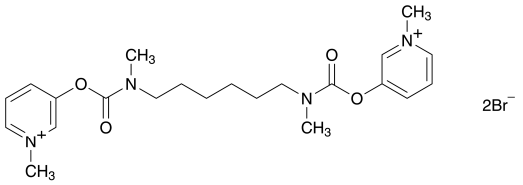
0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝4.180mg Bi

貯法　容器　密閉容器.

ジスチグミン臭化物

Distigmine Bromide

臭化ジスチグミン



$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32

3,3′-[Hexamethylenebis(methyliminocarbonyloxy)]bis(1-methylpyridinium) dibromide

[*15876-67-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい.

本品の水溶液(1→100)のpHは5.0～5.5である.

本品はやや吸湿性である.

本品は光によって徐々に着色する.

融点：約150℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（3）　本品の水溶液(1→10)5mLに希硝酸2mLを加えた液は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品0.25gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　類縁物質　本品40mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを

加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(8：3：2：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(8：1)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法，白金電極)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.82mg $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ジスチグミン臭化物錠

Distigmine Bromide Tablets

臭化ジスチグミン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32)を含む.

製法　本品は「ジスチグミン臭化物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長268～272nmに吸収の極大を示し，波長239～243nmに吸収の極小を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液30mLを加え，1時間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約30μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の量(mg)

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

M_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水500mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用臭化ジスチグミン(別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する.

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

M_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量(mg)

C：1錠中のジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約15mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液30mLを加えて1時間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用臭化ジスチグミン(別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}並びに241nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}を測定する.

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の量(mg)

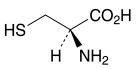
$= M_S \times (A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1}) \times 1/2$

M_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

L－システイン

L-Cysteine



$C_3H_7NO_2S$：121.16

(2*R*)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid

[*52-90-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L－システイン($C_3H_7NO_2S$)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味はえぐい．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は1mol/L塩酸試液に溶ける．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋8.0～＋10.0°(乾燥物に換算したもの2g，1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.25gを水50mLに溶かした液のpHは4.7～5.7である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.30gを薄めた硝酸(1→4)10mLに溶かし，過酸化水素(30)10mLを加え，沸騰水浴中で20分間加熱後，冷却し，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.35mLを加える(0.041%以下)．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.6gを水30mL及び希塩酸3mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液4mLずつを加える(0.028%以下)．

（4） アンモニウム〈1.02〉 本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（5） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

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

（7） 類縁物質 本品0.10gを*N*－エチルマレイミド溶液(1→50)に溶かし，正確に10mLとし，30分間放置後，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液(1)とする．別にL－シスチン0.10gを0.5mol/L塩酸に溶かし，正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

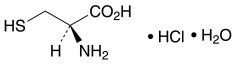
定量法 本品約0.2gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ水20mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム4gを溶かした後，直ちに氷水中に入れ，希塩酸5mL及び0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え，20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝12.12mg $C_3H_7NO_2S$

貯法 容器 気密容器．

L－システイン塩酸塩水和物

L-Cysteine Hydrochloride Hydrate



$C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$：175.63

(2*R*)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid monohydrochloride monohydrate

[*7048-04-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L－システイン塩酸塩($C_3H_7NO_2S \cdot HCl$：157.62)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおい及び強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は6mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液(1→50)10mLに過酸化水素(30)1mLを加え，水浴上で20分間加熱した後，冷却した液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋6.0～＋7.5°(乾燥物に換算したもの2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは1.3～2.3である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.8gを水30mL及び希塩酸3mLに溶かし，水を加えて50mLとした液を検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液4mLずつを加える(0.021%以下)．

（3） アンモニウム〈1.02〉 本品0.25gをとり，試験を行う．

比較液はアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).
ただし，本試験は減圧蒸留法により行う.

（４） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

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

（６） 類縁物質　本品0.10gを*N*－エチルマレイミド溶液(1→50)に溶かし，10mLとし，30分間放置後，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　8.5～12.0%(1g，減圧，酸化リン(V)，20時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

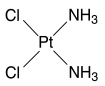
定量法　本品約0.25gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ，水20mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム4gを溶かした後，直ちに氷水中に入れ，希塩酸5mL及び0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え，20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝15.76mg $C_3H_7NO_2S$・HCl

貯法　容器　気密容器.

シスプラチン

Cisplatin



$Cl_2H_6N_2Pt$：300.05
(*SP*-4-2)-Diamminedichloroplatinum
[*15663-27-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シスプラチン($Cl_2H_6N_2Pt$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である.

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→2000)5mLに塩化スズ(Ⅱ)二水和物溶液(1→100)2～3滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる.

（２） 本品の塩化ナトリウムの0.01mol/L塩酸試液溶液(9→1000)溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシスプラチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（４） 本品の水溶液(1→2000)は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

純度試験　アンミントリクロロ白金酸アンモニウム　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50mgを塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウムを80℃で3時間乾燥し，その10mgを塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かして正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，塩化ナトリウム溶液(9→1000)を加えて，正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：209nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に第四級アンモニウム基を導入した10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→800)

流量：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間が約8分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，2.0以下である.

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，105℃，4時間).

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシスプラチン標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のシスプラチンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定する.

シスプラチン($Cl_2H_6N_2Pt$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：シスプラチン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：310nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸エチル／メタノール／水／*N,N*－ジメチルホルムアミド混液(25：16：5：5)

流量：シスプラチンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

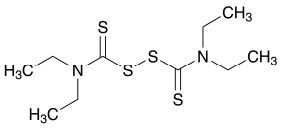
システムの性能：標準溶液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジスルフィラム

Disulfiram



$C_{10}H_{20}N_2S_4$：296.54

Tetraethylthiuram disulfide

[*97-77-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジスルフィラム($C_{10}H_{20}N_2S_4$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

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

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

融点〈*2.60*〉　70～73℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　ジエチルジチオカルバミン酸　本品0.10gをトルエン10mLに溶かし，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20)10mLを加えて振り混ぜる．水層を分取し，トルエン10mLで洗った後，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→250)5滴及びトルエン2mLを加えて，振り混ぜ，静置するとき，トルエン層は淡黄色を呈さない．

（4）　類縁物質　本品50mgをメタノール40mLに溶かし，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジスルフィラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジスルフィラムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(7：3)

流量：ジスルフィラムの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：本品50mg及びベンゾフェノン50mgをメタノール40mLに溶かし，水を加えて50mLとする．この液1mLを量り，移動層を加えて200mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾフェノン，ジスルフィラムの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たジスルフィラムのピーク高さが15～30mmになるように調整する．

面積測定範囲：ジスルフィラムの保持時間の約3.5倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(2g，シリカゲル，24時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

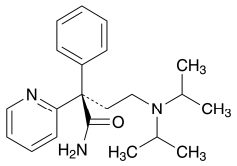
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，アセトン20mLに溶かし，次に水1.5mL及びヨウ化カリウム1.0gを加え，よく振り混ぜて溶かす．これに塩酸3.0mLを加え，密栓して振り混ぜ，暗所に3分間放置した後，水70mLを加え，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝14.83mg $C_{10}H_{20}N_2S_4$

貯法　容器　気密容器．

ジソピラミド

Disopyramide



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{29}N_3O$：339.47

(2*RS*)-4-Bis(1-methylethyl)amino-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)butanamide

[*3737-09-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジソピラミド($C_{21}H_{29}N_3O$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，無水酢酸，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→20)1mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は172～176℃である.

（2）　本品の0.05mol/L硫酸・メタノール試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(269nm)：194～205(10mg，0.05mol/L硫酸・メタノール試液，500mL).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにエタノール(95)10mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.40gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に400mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／アンモニア水(28)混液(45：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，80℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

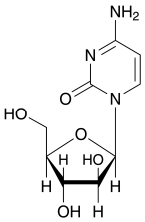
定量法　本品約0.25gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.97mg $C_{21}H_{29}N_3O$

貯法　容器　気密容器.

シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$：243.22

1-β-D-Arabinofuranosylcytosine

[*147-94-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シタラビン($C_9H_{13}N_3O_5$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

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

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける.

融点：約214℃(分解).

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋154～＋160°(乾燥後，0.1g，水，10mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色透明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える．(20ppm

以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)10mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和1－ブタノールを展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．また，この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g).

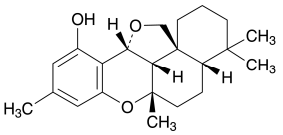
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝12.16mg $C_9H_{13}N_3O_5$

貯法　容器　気密容器.

シッカニン

Siccanin



$C_{22}H_{30}O_3$：342.47

(4a*S*,6a*S*,11b*R*,13a*S*,13b*S*)-4,4,6a,9-Tetramethyl-1,2,3,4,4a,5,6,6a,11b,13b-decahydro-13*H*-benzo[*a*]furo[2,3,4-*mn*]xanthen-11-ol

[*22733-60-4*]

本品は，*Helminthosporium siccans*の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり980～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，シッカニン($C_{22}H_{30}O_3$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシッカニン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－165～－175°(0.1g，エタノール(99.5)，10mL，100mm).

融点〈2.60〉　138～142℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.20gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／アセトン混液(5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－クロロベンゼンジアゾニウム塩試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，3個以下で標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，80℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びシッカニン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シッカニン($C_{22}H_{30}O_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：シッカニン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　1,4－ジフェニルベンゼンのメタノール溶液(1→30000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH5.9のリン酸塩緩衝液混液(19：6)

流量：シッカニンの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

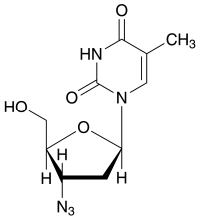
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シッカニン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジドブジン

Zidovudine



$C_{10}H_{13}N_5O_4$：267.24

3′-Azido-3′-deoxythymidine

[*30516-87-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジドブジン($C_{10}H_{13}N_5O_4$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄褐色となる．

融点：約124℃

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジドブジン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びジドブジン標準品をそれぞれ少量の水に溶かした後，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋60.5～＋63.0°(脱水物に換算したもの0.5g，エタノール(99.5)，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，トリフェニルメタノール及びその他の類縁物質　本品0.20gをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用チミン，薄層クロマトグラフィー用1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン及び薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール20mgずつをとり，試料溶液1mLを加え，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得た1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミンのスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くなく，試料溶液から得た主スポット，チミン及び1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミンのスポット以外のスポットは標準溶液から得たジドブジンのスポットより濃くない．ただし，標準溶液の3つのスポットはR_f値の小さい順に，チミン，1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，ジドブジンのスポットである．更に，これにバニリンの硫酸溶液(1→100)を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たトリフェニルメタノールのスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（3）　チミン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジン及びその他の類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用チミン約20mgを精密に量り，メタノール100mLに溶かし，移動相を加えて，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のチミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式によりチミンの量を求めるとき，2.0%以下である．また，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりチミン以外の類縁物質の量を求めるとき，ジドブジンに対する相対保持時間が1.2の3′－クロロ－3′－デオキシチミジンは1.0%以下，その他の類縁物質は0.5%以下である．また，上記で得たチミン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジン及びその他の類縁物質の合計を求めるとき，3.0%以下である．

チミンの量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 10

M_S：液体クロマトグラフィー用チミンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドブジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジドブジンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のジドブジンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

水分〈2.48〉　1.0%以下(0.25g，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.5g).

定量法　本品及びジドブジン標準品(別途「ジドブジン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のジドブジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジドブジン($C_{10}H_{13}N_5O_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したジドブジン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(4：1)

流量：ジドブジンの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品50mgを移動相50mLに溶かす．別に液体クロマトグラフィー用3′－クロロ－3′－デオキシチミジン5mgを移動相50mLに溶かす．これらの液をそれぞれ10mL及び1mLをとり，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジドブジン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジンの順に溶出し，その分離度は1.4以上であり，ジドブジンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジドブジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

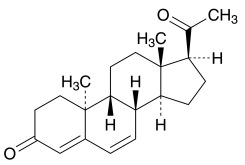
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジドロゲステロン

Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

9β,10α-Pregna-4,6-diene-3,20-dione

[*152-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgに4－メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液5mL及び硫酸2～3滴を加え，水浴中で2分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－470～－500°(乾燥後，0.1g，クロロホルム，10mL，100mm).

融点〈2.60〉　167～171℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により，操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品10mgを移動相200mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジドロゲステロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジドロゲステロンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／エタノール(95)／アセトニトリル混液(53：26：21)

流量：ジドロゲステロンの保持時間が約12分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びプロゲステロン1mgずつを移動相20mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジドロゲステロン，プロゲステロンの順に溶出し，その分離度が8以上のものを用いる．ただし，測定波長は，265nmとする．

検出感度：標準溶液10μLから得たジドロゲステロンのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドロゲステロンの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，24時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて，正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長286nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)＝A／845 × 100000

貯法　容器　気密容器.

ジドロゲステロン錠

Dydrogesterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$：312.45)を含む.

製法　本品は「ジドロゲステロン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジドロゲステロン」0.05gに対応する量をとり，メタノール50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLを水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ジドロゲステロン」の確認試験(1)を準用する.

（2）　(1)のろ液1mLをとり，メタノールを加えて200mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長284～288nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，粉砕し，メタノールを加えて正確に100mLとする．錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約5μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/20$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長296nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 9$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)
C：1錠中のジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約10mgに対応する量を精密に量り，メタノール50mLを加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンを酸化リン(V)を乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長286nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

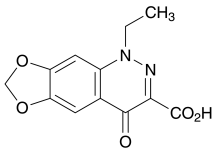
ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

シノキサシン

Cinoxacin



$C_{12}H_{10}N_2O_5$：262.22
5-Ethyl-8-oxo-5,8-dihydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]cinnoline-7-carboxylic acid
[*28657-80-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い.

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける.

融点：約265℃(分解).

確認試験

（1） 本品30mgを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液1mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.20gを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，0.1mol/L塩酸試液20mLを加えて振り混ぜ，ろ過し，ろ液に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.20mL，希水酸化ナトリウム試液10mL，0.1mol/L塩酸試液20mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 類縁物質 本品10mgをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(14：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，1時間).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)60mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.22mg $C_{12}H_{10}N_2O_5$

貯法 容器 気密容器.

シノキサシンカプセル

Cinoxacin Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$：262.22)を含む．

製法 本品は「シノキサシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「シノキサシン」10mgに対応する量をとり，アセトン20mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液3mLをとり，アセトンを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシン10mgをとり，アセトン20mLに溶かす．この液3mLをとり，アセトンを加えて10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(14：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，希水酸化ナトリウム試液40mLを加えて微温湯中で時々振り混ぜながらカプセルを溶かし，冷後，水を加えてよく振り混ぜた後，1mL中にシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約1mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約0.2gを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，水を加えて正確に200mLとする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長354nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長351nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

C：1カプセル中のシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，内容

物を取り出し，粉末とする．カプセルは，少量のジエチルエーテルで洗い，室温に放置してジエチルエーテルを揮散させた後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長354nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

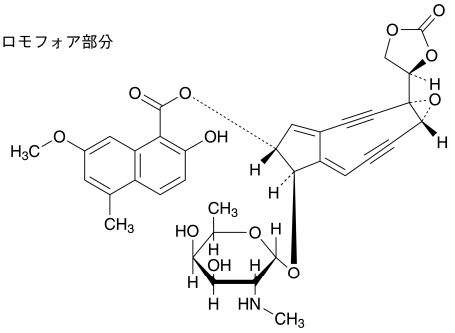
貯法　容器　密閉容器．

ジノスタチン　スチマラマー

Zinostatin Stimalamer

ジノスタチンスチマラマー

クロモフォア部分



(4*S*,6*R*,11*R*,12*R*)-11-[α-D-2,6-Dideoxy-2-(methylamino)-galactopyranosyloxy]-4-[(4*R*)-2-oxo-1,3-dioxolan-4-yl]-5-oxatricyclo[8.3.0.0^{4,6}]trideca-1(13),9-diene-2,7-diyn-12-yl 2-hydroxy-7-methoxy-5-methylnaphthalene-1-carboxylate

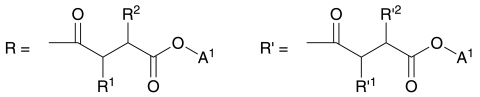
スチレン－マレイン酸交互共重合体が結合したアポプロテイン部分

R'

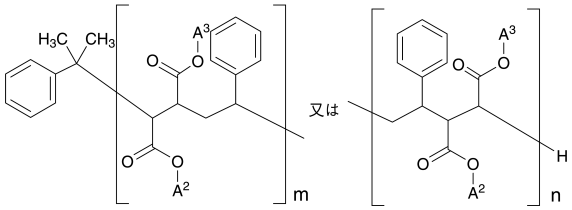
R-**AAPTATVTPS SGLSDGTVVK VAGAGLQAGT AYDVGQCAWV DTGVLACNPA**

DFSSVTADAD GSASTSLTVR RSFEGFLFDG TRWGTVDCTT AACQVGLSDA

AGNGPEGVAI SFN



R^1 及び R^2 は，互いに異なりそれぞれ



を表す．R'^1 及び R'^2 も同様である．

A^1 = H 又は NH_4

A^2, A^3 = H 又は NH_4 又は C_4H_9（A^2, A^3 が共に C_4H_9 を示すことはない）

m + n ：平均約 5.5

[*123760-07-6*]

本品はクロモフォアとアポプロテイン(113個のアミノ酸よりなるポリペプチド)よりなるジノスタチン1分子に，部分ブチルエステル化したスチレン－マレイン酸交互共重合体2分子を結合させて得られる平均分子量約15000の物質である．交互共重合体はアポプロテインのN末端のアラニンのα－アミノ基及び20位のリジンのε－アミノ基とアミド結合している．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1080μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジノスタチンスチマラマーとしての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は微黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品10mgを水酸化ナトリウム試液1mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品1mgをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液1mLに溶かし，トリクロロ酢酸溶液(1→5)0.5mLを加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品及びジノスタチンスチマラマー標準品のpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとジノスタチンスチマラマー標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品及びジノスタチンスチマラマー標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとジノスタチンスチマラマー標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(268nm)：15.5～18.5(脱水物に換算したもの4mg，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，10mL).

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－30.0～－38.0°(脱水物に換算したもの20mg，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，5mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品10mgを水1mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

純度試験

（1） 溶状　本品20mgをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液2mLに溶かすとき，液は澄明である．この液に0.05mol/Lリン酸塩緩衝液3mLを加え，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.25以下である．

（2） 重金属〈1.07〉　本品40mgを正確に量り，るつぼに入れ，第2法により炭化及び灰化した後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，その質量M_T gを量る．次に，残留物を薄めた塩酸(1→5)0.1mLで潤し，水1mL，薄めたアンモニア試液(1→2)85μL及び希酢酸0.1mLを加え，更に水を加えてその質量をM_T＋2.0gとする．この液に薄めたアンモニア試液(1→20)又は薄めた塩酸(1→50)を加え，pHを3.2～3.4とした後，水を加えてその質量をM_T＋2.5gとし，検液とする．別に試料を用いないで検液の調製と同様に操作し，空試験液とする．また，硝酸2mL，硫酸5滴及び塩酸2mLをとり，第2法により蒸発乾固する．冷後，その質量M_S gを量る．次に，残留物を薄めた塩酸(1→5)0.1mLで潤し，以下検液の調製と同様に操作し，pHを3.2～3.4とした後，鉛標準液80μLを加え，更に水を加えてその質量をM_S＋2.5gとし，比較液とする．検液，空試験液及び比較液に，それぞれ薄めた硫化ナトリウム試液(1→6)10μLを加えて混和し，5分間放置した後，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長400nmにおける吸光度A_T，A_0及びA_Sを測定するとき，A_T-A_0はA_S-A_0より大きくない(20ppm以下).

（3） スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル及びネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物

（i） 試液

溶液A　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール36.6gを1mol/L塩酸試液48mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.23mL及び水に溶かし，100mLとする．

溶液B　アクリルアミド33.3g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド0.89gを水に溶かし，100mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液C　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール5.98gを1mol/L塩酸試液48mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.46mL及び水に溶かし，100mLとする．

溶液D　アクリルアミド10.0g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド2.5gを水に溶かし，100mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液E　リボフラビン4mgを水に溶かし，100mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液F　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール3.0g及びグリシン14.4gを水に溶かし，500mLとする．

試料用緩衝液　溶液C 50mLに水20mL及びグリセリン溶液(3→5)10mLを加える．

（ii） ゲル

分離ゲル　溶液A 2.5mLと溶液B 7.5mLを混合する．この混合液及び用時調製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液(7→5000)10mLを減圧で脱気した後，混合する．この液を内径5mm，長さ10cmのガラス管に下端から7cmまで流し込み，その上に水を静かに重層し，60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

濃縮ゲル　溶液C 1mL，溶液D 2mL，溶液E 1mL及び水4mLを混合した濃縮ゲル溶液を分離ゲルの上に0.2mL流し込み，その上に水を静かに重層し，蛍光灯下で60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

（iii） 標準溶液　脱水物に換算したスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル約6mgを精密に量り，試料用緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．別に脱水物に換算したネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物約6mgを精密に量り，試料用緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．これらの液1mLずつを正確に量り，試料用緩衝液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品の換算した脱水物約5mgを精密に量り，試料用緩衝液に溶かし，正確に10mLとする．

（v） 操作法　ゲルを電気泳動装置に取り付ける．上部電極槽(陰極)に溶液F 200mL及びブロモフェノールブルー溶液(1→100000)2mLの混合液を加え，下部電極槽(陽極)に溶液F 300mLを加える．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，別々のゲルの上部に静かに重層した後，室温で泳動する．ブロモフェノールブルーの帯が濃縮ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり2mAの電流を通じ，分離ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり4mAの電流を通じる．ブロモフェノールブルーの帯が分離ゲル上端から5cmに達したとき，泳動を終了させる．

（vi） 染色及び脱色　クーマシーブリリアントブルーG－

250 0.1gをトリクロロ酢酸溶液(1→2)100mLに溶かし，用時，この液1容量と水2容量を混合した液に15時間浸して染色した後，酢酸(100)溶液(7→100)約20mLに浸し，脱色する．この液をゲルの背景が無色になるまで繰り返し交換する．

(vii)　測定　デンシトメーターを用いて波長600nmにおける吸光度より試料溶液及び標準溶液のスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル及びネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物のピーク面積A_{T1}，A_{T2}，A_{S1}及びA_{S2}を測定する．次式によりスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル及びネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量を求めるとき，それぞれ3.0%以下である．

スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの量(%)

$= M_{S1} / M_T \times A_{T1} / A_{S1} \times 5 / 2$

ネオカルノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量(%)

$= M_{S2} \times (P_S / 100) / M_T \times A_{T2} / A_{S2} \times 5 / 2$

M_{S1}：脱水物に換算したスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの秤取量(mg)

M_{S2}：脱水物に換算したネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の秤取量(mg)

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

P_S：ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の純度(%)

(4)　ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物　本品の換算した脱水物約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に1mLとし，試料原液とする．別にネオカルチノスタチン(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準原液とする．試料原液及び標準原液0.2mLずつを正確に量り，それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物38.1gを希水酸化ナトリウム試液に溶かし，1000mLとした液1.5mLを正確に加え，次に2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム二水和物溶液(1→20)1.2mLを正確に加え，室温で10分間放置した後，亜硫酸ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液6mLを正確に加えてよく振り混ぜ，試料溶液及び標準溶液とする．別に試料原液0.2mLを正確に量り，これに四ホウ酸ナトリウム十水和物38.1gを希水酸化ナトリウム試液に溶かし，1000mLとした液1.5mL及び水1.2mLをそれぞれ正確に加え，室温で10分間放置した後，亜硫酸ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液6mLを正確に加えてよく振り混ぜ，空試験液とする．試料溶液，標準溶液及び空試験液0.25mLを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物のトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体のピーク面積A_T，それとほぼ同一保持時間の標準溶液のネオカルチノスタチンのトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体のピーク面積A_S及び空試験液のピーク面積A_0を測定する．次式によりネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物の量を求めるとき，5.0%以下である．

ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物の量(%)

$= M_S / M_T \times (A_T - A_0) / A_S \times 2 \times 2.280$

M_S：脱水物に換算したネオカルチノスタチンの秤取量(mg)

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：436nm)

カラム：内径7.5mm，長さ75mmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんし，プレカラムとする．また，内径7.5mm，長さ60cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんし，分離用カラムとし，プレカラムに連結する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.78g及び無水リン酸水素二ナトリウム5.52gを水に溶かし，1000mLとする．

流量：ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物のトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体の保持時間が約21分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準原液0.25mLにつき，測定波長254nmにおいて上記の条件で操作するとき，ネオカルチノスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液0.25mLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，ネオカルチノスタチンのトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体のピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

(5)　工程由来の無機塩類　別に規定する．

水分〈2.48〉　12.0%以下(10mg，電量滴定法)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．ただし，(iii)，(iv)及び(v)の操作は直接又は間接の日光を避けて行う．

(i)　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の3)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9～8.1とする．

(iii)　標準溶液　ジノスタチンスチマラマー標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，高濃度標準溶液とする．高濃度標準溶液5mLを正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，高濃度試料溶液とする．高濃度試料溶液5mLを正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確

に20mLとし，低濃度試料溶液とする．

（v）　操作法　培養前に，3～5℃で2時間放置する．

貯法

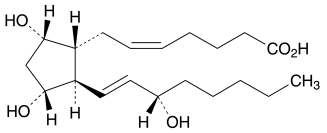
保存条件　遮光して，－20℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジノプロスト

Dinoprost

プロスタグランジンF_{2a}



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

(5*Z*)-7-{(1*R*,2*R*,3*R*,5*S*)-3,5-Dihydroxy-2-[(1*E*,3*S*)-3-hydroxyoct-1-en-1-yl]cyclopentyl}hept-5-enoic acid

[*551-11-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジノプロスト($C_{20}H_{34}O_5$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色のろう状の塊又は粉末，若しくは無色～淡黄色澄明の粘稠性のある液で，においはない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品5mgに硫酸2mLを加え，5分間振り混ぜて溶かすとき，液は暗赤色を呈する．この液に硫酸30mLを追加するとき，液はだいだい黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（2）　本品1mgを薄めた硫酸(7→10)50mLに溶かし，50℃の水浴中で40分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を40℃に加温して液状としたものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24～＋31°(0.2g，エタノール(99.5)，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gをエタノール(99.5)5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　類縁物質　本品10mgをメタノール2mLに溶かし，更に水を加えて10mLとし，試料溶液とする．試料溶液3mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジノプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のジノプロストのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(5：2)

流量：ジノプロストの保持時間が約20分になるように調整する．

カラムの選定：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル0.01gずつをメタノール2mLに溶かし，更に水を加えて10mLとする．この液1mLをとり，薄めたメタノール(1→5)を加えて30mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度が2.5以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液から得たジノプロストのピーク高さがフルスケールの5～15%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジノプロストの保持時間の約1.5倍の範囲

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約50mgを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，窒素気流中で0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝7.090mg $C_{20}H_{34}O_5$

貯法

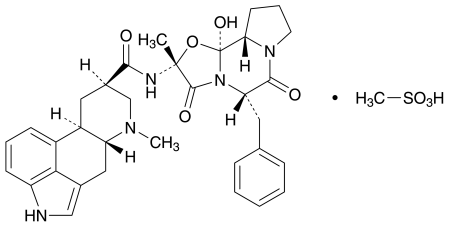
保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩

Dihydroergotamine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴタミン



$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：679.78

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methyl-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*6190-39-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩($C_{33}H_{37}N_5O_5$・CH_4O_3S)97.0％以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色又は灰白色～帯赤白色の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約214℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1mgをL－酒石酸溶液(1→100)5mLに溶かし，この液1mLに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　本品0.1gに水酸化ナトリウム0.4gを加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，灰化する．冷後，残留物に水10mLを加え，沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に塩酸0.5mLを加えた液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．別に本品0.1gに希塩酸5mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は澄明である．

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

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16.7～－22.7°(乾燥物に換算したもの0.5g，エタノール(99.5)／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(10：10：1)，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.05gを水50mLに溶かした液のpHは4.4～5.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをメタンスルホン酸溶液(7→100)0.1mL及び水50mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液(1)又は(2)より濃くない．

比較液(1)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.6mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.15mLをそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

比較液(2)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.6mL，塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.25mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.1mLをそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

（2）　類縁物質　本操作は，光を避けて，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確にとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．この液10mLを正確にとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に25mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：6：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を冷風で1分以内に乾燥する．直ちに，新たに調製したジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：6：1)を展開溶媒として約15cm再び展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，薄層板を温風で乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，かつ標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0％以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，100℃，6時間)．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(10：1)170mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/L過塩素酸1mL＝13.60mg $C_{33}H_{37}N_5O_5$・CH_4O_3S

貯法

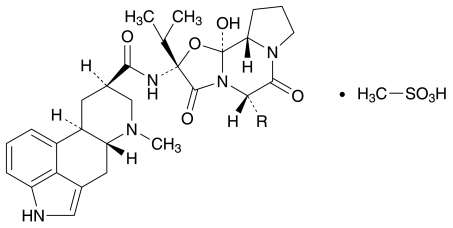
保存条件　遮光して保存する．

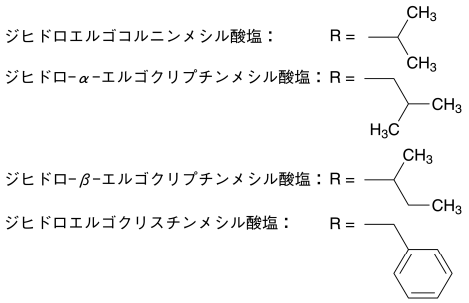
容器　気密容器．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩

Dihydroergotoxine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴトキシン





ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩

$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：659.79

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′,5′-bis(1-methylethyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(2-methylpropyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(1-methylpropyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩

$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：707.84

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-(1-methylethyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*8067-24-1*，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩[ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩($C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩($C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の混合物]を97.0～103.0%含み，ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩($C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩($C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の相対含量はそれぞれ30.3～36.3%である．また，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)とジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の相対含量比は1.5～2.5：1である．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋11.0～＋15.0°(脱水物に換算したもの0.2g，希エタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水20mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液よりも濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLに硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.4mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mLに薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に200mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.100gを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)に溶かし，正確に5mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン10mgを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液6mL，4mL及び2mLをそれぞれ正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて，それぞれ正確に10mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．ただし，展開用容器にろ紙を入れない．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を冷風で乾燥し，直ちに新たに調製したジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：3：1)を展開溶媒とし再び約15cm展開した後，薄層板を1分以内に冷風で乾燥させる．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液を均等に噴霧し，冷風で2分以内に乾燥し，次に40℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下で，かつ標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは4個以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法

（1）　ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩　本品及びジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品約30mgずつを精密に量

り，それぞれを水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(3：1)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比を求め，次式によりジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩の量を求める．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩の量(mg)
$= M_S \times (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) / (Q_{SA} + Q_{SB} + Q_{SC} + Q_{SD})$

M_S：脱水物に換算したジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)
Q_{TA}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80
Q_{TB}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ－α－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
Q_{TC}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85
Q_{TD}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
Q_{SA}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80
Q_{SB}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ－α－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
Q_{SC}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85
Q_{SD}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

内標準溶液　クロラムフェニコール0.04gを水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，250mLとする．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン混液(30：10：1)
流量：クロラムフェニコールの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン，ジヒドロ－β－エルゴクリプチンの順に溶出し，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンとジヒドロエルゴクリスチンの分離度は1.5以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ0.5%以下である．

（2）　ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量　定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムよりジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩(ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩とジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量を以下の式に従い求める．

ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩の相対含量(%)
$= Q_{TA} / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$
ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩の相対含量(%)
$= (Q_{TB} + Q_{TD}) / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$
ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量(%)
$= Q_{TC} / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$

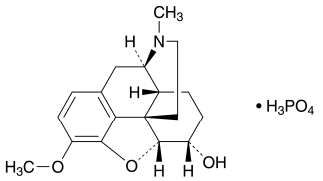
（3）　ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比　定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムより以下の式に従い求める．

ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比
$= Q_{TB} / Q_{TD}$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩

Dihydrocodeine Phosphate
リン酸ジヒドロコデイン
リン酸ヒドロコデイン



$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38
(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-ol monophosphate
[*24204-13-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．
本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．
本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液(1→20)はリン酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下)．

（3） 類縁物質 本品0.20gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／トルエン／アセトン／アンモニア水(28)混液(14：14：7：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(0.5g，105℃，4時間)．

定量法 本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.94mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散1%

1% Dihydrocodeine Phosphate Powder
リン酸ジヒドロコデイン散1%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38)0.90～1.10%を含む．

製法

ジヒドロコデインリン酸塩	10g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験 本品の水溶液(1→100)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281～285nmに吸収の極大を示す．

定量法 本品約5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン(別途105℃，4時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(3→10000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．
流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散10%

10% Dihydrocodeine Phosphate Powder
リン酸ジヒドロコデイン散10%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩

($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38)9.3～10.7%を含む.

製法

ジヒドロコデインリン酸塩	100g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する.

確認試験　本品の水溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281～285nmに吸収の極大を示す.

定量法　本品約2.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン(別途105℃，4時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する.

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

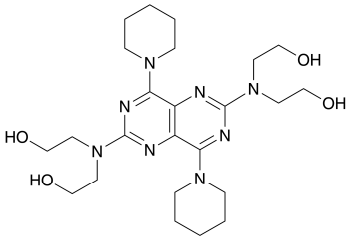
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

ジピリダモール

Dipyridamole



$C_{24}H_{40}N_8O_4$：504.63

2,2′,2″,2‴-{[4,8-Di(piperidin-1-yl)pyrimido[5,4-*d*]pyrimidine-2,6-diyl]dinitrilo}tetraethanol

[*58-32-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジピリダモール($C_{24}H_{40}N_8O_4$)98.5%以上を含む.

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品5mgを硫酸2mLに溶かし，硝酸2滴を加えて振り混ぜるとき，液は濃紫色を呈する.

（2）　本品のメタノール／塩酸混液(99：1)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈*2.60*〉　165～169℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをクロロホルム10mLに溶かすとき，液は黄色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジピリダモール以外のピークの合計面積は，標準溶液のジピリダモールのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム0.2gを水200mLに溶かし，メタノール800mLを加える．

流量：ジピリダモールの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：ジピリダモールの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たジピリダモールのピーク面積が，標準溶液のジピリダモールのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品7mg及びテルフェニル3mgをメタノール50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジピリダモール，テルフェニルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジピリダモールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，メタノール70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝50.46mg $C_{24}H_{40}N_8O_4$

貯法

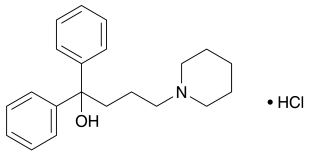
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

ジフェニドール塩酸塩

Difenidol Hydrochloride

塩酸ジフェニドール



$C_{21}H_{27}NO$・HCl：345.91

1,1-Diphenyl-4-piperidin-1-ylbutan-1-ol monohydrochloride

[*3254-89-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェニドール塩酸塩($C_{21}H_{27}NO$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水又は酢酸(100)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約217℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸1mLに溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．この液に注意して水3滴を加えるとき，液は帯黄褐色となり，更に水10mLを加えるとき，無色となる．

（2）　本品の水溶液(1→100)5mLにライネッケ塩試液2mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→100)10mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，クロロホルム15mLずつで2回抽出する．抽出液を合わせ，水10mLずつで3回洗った後，水浴上でクロロホルムを蒸発し，残留物をデシケーター(減圧，シリカゲル，55℃)で5時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は103～106℃である．

（4）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは4.7～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン10mgをとり，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／メタノール／酢酸(100)混液(10：2：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

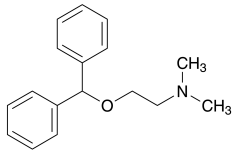
定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，酢酸(100)30mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，無水酢酸30mLを加え，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝17.30mg $C_{21}H_{27}NO$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine



$C_{17}H_{21}NO$：255.35

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine

[*58-73-1*]

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$)96.0%以上を含む.

性状　本品は淡黄色～黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は初め舌をやくようであり，後にわずかに舌を麻痺する.

本品は無水酢酸，酢酸(100)，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する.

本品は水に極めて溶けにくい.

沸点：約162℃(減圧・0.67kPa).

屈折率　n_D^{20}：約1.55

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品0.05gに硫酸2mLを加えるとき，直ちにだいだい赤色の沈殿を生じ，放置するとき，赤褐色に変わる．これに注意して水2mLを加えるとき，色の濃さは変わるが，色調は変化しない.

（2）　本品0.1gを希エタノール10mLに溶かし，2,4,6－トリニトロフェノールの飽和希エタノール溶液の過量をかき混ぜながら加え，氷冷する．析出した結晶をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は128～133℃である.

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.013～1.020

純度試験

（1）　β－ジメチルアミノエタノール　本品1.0gをジエチルエーテル20mLに溶かし，水10mLずつとよく振り混ぜて2回抽出する．水抽出液を合わせ，フェノールフタレイン試液2滴及び0.05mol/L硫酸1.0mLを加えるとき，液は赤色を呈しない.

（2）　ベンズヒドロール　本品1.0gを分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル20mLに溶かし，薄めた塩酸(1→15)25mLずつでよく振り混ぜて2回抽出する．ジエチルエーテル層を分取し，水浴上で徐々に蒸発し，残留物をデシケーター(シリカゲル)で2時間減圧乾燥するとき，その量は20mg以下である.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.54mg $C_{17}H_{21}NO$

貯法

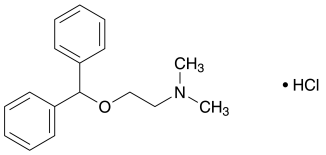
保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する.

容器　気密容器.

ジフェンヒドラミン塩酸塩

Diphenhydramine Hydrochloride

塩酸ジフェンヒドラミン



$C_{17}H_{21}NO$・HCl：291.82

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine monohydrochloride

[*147-24-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO$・HCl)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦く，舌を麻痺する.

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である.

融点〈*2.60*〉　166～170℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘ

キサン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：4：2：1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(2g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.18mg $C_{17}H_{21}NO$・HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散

Diphenhydramine and Bromovalerylurea Powder

ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散

製法

タンニン酸ジフェンヒドラミン	90g
ブロモバレリル尿素	500g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状 本品はわずかに灰色を帯びた白色である．

確認試験

（1） 本品0.1gに希塩酸5mL，エタノール(95)1mL及び水10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム試液10mL及びクロロホルム10mLを加えて抽出し，クロロホルム層を分取し，ブロモフェノールブルー試液1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する(タンニン酸ジフェンヒドラミン).

（2） 本品0.02gにジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸留しジエチルエーテルを留去し，残留物を水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし，ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液5mLを加えて水浴中で30分間加熱するとき，液は赤色を呈する(ブロモバレリル尿素).

（3） 本品0.3gにメタノール5mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にブロムワレリル尿素0.15g及びタンニン酸ジフェンヒドラミン0.03gをそれぞれメタノール5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た3個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(2)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

貯法 容器 密閉容器.

ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント

Diphenhydramine, Phenol and Zinc Oxide Liniment

製法

ジフェンヒドラミン	20g
フェノール・亜鉛華リニメント	980g
全量	1000g

以上をとり，混和して製する．

性状 本品は白色～類白色ののり状でわずかにフェノールのにおいがある．

確認試験

（1） 本品は3gにヘキサン20mLを加えてよく振り混ぜた後，ヘキサン層を分取し，0.2mol/L塩酸10mLを加えてよく振り混ぜる．水層を分取し，水酸化ナトリウム試液を加えてpH4.6に調整し，ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液1mL及びクロロホルム10mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する(ジフェンヒドラミン).

（2） 本品1gを磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．更に残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

（3） 本品0.5gに，水1mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にジフェンヒドラミン及びフェノール0.01gずつをそれぞれクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，ヨウ素を揮散させた薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

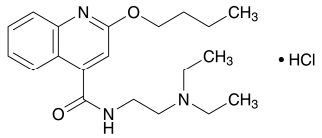
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

ジブカイン塩酸塩

Dibucaine Hydrochloride
塩酸ジブカイン
塩酸シンコカイン



$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl：379.92
2-Butyloxy-*N*-(2-diethylaminoethyl)-4-quinolinecarboxamide monohydrochloride
[*61-12-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジブカイン塩酸塩($C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，無水酢酸に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

融点〈*2.60*〉　95～100℃　本品を融点測定用毛細管に入れ，酸化リン(V)を乾燥剤とし，80℃で5時間減圧乾燥し，直ちに融封して測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長430nmにおける吸光度は0.03以下である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.30gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.056%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.00mg $C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器．

乾燥ジフテリアウマ抗毒素

Freeze-dried Diphtheria Antitoxin, Equine
乾燥ジフテリア抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のジフテリア抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥ジフテリアウマ抗毒素の条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

ジフテリアトキソイド

Diphtheria Toxoid

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のジフテリアトキソイドの条に適合する．

性状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

成人用沈降ジフテリアトキソイド

Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含み，それ以外の抗原性物質の含量の少ない液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の成人用沈降ジフテリアトキソイドの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフテリア破傷風混合トキソイド

Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド

Adsorbed Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

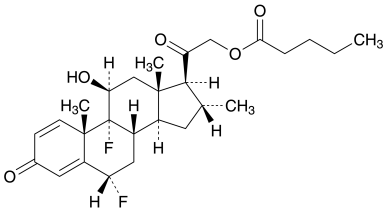
本品は生物学的製剤基準の沈降ジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフルコルトロン吉草酸エステル

Diflucortolone Valerate

吉草酸ジフルコルトロン



$C_{27}H_{36}F_2O_5$：478.57

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-pentanate

[*59198-70-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジフルコルトロン吉草酸エステル($C_{27}H_{36}F_2O_5$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（２）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋110～＋115°(乾燥物に換算したもの0.1g，エタノール(99.5)，10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉　200～204℃

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．ただし，炭化及び灰化は強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用する．

（２）　類縁物質　定量法で得た試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.97，相対保持時間1.03及び相対保持時間1.05のフルコルトロン吉草酸エステル，12αジフルコルトロン吉草酸エステル及びΔ4ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークはそれぞれ0.6%以下，相対保持時間約1.09のクロコルトロン吉草酸エステルのピークは0.3%以下，その他の個々のピークは0.1%以下である．また，ジフルコルトロン吉草酸エステル以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジフルコルトロン吉草酸エステルの保持時間の約1.4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液0.1mLに水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の3.5～6.5%であることを確認する．

（３）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品及びジフルコルトロン吉草酸エステル標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約5mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，

それぞれの液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジフルコルトロン吉草酸エステル($C_{27}H_{36}F_2O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したジフルコルトロン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmのスルホンアミド基を結合した液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH3.0に調整した溶液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 10	100 → 90	0 → 10
10 ～ 25	90	10
25 ～ 45	90 → 35	10 → 65
45 ～ 50	35	65

流量：毎分1.0mL

システム適合性

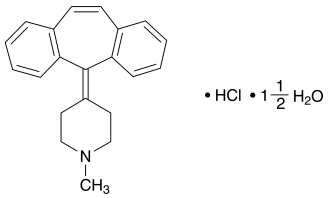
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シプロヘプタジン塩酸塩水和物

Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate
塩酸シプロヘプタジン
シプロヘプタジン塩酸塩



$C_{21}H_{21}N \cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：350.88
4-(5*H*-Dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-1-methylpiperidine monohydrochloride sesquihydrate
[*41354-29-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シプロヘプタジン塩酸塩($C_{21}H_{21}N \cdot HCl$：323.86)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1gをメタノール10mLに溶かし，この液1滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，うすい青色の蛍光を発する．

（2）　本品0.1gを分液漏斗に入れ，クロロホルム5mLに溶かし，水4mL及び炭酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜる．クロロホルム層を別の分液漏斗にとり，水4mLを加え，振り混ぜて洗う．クロロホルム層をあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物に希エタノール8mLを加え，65℃に加温して溶かした後，冷却しながらガラス棒で内壁をこすり，結晶が析出し始めてから30分間放置する．結晶をろ取し，80℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は111～115℃である．

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

（4）　本品の飽和水溶液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品2.0gをメタノール25mLに溶かし，メチルレッド試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.30mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0～9.0%(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)20mLを加え，50℃に加温して溶かす．冷後，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

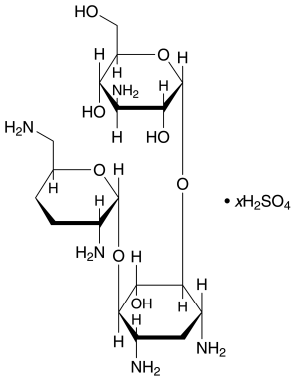
0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.39mg $C_{21}H_{21}N$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

ジベカシン硫酸塩

Dibekacin Sulfate

硫酸ジベカシン



$C_{18}H_{37}N_5O_8$・xH_2SO_4

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*58580-55-5*]

本品は，ベカナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり640～740μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジベカシン($C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びジベカシン硫酸塩標準品20mgずつを水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水(28)／メタノール混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2）　本品の水溶液(1→50)5mLに塩化バリウム試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋96～＋106°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

(iii)　標準溶液　ジベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ジベカシン硫酸塩点眼液

Dibekacin Sulfate Ophthalmic Solution

硫酸ジベカシン点眼液

本品は水性の点眼剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するジベカシン($C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52)を含む．

製法　本品は「ジベカシン硫酸塩」をとり，点眼剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い1mL中に「ジベカシン硫酸塩」2.5mg(力価)を含む液となるように水を加え，試料溶液とする．別にジベカシン硫酸塩標準品5mg(力価)に対応する量を水2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ジベカシン硫酸塩」の確認試験(1)を準用する．

ｐＨ〈2.54〉　6.5～7.5

不溶性異物〈6.11〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.08〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌，培地及び標準溶液は「ジベカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

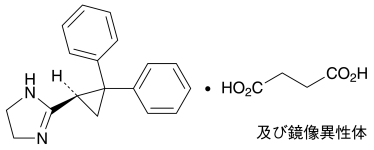
（ⅱ）　試料溶液　「ジベカシン硫酸塩」約12mg(力価)に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に30mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

シベンゾリンコハク酸塩

Cibenzoline Succinate

コハク酸シベンゾリン



$C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$：380.44

2-[(1*RS*)-2,2-Diphenylcyclopropan-1-yl]-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monosuccinate

[*100678-32-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい.

本品のメタノール溶液(1→10)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品0.4gに水酸化ナトリウム試液2.5mL及び酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜ，放置した後，水層1mLをとり，1mol/L塩酸試液0.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.5mLを加えるとき，褐色の沈殿を生じる.

融点〈2.60〉　163～167℃

ｐＨ〈2.54〉　本品0.20gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→25)を用いる(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mL及び2mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開する．薄層板を風乾した後，80℃で30分間乾燥する．冷後，これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である.

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.04mg $C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$

貯法　容器　気密容器.

シベンゾリンコハク酸塩錠

Cibenzoline Succinate Tablets

コハク酸シベンゾリン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$：380.44)を含む.

製法　本品は「シベンゾリンコハク酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「シベンゾリンコハク酸塩」50mgに対応する量をとり，水100mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，水を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)約10mgを含む液となるように水を加え，時々振り混ぜながら10分間放置する．この液に，1mL中に

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約2mgを含む液となるようにメタノールを加えた後，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)10mgにつき内標準溶液1mLを正確に加え，更に1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約1mgを含む液となるようにメタノールを加える．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 100$

M_S：定量用コハク酸シベンゾリンの秤取量(mg)
C：1錠中のシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の表示量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.1gをメタノールに溶かし，100mLとする．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用コハク酸シベンゾリンを105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長222nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用コハク酸シベンゾリンの秤取量(mg)
C：1錠中のシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，水10mLを加えて振り混ぜ，メタノール40mL及び内標準溶液10mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用コハク酸シベンゾリンを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水10mL及びメタノール40mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシベンゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用コハク酸シベンゾリンの秤取量(mg)

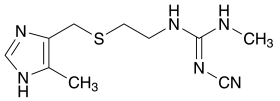
内標準溶液　パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.1gをメタノールに溶かし，100mLとする．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：スルホコハク酸ジ－2－エチルヘキシルナトリウム2.67gを水／アセトニトリル／薄めたリン酸(1→10)混液(1000：1000：1)2000mLに溶かす．
流量：シベンゾリンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，シベンゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシベンゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シメチジン
Cimetidine



$C_{10}H_{16}N_6S$：252.34
2-Cyano-1-methyl-3-{2-[(5-methyl-1*H*-imidazol-4-yl)methylsulfanyl]ethyl}guanidine
[*51481-61-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シメチジン($C_{10}H_{16}N_6S$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100)0.1mLにクエン酸・無水酢酸試液5mLを加え，水浴中で15分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

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

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gに新たに煮沸し冷却した水50mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過した液のpHは9.0～10.5である．

融点〈*2.60*〉　140～144℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（４）　類縁物質　本品0.5gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(21：2：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．これをヨウ素蒸気中に45分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.24gを精密に量り，酢酸(100)75mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.23mg $C_{10}H_{16}N_6S$

貯法

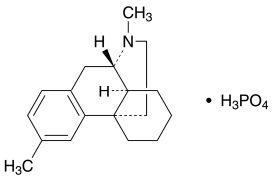
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ジメモルファンリン酸塩

Dimemorfan Phosphate

リン酸ジメモルファン



$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$：353.39

(9*S*,13*S*,14*S*)-3,17-Dimethylmorphinan monophosphate

[*36304-84-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品の水溶液(1→100)2mLに硝酸銀試液2～3滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋25～＋27°(乾燥後，1g，メタノール，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを用いる(2ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(150：150：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

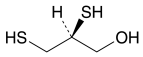
定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.34mg $C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$

貯法　容器　気密容器．

ジメルカプロール

Dimercaprol



及び鏡像異性体

$C_3H_8OS_2$：124.23

(2*RS*)-2,3-Disulfanylpropan-1-ol

[*59-52-9*]

本品は定量するとき，ジメルカプロール($C_3H_8OS_2$)98.5～101.5%を含む.

性状　本品は無色～微黄色の液で，メルカプタンようの不快なにおいがある.

本品はメタノール又はエタノール(99.5)と混和する.

本品はラッカセイ油にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい.

本品は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品1滴を塩化コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→200)1滴及び水5mLの混液に加えるとき，液は黄褐色を呈する.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.570～1.575

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.238～1.248

純度試験

（1）　溶状　本品1.0mLをラッカセイ油20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2）　臭化物　本品2.0gに希水酸化カリウム・エタノール試液25mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で2時間加熱した後，加温空気を送りながらエタノールを蒸発し，水20mLを加えて冷却する．これに過酸化水素(30)10mLと水40mLの混液を加え，還流冷却器を付けて10分間穏やかに煮沸し，冷後，速やかにろ過する．残留物を水10mLで2回洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸10mL及び0.1mol/L硝酸銀液5mLを正確に加え，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．0.1mol/L硝酸銀液の消費量は1.0mL以下である.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

定量法　本品約0.15gを共栓フラスコに精密に量り，メタノール10mLに溶かし，直ちに0.05mol/Lヨウ素液で，液が微黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝6.212mg $C_3H_8OS_2$

貯法

保存条件　5℃以下で保存する.

容器　気密容器.

ジメルカプロール注射液

Dimercaprol Injection

本品は油性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジメルカプロール($C_3H_8OS_2$：124.23)を含む.

製法　本品は「ジメルカプロール」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「安息香酸ベンジル」又は「ベンジルアルコール」を加えることができる.

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，不快なにおいがある.

確認試験　本品の表示量に従い「ジメルカプロール」30mgに対応する容量をとり，「ジメルカプロール」の確認試験(1)を準用する.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第2法により試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のジメルカプロール($C_3H_8OS_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，フラスコに入れ，ピペットはメタノール／ジエチルエーテル混液(3：1)で数回洗い込み，更にメタノール／ジエチルエーテル混液(3：1)を加えて50mLとし，0.05mol/Lヨウ素液で持続する黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝6.212mg $C_3H_8OS_2$

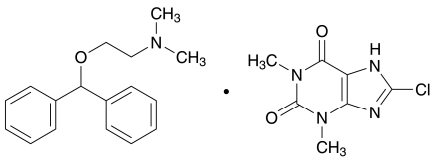
貯法

保存条件　冷所に保存する.

容器　密封容器.

ジメンヒドリナート

Dimenhydrinate



$C_{17}H_{21}NO$・$C_7H_7ClN_4O_2$：469.96

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine—8-chloro-1,3-dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione (1/1)

[*523-87-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$：255.35)53.0～55.5%及び8－クロロテオフィリン($C_7H_7ClN_4O_2$：214.61)44.0～47.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくい.

確認試験

（1）　本品0.5gを希エタノール30mLに溶かし，水30mLを加え，試料溶液とする．試料溶液30mLを分液漏斗に入れ，

アンモニア水(28)2mLを加え，ジエチルエーテル10mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水5mLで洗った後ジエチルエーテル液を薄めた塩酸(1→100)15mLで抽出する．水層を分取して検液とし，次の試験を行う．

（ⅰ） 検液5mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（ⅱ） 検液10mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを滴加し，30分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は128～133℃である．

（２） (1)の試料溶液30mLに希硫酸2mLを加え，30分間冷却した後，器壁をしばしばこするとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷水少量で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は300～305℃(分解)である．

（３） (2)で得た沈殿0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，消える．

（４） (2)で得た沈殿0.05gをニッケルるつぼにとり，過酸化ナトリウム0.5gを加えてよく混ぜ，加熱して融解する．冷後，融解物を水20mLに溶かし，希硝酸を加えて酸性とするとき，液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　102～107℃

純度試験

（１） 塩化物　定量法(2)で得たろ液50mLをネスラー管にとり，硝酸1mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない(0.044%以下).

比較液：0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えて5分間放置する．

（２） 臭化物又はヨウ化物　本品0.10gを共栓試験管にとり，亜硝酸ナトリウム0.05g，クロロホルム10mL及び希塩酸10mLを加え，密栓してよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(3g，減圧，酸化リン(V)，24時間).

強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(1g).

定量法

（１） ジフェンヒドラミン　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，250mLの分液漏斗に入れ，水50mL，アンモニア試液3mL及び塩化ナトリウム10gを加え，ジエチルエーテル15mLずつで6回振り混ぜて抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水50mLずつで3回洗い，ジエチルエーテル液に0.05mol/L硫酸25mLを正確に加え，更に水25mLを加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテルを徐々に蒸発し，冷後，過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L硫酸1mL＝25.54mg $C_{17}H_{21}NO$

（２） 8－クロロテオフィリン　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，200mLのメスフラスコに入れ，水50mL，アンモニア試液3mL及び硝酸アンモニウム溶液(1→10)6mLを加え，水浴上で5分間加熱する．次に0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で15分間加熱する．冷後，水を加えて正確に200mLとし，沈殿が沈着するまで一夜放置し，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液100mLを正確に量り，硝酸を滴加して酸性とし，更に硝酸3mLを追加し，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝21.46mg $C_7H_7ClN_4O_2$

貯法　容器　密閉容器.

ジメンヒドリナート錠

Dimenhydrinate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96)を含む．

製法　本品は「ジメンヒドリナート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（１） 本品を粉末とし，表示量に従い「ジメンヒドリナート」0.5gに対応する量をとり，温エタノール(95)25mLを加え，すり混ぜてろ過する．ろ液に水40mLを加えて再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液30mLを分液漏斗に入れ，以下「ジメンヒドリナート」の確認試験(1)を準用する．

（２） (1)の試料溶液30mLにつき，「ジメンヒドリナート」の確認試験(2)，(3)及び(4)を準用する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約28μgを含む液となるように水を加えて正確に$V'$ mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジメンヒドリナートを酸化リン(V)を乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長276nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：定量用ジメンヒドリナートの秤取量(mg)

C：1錠中のジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末

とする．ジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO$・$C_7H_7ClN_4O_2$)約0.5gに対応する量を精密に量り，フラスコに入れ，エタノール(95)40mLを加え，水浴上で振り動かしながら沸騰するまで加熱する．30秒間加熱を続けた後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，温エタノール(95)でよく洗い，ろ液及び洗液をフラスコに入れ，水浴上で加熱し，エタノールを蒸発して5mLとする．次に水50mL，アンモニア試液3mL及び硝酸アンモニウム溶液(1→10)6mLを加え，水浴上で5分間加熱し，0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で15分間加熱する．これを200mLのメスフラスコに水で洗い込み，冷後，水を加えて200mLとし，以下「ジメンヒドリナート」の定量法(2)を準用する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝47.00mg $C_{17}H_{21}NO$・$C_7H_7ClN_4O_2$

貯法　容器　密閉容器.

次没食子酸ビスマス

Bismuth Subgallate

デルマトール

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス(Bi：208.98)47.0～51.0%を含む.

性状　本品は黄色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸，希硝酸又は希硫酸に温時溶け，また本品は水酸化ナトリウム試液に溶けて黄色澄明の液となり，その色は速やかに赤色に変わる.

本品は光によって変化する.

確認試験

（1）　本品0.5gを強熱するとき，炭化して最後に黄色の物質を残す．この残留物はビスマス塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　本品0.5gに水25mL及び硫化水素試液20mLを加え，よく振り混ぜ，生じた黒褐色の沈殿をろ過して除き，ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青黒色を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→8)40mLに溶かすとき，液は澄明である.

（2）　硫酸塩　本品3.0gをるつぼにとり，強熱して得た残留物を注意しながら硝酸2.5mLに加温して溶かし，これを水100mL中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液50mLを水浴上で蒸発して15mLとし，水を加えて20mLとし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5mLに硝酸バリウム試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（3）　硝酸塩　本品0.5gに希硫酸5mL及び硫酸鉄(Ⅱ)試液25mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液5mLを硫酸上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈しない.

（4）　アンモニウム　本品1.0gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

（5）　銅　(2)の試料溶液5mLにアンモニア試液1mLを加え，ろ過した液は青色を呈しない.

（6）　鉛　本品1.0gをるつぼにとり，約500℃で強熱し，残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし，小火炎を用いて蒸発乾固し，冷後，残留物に水酸化カリウム溶液(1→6)5mLを加え，注意しながら2分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液10滴を加え，酢酸(100)を1滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない.

（7）　銀　(2)の試料溶液5mLに硝酸0.5mL及び希塩酸2～3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（8）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品1.0gに薄めた酢酸(31)(1→2)40mLを加えて2分間煮沸し，冷後，水を加えて40mLとし，ろ過する．ろ液20mLに希塩酸2mLを加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じ，生じた沈殿をろ過し，水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は5.0mg以下である.

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20gを水酸化カルシウム0.20gとよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(10ppm以下).

(10)　没食子酸　本品1.0gにエタノール(95)20mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は5.0mg以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，約500℃で30分間加熱し，冷後，残留物に薄めた硝酸(2→5)5mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液30mLを正確に量り，水200mLを加え，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：キシレノールオレンジ試液2～3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする.

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝4.180mg Bi

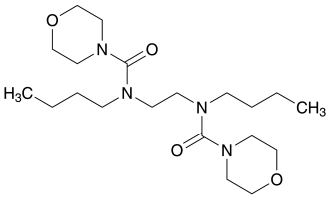
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

ジモルホラミン

Dimorpholamine



$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54

N,*N*′-Ethylenebis(*N*-butylmorpholine-4-carboxamide)

[*119-48-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末，塊又は粘性の液である.

本品はエタノール(99.5)又は無水酢酸に極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい.

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かした液は，無色～微黄色澄明である.

（2）　塩化物〈1.03〉　(1)の液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　(1)の液10mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.096%以下).

（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(99.5)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／水混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に10分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，8時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，無水酢酸50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.85mg $C_{20}H_{38}N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ジモルホラミン注射液

Dimorpholamine Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54)を含む.

製法　本品は「ジモルホラミン」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

pH：3.0～5.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ジモルホラミン」0.1gに対応する容量をとり，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する.

（2）　本品の表示量に従い「ジモルホラミン」50mgに対応する容量をとり，希塩酸1mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を塩酸2mLに溶かし，還流冷却器を付け，10分間煮沸し，更に水浴上で蒸発乾固する．残留物を水1mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，アセトアルデヒド溶液(1→20)0.2mL，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液0.1mL及び炭酸ナトリウム試液0.5mLを加えるとき，液は青色を呈する.

エンドトキシン〈4.01〉　5.0EU/mg未満．ただし，エンドトキシン試験用水を用いて0.15w/v%に希釈して試験を行う.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)約30mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えて5分間振り混ぜ，試料溶液とする．別に定量用ジモルホラミンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で8時間乾燥し，その約0.15gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えて5分間振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：定量用ジモルホラミンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：216nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：ジモルホラミンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジモルホラミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密封容器．

臭化カリウム

Potassium Bromide

KBr：119.00

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化カリウム(KBr)99.0%以上を含む．

性状 本品は無色又は白色の結晶，粒又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はグリセリンに溶けやすく，熱エタノール(95)にやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験 本品の水溶液(1→10)はカリウム塩及び臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水3mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） アルカリ 本品1.0gを水10mLに溶かし，0.05mol/L硫酸0.10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3） 塩化物 定量法において，本品1gに対応する0.1mol/L硝酸銀液の量は84.5mL以下である．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（5） ヨウ化物 本品0.5gを水10mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴及びクロロホルム1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6） 臭素酸塩 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，ヨウ化カリウム試液0.1mL，デンプン試液1mL及び希硫酸3滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（8） バリウム 本品0.5gを水10mLに溶かし，希塩酸0.5mL及び硫酸カリウム試液1mLを加え，10分間放置するとき，混濁しない．

（9） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，110℃，4時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，希硝酸10mLを加え，更に0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加えた後，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝11.90mg KBr

貯法 容器 気密容器．

臭化ナトリウム

Sodium Bromide

NaBr：102.89

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化ナトリウム(NaBr)99.0%以上を含む．

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

本品は吸湿性であるが，潮解しない．

確認試験 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩及び臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水3mLに溶かすとき，液は．無色澄明である．

（2） アルカリ 本品1.0gを水10mLに溶かし，0.005mol/L硫酸0.10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3） 塩化物 定量法において，本品1gに対応する0.1mol/L硝酸銀液の量は97.9mL以下である．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（5） ヨウ化物 本品0.5gを水10mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴及びクロロホルム1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6） 臭素酸塩 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，ヨウ化カリウム試液2滴，デンプン試液1mL及び希硫酸3滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（8） バリウム 本品0.5gを水10mLに溶かし，希塩酸0.5mL及び硫酸カリウム試液1mLを加え，10分間放置するとき，液は混濁しない．

（9） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉 5.0%以下(1g，110℃，4時間)．

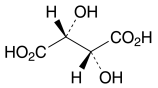
定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，希硝酸10mLを加え，更に0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加えた後，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝10.29mg NaBr

貯法　容器　気密容器.

酒石酸

Tartaric Acid



$C_4H_6O_6$：150.09

(2*R*,3*R*)-2,3-Dihydroxybutanedioic acid

[*87-69-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，酒石酸($C_4H_6O_6$)99.7%以上を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，強い酸味がある.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい.

本品の水溶液(1→10)は右旋性である.

確認試験

（1）　本品は徐々に加熱するとき，分解し，砂糖を焼くようなにおいを発する.

（2）　本品の水溶液(1→10)は青色リトマス紙を赤変し，酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（2）　シュウ酸塩　本品1.0gを水10mLに溶かし，塩化カルシウム試液2mLを加えるとき，液は混濁しない.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　カルシウム　本品1.0gを水10mLに溶かし，アンモニア試液を加えて中性とし，シュウ酸アンモニウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない.

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(3g，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，水40mLに溶かし，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝75.05mg $C_4H_6O_6$

貯法　容器　密閉容器.

硝酸銀

Silver Nitrate

$AgNO_3$：169.87

本品を乾燥したものは定量するとき，硝酸銀($AgNO_3$)99.8%以上を含む.

性状　本品は光沢のある無色又は白色の結晶である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に灰色～灰黒色になる.

確認試験　本品の水溶液(1→50)は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は無色澄明で，中性である.

（2）　ビスマス，銅及び鉛　本品の水溶液(1→10)5mLにアンモニア試液3mLを加えるとき，液は無色澄明である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(2g，シリカゲル，遮光，4時間).

定量法　本品を粉末とした後，乾燥し，その約0.7gを精密に量り，水50mLに溶かし，硝酸2mLを加え，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL).

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL
＝16.99mg $AgNO_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

硝酸銀点眼液

Silver Nitrate Ophthalmic Solution

本品は水性の点眼液である.

本品は定量するとき，硝酸銀($AgNO_3$：169.87)0.95～1.05w/v%を含む.

製法

硝酸銀	10g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験　本品は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

定量法　本品20mLを正確に量り，水30mL及び硝酸2mLを加え，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL).

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL
＝16.99mg $AgNO_3$

貯法

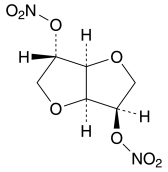
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

硝酸イソソルビド

Isosorbide Dinitrate

イソソルビド硝酸エステル



$C_6H_8N_2O_8$：236.14

1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol dinitrate

[*87-33-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)95.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに硝酸ようのにおいがある．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はアセトンに極めて溶けやすく，クロロホルム又はトルエンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は急速に熱するか又は衝撃を与えると爆発する．

確認試験

（1）　本品0.01gに水1mLを加え，注意して硫酸2mLを加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄(Ⅱ)試液3mLを層積して5～10分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

（2）　本品0.1gに薄めた硫酸(1→2)6mLを加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液(1→30)1mLを加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液10mLを加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋134～＋139°(脱水物に換算したもの1g，エタノール(95)，100mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをアセトン10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.5gを*N,N*－ジメチルホルムアミド15mLに溶かし，水60mLを加え，冷後，ろ過する．ろ紙は水20mLずつで3回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて150mLとする．この液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)．

（3）　硝酸塩　本品0.05gをトルエン30mLに溶かし，水20mLずつで3回抽出する．水層を合わせ，トルエン20mLずつで2回洗った後，水層をとり，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．硝酸標準液5.0mL及び試料溶液25mLをそれぞれ別のネスラー管にとり，水を加えてそれぞれ50mLとし，グリース・ロメン硝酸試薬0.06gを加えてよく振り混ぜ，30分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉のケルダールフラスコに入れ，メタノール10mLに溶かし，デバルダ合金3g及び水50mLを加え，窒素定量法〈*1.08*〉の蒸留装置に連結する．受器には0.05mol/L硫酸25mLを正確に量り，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液5滴を加え，冷却器の下端を浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液(1→2)15mLを加え，注意して水20mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，徐々に水蒸気を通じて留液約100mLを得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L硫酸1mL＝11.81mg $C_6H_8N_2O_8$

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

硝酸イソソルビド錠

Isosorbide Dinitrate Tablets

イソソルビド硝酸エステル錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応する硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$：236.14)を含む．

製法　本品は「硝酸イソソルビド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.1gに対応する量をとり，ジエチルエーテル50mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLをとり，ジエチルエーテルを注意して蒸発し，残留物に水1mLを加え，注意して硫酸2mLを加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄(Ⅱ)試液3mLを層積して5～10分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

純度試験　硝酸塩　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.05gに対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，トルエン30mLを加えてよく振り混ぜた後，水20mLずつで3回抽出し，以下「硝酸イソソルビド」の純度試験(3)を準用する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水1mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．1mL中に硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)約0.1mgを含む液となるように水／メタノール混液(1：1)を加えて正確にV mLとし，10分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V \times 1/500$

M_S：脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

崩壊性〈*6.09*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，舌下投与を行う製剤にあっては，試験時間は2分間とし，補助盤は用いない．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)約5mgに対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，10分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用硝酸イソソルビド(別途「硝酸イソソルビド」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

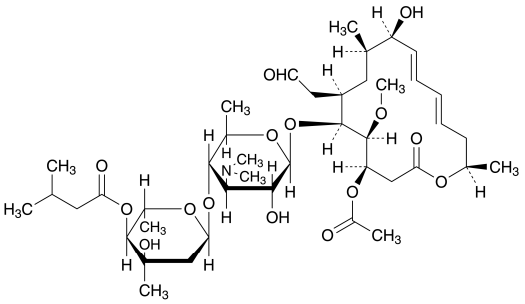
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：水／メタノール混液(11：9)
流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約6分となるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，硝酸イソソルビドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジョサマイシン

Josamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99
(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide
[*16846-24-5*]

本品は，*Streptomyces narbonensis var. josamyceticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900～1100μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシン標準品5mgずつをメタノール1mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液のジョサマイシンの保持時間は等しい．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験(2)の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgをメタノール5mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー

〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシン以外のピークの量を求めるとき，それぞれ6%以下であり，ジョサマイシン以外のピークの合計面積は20%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：231nm)

カラム：内径4.6mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム一水和物119gを水に溶かし，1000mLとし，1mol/L塩酸試液を加えてpH2.5に調整する．この液600mLにアセトニトリル400mLを加える．

流量：ジョサマイシンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液3mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジョサマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジョサマイシンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品0.05gをpH2.0の0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに溶かした後，40℃で3時間放置する．この液に2mol/Lの水酸化ナトリウム試液を加えて，pHを6.8～7.2とした後，メタノール50mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシンのピークに対する相対保持時間約0.9に溶出するジョサマイシンS_1との分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジョサマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii) 培地 培地(1)の3)のiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9～8.1とする．

(iii) 標準溶液 ジョサマイシン標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，水を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液 本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，水を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ジョサマイシン錠

Josamycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)を含む．

製法 本品は「ジョサマイシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジョサマイシン」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール100mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLにメタノールを加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229～233nmに吸収の極大を示す．

乾燥減量〈2.41〉 5.0%以下(0.5g，減圧，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノールを加え，超音波処理により分散させた後，1mL中に「ジョサマイシン」約2mg(力価)を含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にジョサマイシン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水5mL及びメタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長231nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．ただし，判定式に用いる$\overline{X}$は，定量法の試験結果とする．

ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$

M_S：ジョサマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

崩壊性〈6.09〉 補助盤を使用して試験を行うとき，適合する．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌，培地及び標準溶液は，「ジョサマイシン」の定量法を準用する．

(ii) 試料溶液 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「ジョサマイシン」約0.3g(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLを加えて激しく振り混ぜ，水を加えて正確に1000mLとする．この液適量を正確に

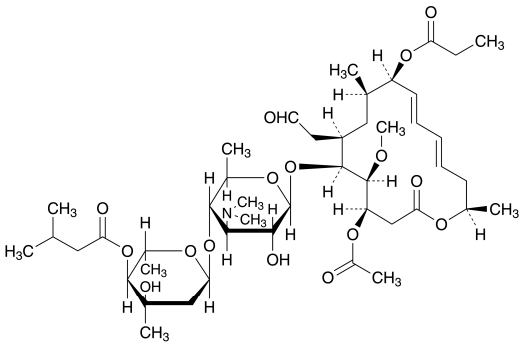
量り，水を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

ジョサマイシンプロピオン酸エステル

Josamycin Propionate

プロピオン酸ジョサマイシン



$C_{45}H_{73}NO_{16}$：884.06

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-9-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*16846-24-5*，ジョサマイシン]

本品は，ジョサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり843～1000μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品5mgずつを，それぞれ薄めたアセトニトリル(1→2)50mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間は標準溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験(2)の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相に溶かして50mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ6%以下であり，ジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの合計面積は22%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：トリエチルアミン10mLに水を加えて1000mLとし，酢酸(100)を加えてpH4.3に調整する．この液500mLにアセトニトリル500mLを加える．

流量：ジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間が約24分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及びジョサマイシン2mgを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシン，ジョサマイシンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は25以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の3)のiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9～8.1とする．

（iii）　標準溶液　ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加

えて正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

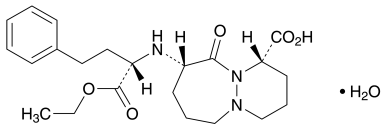
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シラザプリル水和物

Cilazapril Hydrate

シラザプリル



$C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$：435.51

(1*S*,9*S*)-9-[(1*S*)-(1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropyl)amino]-10-oxooctahydro-6*H*-pyridazino[1,2-*a*][1,2]diazepine-1-carboxylic acid monohydrate

[*92077-78-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$：417.50)98.5～101.0%を含む．

性状　白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約101℃(分解)．

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→1000)4mLに，ドラーゲンドルフ試液2mLを加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－53～－58°(脱水物に換算したもの0.2g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

(1) 塩化物〈1.03〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下)．

(2) 硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gをとり，水40mL及び希塩酸1.5mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下)．

(3) 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→8)10mLを用いる．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

(4) 類縁物質　本品0.10gをメタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．別に，標準溶液(1)2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／酢酸(100)／ヘキサン／水混液(62：15：10：10：3)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に2時間放置した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値0.40付近の主スポット以外のスポットのうち，R_f値0.17付近のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，R_f値0.44付近のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，それら以外のスポットは3個以下で，これらのうち標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは1個以下で，かつ標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　3.5～5.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/L過塩素酸1mL＝8.350mg $C_{22}H_{31}N_3O_5$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シラザプリル錠

Cilazapril Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$：417.50)を含む．

製法　本品は「シラザプリル水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)2mgに対応する量をとり，アセトニトリル／酢酸エチル混液(3：1)2mLを加えて振り混ぜ，30秒間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシラザプリル5mgをアセトニトリル／酢酸エチル混液(3：1)5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次

に酢酸エチル／メタノール／酢酸(100)／ヘキサン／水混液(62：15：10：10：3)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に2時間放置した後，直ちに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは暗褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル混液(7：3)5mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，1mL中にシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約25μgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約26mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシラザプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 1000$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→12500)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシラザプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約0.28μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリル5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約29mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリル5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のシラザプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 10$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)
C：1錠中のシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン180mL，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル120mL及びトリエチルアミン3mLに水を加えて1000mLとした液に，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

流量：シラザプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シラザプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約1mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)30mLを加えて5分間超音波処理を行う．次に内標準溶液5mLを正確に加え，更に水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，遠心分離する．上澄液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約26mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシラザプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 25$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：23℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン180mL，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル120mL及びトリエチルアミン3mLに水を加えて1000mLとした液に，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

流量：シラザプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

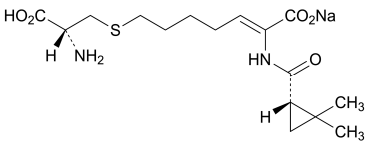
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシラザプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シラスタチンナトリウム

Cilastatin Sodium



$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43

Monosodium (2*Z*)-7-{[(2*R*)-2-amino-2-carboxyethyl]sulfanyl}-2-({[(1*S*)-2,2-dimethylcyclopropyl]carbonyl}amino)hept-2-enoate

[*81129-83-1*]

本品は定量するとき，換算した脱残留溶媒及び脱水物に対し，シラスタチンナトリウム($C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微帯黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は，吸湿性である．

確認試験

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

（２）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋41.5～＋44.5°(脱残留溶媒及び脱水物換算したもの0.1g，塩酸のメタノール溶液(9→1000)，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水100mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.6mLの混液に水を加えて10mLとした液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．ただし，炭化後加える硫酸の量は0.5mLとし，硝酸は加えない．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，硝酸5mL及び硫酸1mLを加え，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色になるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2mLを正確に加え，以下検液と同様に操作する(1ppm以下)．

（４）　類縁物質　本品約40mgを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシラスタチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の1／6より大きくない．また，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.5mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(7：3)

移動相B：薄めたリン酸(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	15 → 100	85 → 0
30 ～ 40	100	0

流量：毎分2.0mL

面積測定範囲：40分

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に30mLとする．この液20μLから得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の2.3～4.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約20分である．また，シラスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　残留溶媒〈2.46〉　本品約0.2gを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水に溶かして10mLとし，試料溶液とする．別にアセトン2mL，メタノール0.5mL及び酸化メシチル0.5mLをそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水を加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Sa}，Q_{Tb}及びQ_{Sb}，Q_{Tc}及びQ_{Sc}を求める．次式によりアセトン，メタノール及び酸化メシチルの量を求めるとき，それぞれ1.0%以下，0.5%以下及び0.4%以下である．

アセトン(CH_3COCH_3)の量(%)

$= 1/M_T \times Q_{Ta}/Q_{Sa} \times 400 \times 0.79$

メタノール(CH_3OH)の量(%)

$= 1/M_T \times Q_{Tb}/Q_{Sb} \times 100 \times 0.79$

酸化メシチル($CH_3COCH{=}C(CH_3)_2$)の量(%)

$= 1/M_T \times Q_{Tc}/Q_{Sc} \times 100 \times 0.86$

M_T：本品の秤取量(mg)

0.79：アセトン及びメタノールの密度(g/mL)

0.86：酸化メシチルの密度(g/mL)

内標準溶液　1－プロパノール0.5mLに水を加えて1000mLとする．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3.2mm，長さ2.1mのガラス管に，250～420μmのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーにガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：内標準物質の保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：内標準物質の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，1－プロパノール，酸化メシチルの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積比の相対標準偏差は，各々4.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，メタノール30mLに溶かし，水5mLを加える．この液に0.1mol/L塩酸試液を加え，pH3.0に調整し，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第3変曲点とし，第1変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL

$= 19.02\text{mg } C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$

貯法

保存条件　冷所に保存する．

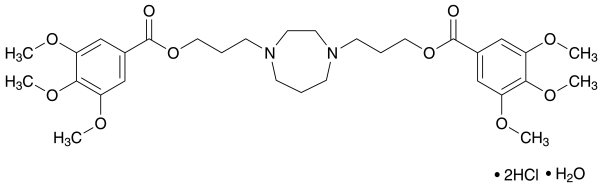
容器　気密容器．

ジラゼプ塩酸塩水和物

Dilazep Hydrochloride Hydrate

塩酸ジラゼプ

ジラゼプ塩酸塩



$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl・H_2O：695.63

3,3′-(1,4-Diazepane-1,4-diyl)dipropyl bis(3,4,5-trimethoxybenzoate) dihydrochloride monohydrate

[*20153-98-4*，無水物]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジラゼプ塩酸塩($C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl：677.61)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：200～204℃　110℃の浴液中に挿入し，140～150℃の間は1分間に約3℃，160～195℃の間は1分間に約10℃，その後は1分間に約1℃上昇するように加熱する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)0.1mL及び8mol/L水酸化カリウム試液0.1mLを加え，70℃の水浴中で10分間加温する．冷後，希塩酸0.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(3→500)5mLにライネッケ塩試液0.3mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（３）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には，0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５）　類縁物質　本品0.40gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸エチル／ジクロロメタン／塩酸混液(500：200：100：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これらに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　2.0～3.0%(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で適定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

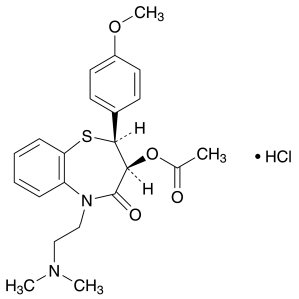
0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.88mg $C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl

貯法　容器　気密容器.

ジルチアゼム塩酸塩

Diltiazem Hydrochloride

塩酸ジルチアゼム



$C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl：450.98

(2*S*,3*S*)-5-[2-(Dimethylamino)ethyl]-2-(4-methoxyphenyl)-4-oxo-2,3,4,5-tetrahydro-1,5-benzothiazepin-3-yl acetate monohydrochloride

[*33286-22-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，無水酢酸又はエタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品0.05gを1mol/L塩酸試液1mLに溶かし，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液2mL及びクロロホルム5mLを加えてよく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（２）　本品0.03gをとり，水20mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により操作して得た検液は硫酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

（３）　本品0.01gを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液2mLをとり，0.01mol/L塩酸試液を加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1741cm^{-1}，1678cm^{-1}，1252cm^{-1}及び1025cm^{-1}付近に吸収を認める．

（５）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋115～＋120°(乾燥後，0.2g，水，20mL，100mm).

融点〈2.60〉　210～215℃(分解).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.3～5.3である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下).

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを分解フラスコに入れ，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない(2ppm以下).

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2.0mL及び水を加えて5mLとし，以下検液と同様に操作する．

（５）　類縁物質　本品50mgを薄めたエタノール(4→5)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の3／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物8g及び*d*－カンファスルホン酸1.5gを水500mLに溶かし，孔径0.4μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．このろ液にアセトニトリル250mL及びメタノール250mLを加えた後，酢酸ナトリウム三水和物を加えてpH6.6に調整する．

流量：ジルチアゼムの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たジルチアゼムのピーク面積が，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品0.03g，*d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩(以下，脱アセチル体という)0.02g及び安息香酸フェニル0.02gをエタノール(99.5)160mLに溶かし，更に水を加えて200mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼムの分離度及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度はそれぞれ2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，ギ酸2.0mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝45.10mg $C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl

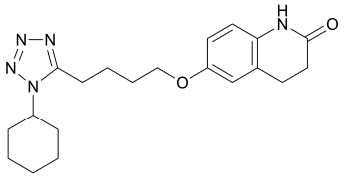
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シロスタゾール

Cilostazol



$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46

6-[4-(1-Cyclohexyl-1*H*-tetrazol-5-yl)butyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one

[*73963-72-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(99.5)又はアセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシロスタゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　158～162℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロスタゾール以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の7／10倍より大きくない．また，試料溶液のシロスタゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の1.2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／酢酸エチル／メタノール混液(10：9：1)

流量：シロスタゾールの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシロスタゾールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たシロスタゾールのピーク面積が，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液1mLを正確に量り，3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン5mgをアセトニトリル10mLに溶かした液1mLを加え，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン，シロスタゾールの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロスタゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びシロスタゾール標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれにメタノールを加えて溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとする．これらの液1mLずつをとり，それぞれにメタノールを加えて10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(10：7：3)

流量：シロスタゾールの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロスタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

シロスタゾール錠

Cilostazol Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46)を含む．

製法　本品は「シロスタゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「シロスタゾール」50mgに対応する量をとり，アセトン10mLを加えてよくかき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品25mgをアセトン5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液6μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトニトリル／メタノール／ギ酸混液(75：25：5：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットはだいだい色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2mLを加えて錠剤を崩壊させた後，50mg錠では内標準溶液5mL，100mg錠では内標準溶液10mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，50mg錠では10分間，100mg錠では20分間よく振り混ぜる．この液1mLをとり，メタノールを加えて50mg錠では10mL，100mg錠では20mLとした後，孔径0.5μm以下のメンブラン

フィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 50$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

溶出性〈6.10〉　試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→1000)900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠の45分間の溶出率は75%以上であり，100mg錠の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中にシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長257nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，10分間よく振り混ぜる．この液1mLをとり，メタノールを加えて10mLとした後，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとする．この液1mLをとり，メタノールを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

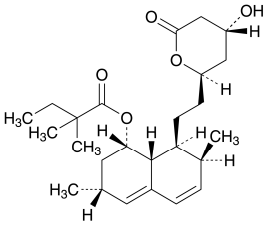
M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)
試験条件
「シロスタゾール」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：「シロスタゾール」の定量法のシステム適合性を準用する．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

シンバスタチン

Simvastatin



$C_{25}H_{38}O_5$：418.57
(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8a*R*)-8-{2-[(2*R*,4*R*)-4-Hydroxy-6-oxotetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]ethyl}-3,7-dimethyl-1,2,3,7,8,8a-hexahydronaphthalen-1-yl 2,2-dimethylbutanoate
[*79902-63-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)98.0～101.0%を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシンバスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋285～＋300°(乾燥物に換算したもの50mg，アセトニトリル，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1gをメタノール10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長440nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，硫酸2mLを加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mL及び硫酸1mLを加え，白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．灰化が不十分なときには，更に硝酸

0.5mLを加え，同様に弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，完全に灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，以下第2法により操作し，試験を行う．ただし，比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（3） 類縁物質　本品30mgをアセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，シンバスタチンに対する相対保持時間約0.45，約0.80，約2.42及び約3.80のピークの量はそれぞれ0.2%以下，相対保持時間約2.38のピークの量は0.3%以下，相対保持時間約0.60のピークの量は0.4%以下であり，シンバスタチン及び上記のピーク以外のピークの量は0.1%以下である．また，シンバスタチン及びシンバスタチンに対する相対保持時間約0.60以外のピークの合計量は1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)

移動相B：リン酸の液体クロマトグラフィー用アセトニトリル溶液(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 4.5	100	0
4.5 ～ 4.6	100 → 95	0 → 5
4.6 ～ 8.0	95 → 25	5 → 75
8.0 ～ 11.5	25	75

流量：毎分3.0mL

面積測定範囲：シンバスタチンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液0.5mLにアセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)を加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，アセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たシンバスタチンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の16～24%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（4） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びシンバスタチン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約30mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シンバスチタン($C_{25}H_{38}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ33mmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

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

流量：シンバスタチンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ロバスタチン3mgを標準溶液2mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロバスタチン，シンバスタチンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器.

常水

Water

H_2O：18.02

本品は，水道法第4条に基づく水質基準(平成15年厚生労働省令第101号)に適合する．なお，本品を井水，工業用水等から各施設において製造する場合は，当該基準によるほか，次の試験に適合する水とする．

純度試験　アンモニウム〈1.02〉　本品30mLを検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液0.15mLにアンモニウム試験用水を加えて30mLとする(0.05mg/L以下).

精製水
Purified Water

本品は，イオン交換，蒸留，逆浸透又は限外ろ過などを単独あるいは組み合わせたシステムにより，「常水」より製したものである．

本品は，製造後，速やかに用いる．ただし，微生物の増殖抑制が図られる場合，一時的にこれを保存することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　有機体炭素〈2.59〉　試験を行うとき，0.50mg/L以下である．

導電率〈2.51〉　次の方法により試験を行うとき，本品の導電率(25℃)は2.1μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

精製水(容器入り)
Purified Water in Containers

本品は「精製水」を気密容器に入れたものである．

ただし，(容器入り)を省略して表示することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100mLに希硫酸10mLを加えて煮沸し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率〈2.51〉　次の方法により試験を行うとき，内容量が10mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25μS･cm^{-1}以下であり，内容量が10mLを超える製品の場合は，5μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

微生物限度〈4.05〉　本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFUである．ただし，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用いる．

貯法　容器　気密容器．

滅菌精製水(容器入り)
Sterile Purified Water in Containers
滅菌精製水

本品は「精製水」を密封容器に入れ，滅菌して製したもの，又はあらかじめ滅菌した「精製水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封して製したものである．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100mLに希硫酸10mLを加えて煮沸し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率〈2.51〉　次の方法により試験を行うとき，内容量が10mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25μS･cm^{-1}以下であり，内容量が10mLを超える製品の場合は，5μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

無菌〈4.06〉　試験を行うとき，適合する．

貯法　容器　密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

注射用水
Water for Injection

本品は，「常水」にイオン交換，逆浸透等による適切な前処理を行った水又は「精製水」の，蒸留又は超ろ過により製したものである．

本品を超ろ過法(逆浸透膜，分子量約6000以上の物質を除去できる限外ろ過膜，又はこれらの膜を組み合わせた製造システムにより水を精製する方法)により製する場合，微生物による製造システムの汚染に特に注意し，蒸留法により製したものと同等の水質をもつものとする．

本品は，製造後，速やかに用いる．ただし，高温循環させるなど，微生物の増殖が抑制されるシステムが構築されている場合，一時的にこれを保存することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　有機体炭素〈2.59〉　試験を行うとき，0.50mg/L以下である．

導電率〈2.51〉　次の方法により試験を行うとき，本品の導電率(25℃)は2.1μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

エンドトキシン〈4.01〉　0.25EU/mL未満．

注射用水(容器入り)
Sterile Water for Injection in Containers

本品は「注射用水」を密封容器に入れ，滅菌して製したもの，又はあらかじめ滅菌した「注射用水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封して製したものである．

ただし，(容器入り)を省略して表示することができる．

なお，蒸留法により製した「注射用水」を用いて本品を製

造した場合，別名として注射用蒸留水と表示することができる．

性状 本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品100mLに希硫酸10mLを加えて煮沸し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率〈2.51〉 次の方法により試験を行うとき，内容量が10mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25μS・cm^{-1}以下であり，内容量が10mLを超える製品の場合は，5μS・cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS・cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

エンドトキシン〈4.01〉 0.25EU/mL未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 試験を行うとき，適合する．

貯法 容器 密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

乾燥水酸化アルミニウムゲル

Dried Aluminum Hydroxide Gel

本品は定量するとき，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96)50.0%以上を含む．

性状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に大部分溶ける．

確認試験 本品0.2gに希塩酸20mLを加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 液性 本品1.0gに水25mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gに希硝酸30mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.284%以下)．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品1.0gに希塩酸15mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて250mLとし，遠心分離する．上澄液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下)．

（4） 硝酸塩 本品0.10gに水5mLを加え，更に硫酸5mLを注意して加え，よく振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液2mLを層積するとき，その境界面に褐色の輪帯を生じない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品2.0gに希塩酸10mLを加え，加熱して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸10mLを蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品0.8gに希硫酸10mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，ろ過する．ろ液5mLをとり，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下)．

制酸力 本品約0.2gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1mol/L塩酸100mLを正確に加え，密栓して37±2℃で1時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液50mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈2.50〉する．本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は250mL以上である．

定量法 本品約2gを精密に量り，塩酸15mLを加え，水浴上で振り混ぜながら30分間加熱し，冷後，水を加えて正確に500mLとする．この液20mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え，pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)55mLを加え，0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ジチゾン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝2.549mg Al_2O_3

貯法 容器 気密容器．

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

本品は定量するとき，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96)47.0%以上を含む．

製法 本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品0.2gに希塩酸20mLを加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

粒度〈6.03〉 試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

制酸力 「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の制酸力を準用する．ただし，本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は235mL以上である．

定量法 「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の定量法を準用する．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝2.549mg Al_2O_3

貯法 容器 気密容器．

水酸化カリウム

Potassium Hydroxide

KOH：56.11

本品は定量するとき，水酸化カリウム(KOH)85.0%以上を含む.

性状　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である.

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する.

本品は湿気によって潮解する.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である.

（2）　本品の水溶液(1→25)はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gを水に溶かし100mLとし，この液25mLに希硝酸8mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.7mLを加える(0.050%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを水5mLに溶かし，希塩酸7mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL，希酢酸2mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸7mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下).

（4）　ナトリウム　本品0.10gを希塩酸10mLに溶かし，この液につき炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない.

（5）　炭酸カリウム　定量法で得たB(mL)から次の式によって計算するとき，炭酸カリウム(K_2CO_3：138.21)の量は2.0%以下である.

炭酸カリウムの量(mg)＝138.21×B

定量法　本品約1.5gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水40mLを加えて溶かし，15℃に冷却した後，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの0.5mol/L硫酸の量をA(mL)とする．更にこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え，再び0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの0.5mol/L硫酸の量をB(mL)とする．($A-B$)mLから水酸化カリウム(KOH)の量を求める.

0.5mol/L硫酸1mL＝56.11mg KOH

貯法　容器　気密容器.

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消石灰

$Ca(OH)_2$：74.09

本品は定量するとき，水酸化カルシウム[$Ca(OH)_2$]90.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，味はわずかに苦い.

本品は水に溶けにくく，熱湯に極めて溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に溶ける.

本品は空気中で二酸化炭素を吸収する.

確認試験

（1）　本品に3～4倍量の水を加えるとき泥状となり，アルカリ性を呈する.

（2）　本品1gを希酢酸30mLに溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する.

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5gに水100mLを加え，かき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸1mLを加える．この液を5分間煮沸し，冷後，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は25mg以下である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを希塩酸10mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水40mLに溶かし，ろ過する．ろ液20mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸5mLを水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下).

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0gに水20mL及び希塩酸10mLを加えて溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，よく振り混ぜてろ過する．ろ液50mLに硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで600℃で強熱するとき，その量は24mg以下である.

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(4ppm以下).

定量法　本品約1gを精密に量り，希塩酸10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水90mL及び8mol/L水酸化カリウム試液1.5mLを加えて振り混ぜ，3～5分間放置した後，NN指示薬0.1gを加え，直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝3.705mg $Ca(OH)_2$

貯法　容器　気密容器.

水酸化ナトリウム
Sodium Hydroxide

NaOH：40.00

本品は定量するとき，水酸化ナトリウム(NaOH)95.0%以上を含む.

性状　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である.

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する.

本品は湿気によって潮解する.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である.

（2）　本品の水溶液(1→25)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gを水に溶かし100mLとし，この液25mLに希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.7mLを加える(0.050%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを水5mLに溶かし，希塩酸11mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL，希酢酸2mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸11mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下).

（4）　カリウム　本品0.10gを水に溶かし40mLとする．この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30)5.0mLを加え，直ちに振り混ぜ，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化カリウム9.5mgを水に溶かし，1000mLとする．この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する.

（5）　炭酸ナトリウム　定量法で得たB(mL)から次の式によって計算するとき，炭酸ナトリウム(Na_2CO_3：105.99)の量は2.0%以下である.

炭酸ナトリウムの量(mg)＝105.99×B

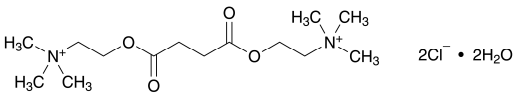
（6）　水銀　本品2.0gに過マンガン酸カリウム溶液(3→50)1mL及び水30mLを加えて溶かす，これに精製塩酸を徐々に加えて中和し，更に薄めた硫酸(1→2)5mLを加え，これに二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0mLをとり，過マンガン酸カリウム溶液(3→50)1mL，水30mL及び試料溶液の調製に使用した量の精製塩酸を加え，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度をA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい.

定量法　本品約1.5gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水40mLを加えて溶かし，15℃に冷却した後，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの0.5mol/L硫酸の量をA(mL)とする．更にこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え，再び0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの0.5mol/L硫酸の量をB(mL)とする．($A-B$)mLから水酸化ナトリウム(NaOH)の量を計算する.

0.5mol/L硫酸1mL＝40.00mg NaOH

貯法　容器　気密容器.

スキサメトニウム塩化物水和物
Suxamethonium Chloride Hydrate
塩化スキサメトニウム
スキサメトニウム塩化物



$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$：397.34
2,2′-Succinyldioxybis(*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium) dichloride dihydrate
[*6101-15-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である.

融点〈*2.60*〉　159～164℃(未乾燥).

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　類縁物質　本品0.25gを水5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，15分間放置した後観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　8.0～10.0%(0.4g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.07mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法　容器　気密容器.

スキサメトニウム塩化物注射液

Suxamethonium Chloride Injection

塩化スキサメトニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)の量で表示する．

製法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム0.05gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ〈2.54〉　3.0～5.0

純度試験　加水分解物　定量法における初めの中和に消費する0.1mol/L水酸化ナトリウム液の量は，スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)200mgにつき0.7mL以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　2.0EU/mg未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)約0.2gに対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，新たに煮沸して冷却した水30mLを加え，ジエチルエーテル20mLずつで5回洗う．全ジエチルエーテル洗液を合わせ，新たに煮沸して冷却した水10mLずつで2回抽出する．この水抽出液を合わせ，ジエチルエーテル10mLずつで2回洗い，水層は初めの水溶液に合わせ，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和する．次に0.1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，還流冷却器を付けて40分間煮沸する．冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する．新たに煮沸して冷却した水50mLをフラスコに入れ，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和する．以下同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝18.07mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法

保存条件　凍結を避け，5℃以下で保存する．

容器　密封容器.

有効期限　製造後12箇月.

注射用スキサメトニウム塩化物

Suxamethonium Chloride for Injection

注射用塩化スキサメトニウム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)の量で表示する．

製法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05gに対応する量をとり，水に溶かし，10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム0.05gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～

5.0である．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.25gに対応する量をとり，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の純度試験(2)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　1.5EU/mg未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約0.5gを精密に量り，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の定量法を準用する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.07mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

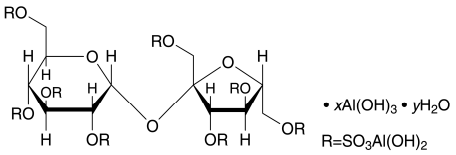
貯法　容器　密封容器．

スクラルファート水和物

Sucralfate Hydrate

ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩

スクラルファート



$C_{12}H_{30}Al_8O_{51}S_8 \cdot xAl(OH)_3 \cdot yH_2O$

[*54182-58-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アルミニウム(Al：26.98)17.0～21.0%及びショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$：982.80)として34.0～43.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，熱湯，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.05gを小試験管にとり，ナトリウムの新しい切片0.05gを加え，注意しながら加熱融解し，直ちに水100mLの中に入れ，小試験管を割り，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品40mgを希硫酸2mLに溶かし，アントロン試液2mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面は青色を呈し，徐々に青緑色に変わる．

（3）　本品0.5gを希塩酸10mLに溶かした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを希硫酸10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸30mLに溶かし，沸騰するまで穏やかに加熱する．冷後，水を加えて100mLとし，この液10mLに希硝酸3mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.50%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，塩化ナトリウム溶液(1→5)20mL及び希塩酸1mLを加えて溶かし，これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸1mLを水浴上で蒸発乾固し，これに塩化ナトリウム溶液(1→5)20mL，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　遊離アルミニウム　本品3.0gに水50mLを加え，水浴中で5分間加熱し，冷後，ろ過し，残留物を水5mLずつで4回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸2mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液50mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，pH4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)50mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液3mL)．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う(0.2%以下)．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝1.349mg Al

（6）　類縁物質　定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた試料溶液50μLにつき，定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積の比を求めるとき，0.1以下である．

検出感度：定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた標準溶液50μLから得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの60～100%になるように調整する．

乾燥減量〈*2.41*〉　14.0%以下(1g，105℃，3時間)．

制酸力　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，200mLの共栓三角フラスコに入れ，0.1mol/L塩酸100mLを正確に加え，密栓して37±2℃で正確に1時間振り混ぜ(振とう速度毎分150回，振幅20mm)た後，5分間水冷する．上澄液10mLを正確に量り，過量の酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は130mL以上である．

定量法

（1）　アルミニウム　本品約1gを精密に量り，希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に250mLとする．この液25mLを正確に量り，0.05mol/Lエチ

レンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，pH4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)50mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ジチゾン試液3mL)．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝1.349mg Al

（２）　ショ糖オクタ硫酸エステル　本品約0.55gを精密に量り，硫酸・水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加え，激しく振り混ぜた後，30℃以下に保ちながら5分間超音波を照射して溶かす．次に0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約0.25gを精密に量り，移動相を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液は速やかに調製し，直ちに試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$)の量(mg)
　$= M_S \times A_T / A_S \times 0.763$

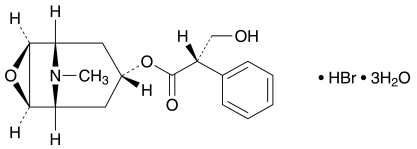
M_S：脱水物に換算したショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の秤取量(mg)

操作条件
　検出器：示差屈折計
　カラム：内径約4mm，長さ約30cmのステンレス管に約8μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．
　カラム温度：室温
　移動相：硫酸アンモニウム適当量(26～132g)を水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整する．硫酸アンモニウムの量は，ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し，冷後，直ちに試験を行うとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピークが，ほぼベースラインに戻り，かつ，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出する量とする．
　流量：ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が6～11分になるように調整する．
　カラムの選定：ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し，冷後，直ちにこの液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持時間約0.7の類縁物質の分離度が1.5以上のものを用いる．
　試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物

Scopolamine Hydrobromide Hydrate
臭化水素酸スコポラミン
スコポラミン臭化水素酸塩



$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31
(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Methyl-3-oxa-9-azatricyclo[3.3.1.0^{2,4}]non-7-yl (2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate
[*6533-68-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スコポラミン臭化水素酸塩($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$：384.26)98.5%以上を含む．

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の粒，若しくは粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品1mgに発煙硝酸3～4滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－24.0～－26.0°(乾燥後，0.5g，水，10mL，100mm)．

融点〈2.60〉　195～199℃(乾燥後，あらかじめ浴液を180℃に加熱しておく)．

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品0.50gを水15mLに溶かし，0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.50mL及びメチルレッド・メチレンブルー試液1滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（３）　アポアトロピン　本品0.20gを水20mLに溶かし，0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.60mLを加え，5分間放置するとき，液の赤色は消えない．

（４）　類縁物質　本品0.15gを水3mLに溶かし，試料溶液とする．

（ｉ）　試料溶液1mLにアンモニア試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

（ii）　試料溶液1mLに水酸化カリウム試液2～3滴を加えるとき，液は白濁することがあっても少時の後，澄明となる．

乾燥減量〈2.41〉　13.0%以下[1.5g，初めデシケーター(シリカゲル)で24時間，次に105℃で3時間乾燥する]．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)10mLを加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.43mg $C_{17}H_{21}NO_4$・HBr

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ステアリルアルコール

Stearyl Alcohol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてステアリルアルコール($C_{18}H_{38}O$：270.49)からなる．

性状　本品は白色のろう様物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈1.13〉　56～62℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約17mm，高さ約170mmの試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約25mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水を入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸価〈1.13〉　1.0以下．

エステル価〈1.13〉　3.0以下．

水酸基価〈1.13〉　200～220

ヨウ素価〈1.13〉　2.0以下．

純度試験

（1）　溶状　本品3.0gをエタノール(99.5)25mLに加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　アルカリ　(1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈2.44〉　0.05%以下(2g).

貯法　容器　密閉容器．

ステアリン酸

Stearic Acid

本品は脂肪から製した固形の脂肪酸で，主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)からなる．

性状　本品は白色のろう状あるいは結晶性の塊又は粉末で，わずかに脂肪のにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：56～72℃

酸価〈1.13〉　194～210

ヨウ素価〈1.13〉　4.0以下．

純度試験

（1）　鉱酸　本品5gを加温して融解し，熱湯5mLを加えて2分間振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液にメチルオレンジ試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　脂肪又はパラフィン　本品1.0gに無水炭酸ナトリウム0.5g及び水30mLを加えて煮沸するとき，液は熱時，澄明か又は混濁することがあっても次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.70mLに希硝酸6mL及び水を加えて30mLとし，硝酸銀試液1mLを加える．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

貯法　容器　密閉容器．

ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

本品は主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)のカルシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，カルシウム(Ca：40.08)6.4～7.1%を含む．

性状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな触感があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品3gに薄めた塩酸(1→2)20mL及びジエチルエーテル30mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置する．分離した水層はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(2)及び(4)を呈する．

（2）　(1)のジエチルエーテル層を分取し，希塩酸20mL，10mL，次に水20mLを用いて順次洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈1.13〉は54℃以上である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水20mL及び希酢酸2mLを加え，2分間加温し，冷後，ろ過し，水15mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸2mLを水浴上で蒸発乾固し，これに希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gに薄めた塩酸(1→2)5mL及びクロロホルム20mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置して水層を分取し，これを検液とし，試験を行う(2ppm以

下).

乾燥減量〈2.41〉　4.0%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で10分間加温した後，温湯10mL，10mL及び5mLを用いてフラスコに移し入れ，次に液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え，更に0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mL，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mL，エリオクロムブラックT試液4滴及びメチルエロー試液5滴を加えた後，直ちに過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L塩化マグネシウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が消え，赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝2.004mg Ca

貯法　容器　密閉容器.

ステアリン酸ポリオキシル40

Polyoxyl 40 Stearate

ポリオキシル40モノステアリン酸エステル

本品は酸化エチレンの縮重合体のモノステアリン酸エステルで，$H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$で表され，$n$は約40である．

性状　本品は白色～淡黄色のろう様の塊又は粉末で，においはないか，又はわずかに脂肪様のにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

凝固点〈2.42〉　39.0～44.0℃

脂肪酸の凝固点〈1.13〉　53℃以上.

酸価〈1.13〉　1以下.

けん化価〈1.13〉　25～35

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品0.67gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

貯法　容器　気密容器.

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

本品は主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)のマグネシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，マグネシウム(Mg：24.31)4.0～5.0%を含む.

性状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな感触があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(95)にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品5.0gを丸底フラスコにとり，過酸化物を含まないジエチルエーテル50mL，希硝酸20mL及び水20mLを加え，還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する．冷後，フラスコの内容物を分液漏斗に移し，振り混ぜた後，放置して水層を分取する．ジエチルエーテル層は水4mLで2回抽出し，抽出液を先の水層に合わせる．この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル15mLで洗った後，50mLのメスフラスコに移し，水を加えて正確に50mLとした後，振り混ぜて試料溶液とする．この液はマグネシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2）　純度試験(5)において，試料溶液から得たステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルに相当するピークの保持時間は，システム適合性試験用溶液から得たステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間に等しい．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加え，振り混ぜながら水浴上で1分間加熱し，冷後，ろ過する．このろ液10mLにブロモチモールブルー試液0.05mLを加える．この液に0.1mol/L塩酸又は0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.05mLを正確に加えるとき，液の色は変わる．

（2）　塩化物〈1.03〉　確認試験(1)で得た試料溶液10.0mLにつき試験を行う．比較液には0.02mol/L塩酸1.40mLを加える(0.10%以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　確認試験(1)で得た試料溶液10.0mLにつき試験を行う．比較液には0.01mol/L硫酸10.2mLを加える(1.0%以下).

（4）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，初めは弱く加熱し，次に約500±25℃で強熱して灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水20mL及び希酢酸2mLを加え，2分間加温し，冷後，ろ過し，ろ紙を水15mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸2mLを水浴上で蒸発し，これに希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（5）　ステアリン酸・パルミチン酸含量比　本品0.10gを正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0mLを加えて振り混ぜ，溶けるまで約10分間加熱する．冷却器からヘプタン4.0mLを加え，約10分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液20mLを加えて振り混ぜ，放置して液を二層に分離させる．分離したヘプタン層を，あらかじめヘプタンで洗った約0.1gの無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる．この液1.0mLを10mLのメスフラスコにとり，ヘプタンを加えて正確に10mLとし，振り混ぜ，試料溶液とする．試料溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積A及び得られたすべての脂肪酸エステルのピーク面積

B(検出したすべてのピークの面積)を測定し，本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率(%)を次式により計算する．

ステアリン酸の比率(%)＝A／B × 100

同様に，本品中に含まれるパルミチン酸の比率(%)を計算する．ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルの合計ピーク面積は，クロマトグラムで得られたすべての脂肪酸エステルのピークの合計面積の，それぞれ40%以上及び90%以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mの石英製カラムの内面に厚さ0.5μmでガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール15000－ジエポキシドを被覆したもの．

カラム温度：試料注入後2分間70℃に保ち，その後，毎分5℃の速度で240℃まで上昇させた後，この温度を5分間維持する．

注入口温度：220℃付近の一定温度

検出器温度：260℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ステアリン酸メチルの保持時間が約32分になるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

面積測定範囲：溶媒のピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：デシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥したガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ50mgを正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0mLを加えて振り混ぜ，以下，試料溶液と同様に操作し，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，ヘプタンを加えて正確に10mLとする．この液1μLから得たステアリン酸メチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のステアリン酸メチルのピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルミチン酸メチル，ステアリン酸メチルの順に溶出し，ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.86で，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は6.0%以下である．また，この繰り返しで得られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(2g，105℃恒量)．

微生物限度〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は5×10^2CFUである．またサルモネラ及び大腸菌は認めない．

定量法　本品を乾燥し，約0.5gを精密に量り，250mLのフラスコにとり，これにエタノール(99.5)／1－ブタノール混液(1：1)50mL，アンモニア水(28)5mL，pH10の塩化アンモニウム緩衝液3mL，0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30.0mL及びエリオクロムブラックT試液1～2滴を加え，振り混ぜる．この液が澄明となるまで45～50℃で加熱し，冷後，過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.1mol/L硫酸亜鉛液で液が青色から紫色に変わるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

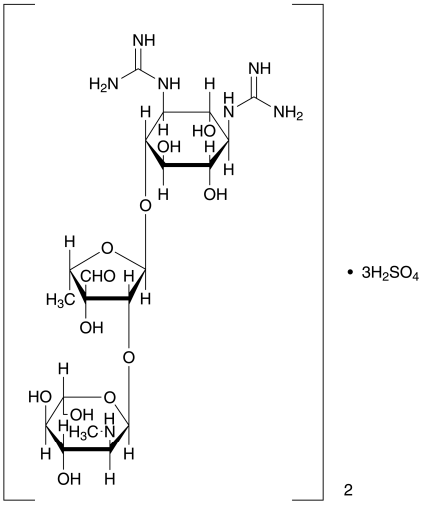
0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝2.431mg Mg

貯法　容器　気密容器．

ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate

硫酸ストレプトマイシン



$(C_{21}H_{39}N_7O_{12})_2\cdot 3H_2SO_4$：1457.38

2-Deoxy-2-methylamino-α-L-glucopyranosyl-(1→2)-5-deoxy-3-*C*-formyl-α-L-lyxofuranosyl-(1→4)-*N*,*N*′-diamidino-D-streptamine sesquisulfate

[*3810-74-0*]

本品は，*Streptomyces griseus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり740～820μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ストレプトマイシン($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品50mgを水5mLに溶かし，ニンヒドリン試液1mL及びピリジン0.5mLを加え，10分間加熱するとき，液は紫

色を呈する．

（２）　本品及びストレプトマイシン硫酸塩標準品10mgずつを水10mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(7→100)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ジヒドロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1→500)／薄めた硫酸(1→5)混液(1：1)を均等に噴霧した後，約150℃で約5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得た主スポットは同様の色調を呈し，それらのR_f値は等しい．

（３）　本品の水溶液(1→5)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－79～－88°(乾燥物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品2.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.20gを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)に溶かして5mLとし，還流冷却器を付けて1時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール／硫酸混液(97：3)適量で洗い，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にD－マンノース36mgを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)に溶かして5mLとし，還流冷却器を付けて1時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール／硫酸混液(97：3)適量で洗い，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／メタノール／酢酸(100)混液(2：1：1)を展開溶媒として13～15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ジヒドロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1→500)／薄めた硫酸(1→5)混液(1：1)を均等に噴霧した後，110℃で5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

（ⅲ）　標準溶液　ストレプトマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

注射用ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate for Injection

注射用硫酸ストレプトマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するストレプトマイシン($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57)を含む．

製法　本品は「ストレプトマイシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色又は淡黄白色の塊又は粉末である．

確認試験　「ストレプトマイシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」1.0g(力価)に対応する量をとり，水3mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.50以下である．

乾燥減量〈2.41〉　4.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

エンドトキシン〈4.01〉　0.10EU/mg(力価)未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌，培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

（ⅱ）　試料溶液　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ストレプトマイシン硫酸塩」約1g(力価)に対応す

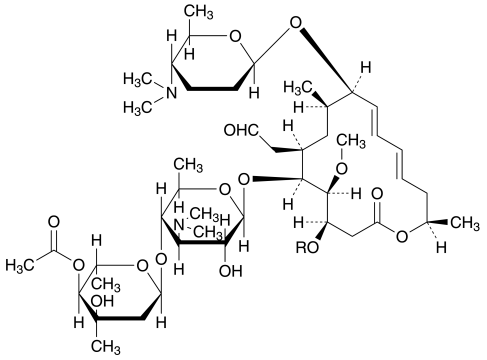
る量を精密に量り，水に溶かして正確に200mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

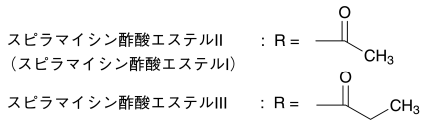
貯法　容器　密封容器．

スピラマイシン酢酸エステル

Spiramycin Acetate

アセチルスピラマイシン





(スピラマイシン酢酸エステルⅡ(スピラマイシン酢酸エステルⅠ))

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

(スピラマイシン酢酸エステルⅢ)

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*74014-51-0*，スピラマイシン酢酸エステル]

本品は，*Streptomyces ambofaciens*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900～1450μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スピラマイシン酢酸エステルⅡ($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$：927.13)としての量をスピラマイシン酢酸エステル質量(力価)で示し，スピラマイシン酢酸エステル1mg(力価)はスピラマイシン酢酸エステルⅡ($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$)0.7225mgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

成分含量比　本品25mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，スピラマイシン酢酸エステルⅡ，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのピーク面積A_{II}，A_{III}，A_{IV}，A_{V}，A_{VI}及びA_{VII}を自動積分法により測定し，これらのピーク面積の和に対するA_{II}，A_{IV}及びA_{III}とA_{V}の和の割合を求めるとき，A_{II}は30～45%，A_{IV}は30～45%，A_{III}とA_{V}の和は25%以下である．ただし，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのスピラマイシン酢酸エステルⅡに対する相対保持時間はそれぞれ1.3，1.7，2.3，0.85及び1.4である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：231nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液／リン酸水素二カリウム溶液(87→25000)混液(26：7：7)

流量：スピラマイシン酢酸エステルⅡの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品25mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ14500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：試料溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　3.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる.

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる.

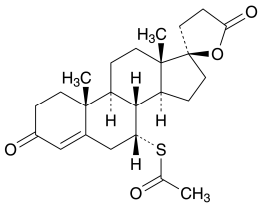
（iii）　標準溶液　スピラマイシン酢酸エステルII標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20mLに溶かし，更に，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする.

（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20mLに溶かし，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯法　容器　気密容器.

スピロノラクトン

Spironolactone



$C_{24}H_{32}O_4S$：416.57

7α-Acetylsulfanyl-3-oxo-17α-pregn-4-ene-21,17-carbolactone

[*52-01-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である.

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：198～207℃　125℃の浴液中に挿入し，140～185℃の間は1分間に約10℃，その前後は1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスピロノラクトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスピロノラクトン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びスピロノラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う.

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33～－37°(乾燥後，0.25g，クロロホルム，25mL，200mm).

純度試験

（1）　メルカプト化合物　本品2.0gに水20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液10mLにデンプン試液1mL及び0.01mol/Lヨウ素液0.05mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する.

（2）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸*n*－ブチルを展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のメタノール溶液(1→10)を均等に噴霧した後，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に250mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長238nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

スピロノラクトン錠

Spironolactone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$：416.57)を含む.

製法　本品は「スピロノラクトン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「スピロノラクトン」10mgに対応する量をとり，メタノール100mLを加えて

激しくかき混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLをとり，メタノールを加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236～240nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約0.5mgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確にV mLとする．30分間かき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液にポリソルベート80 1gに水を加えて500mLとした液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，25mg錠及び50mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約14μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，エタノール(95)20mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長243nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量(mg)

定量法　本品10個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約50mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．30分間かき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のスピロノラクトンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

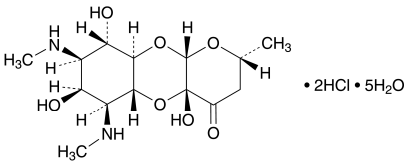
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25°C付近の一定温度
移動相：メタノール／水混液(3：2)
流量：スピロノラクトンの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スピロノラクトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピロノラクトンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スペクチノマイシン塩酸塩水和物

Spectinomycin Hydrochloride Hydrate
塩酸スペクチノマイシン



$C_{14}H_{24}N_2O_7 \cdot 2HCl \cdot 5H_2O$：495.35
(2*R*,4a*R*,5a*R*,6*S*,7*S*,8*R*,9*S*,9a*R*,10a*S*)-4a,7,9-Trihydroxy-2-methyl-6,8-bis(methylamino)-2,3,4a,5a,6,7,8,9,9a,10a-decahydro-4*H*-pyrano[2,3-*b*][1,4]benzodioxin-4-one dihydrochloride pentahydrate
[*22189-32-8*]

本品は，*Streptomyces spectabilis*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，1mg当たり603～713μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$：332.35)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLにアントロン試液を穏やかに加えるとき，接界面は，青色～青緑色を呈する．

（2）　本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→150)3mLに硝酸銀試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋15～＋21°(脱水物に換算したもの

2.1g，水，25mL，200mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.6である.

水分〈2.48〉　16.0～20.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（ｉ）　試験菌　*Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031を用いる.

（ii）　培地　培地(1)の3)のｉを用いる．ただし，pHは7.8～8.0とする.

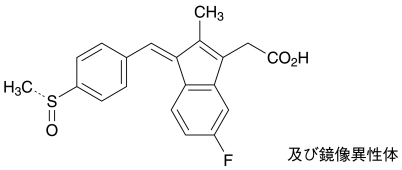
（iii）　標準溶液　スペクチノマイシン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，10日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする.

（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯法　容器　気密容器.

スリンダク

Sulindac



$C_{20}H_{17}FO_3S$：356.41

(1*Z*)-(5-Fluoro-2-methyl-1-{4-[(*RS*)-methylsulfinyl]benzylidene}-1*H*-inden-3-yl)acetic acid

[*38194-50-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スリンダク($C_{20}H_{17}FO_3S$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品のメタノール溶液(1→100)は施光性を示さない.

融点：約184℃(分解).

確認試験

（１）　本品15mgを塩酸のメタノール溶液(1→120)1000mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（３）　類縁物質　本品0.25gをとり，メタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mL，4mL及び2mLを正確に量りそれぞれにメタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(97：3)を展開溶媒として，約17cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，その合計量は1.0%以下である.

（４）　残留溶媒　別に規定する.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧・0.7kPa以下，100℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝35.64mg $C_{20}H_{17}FO_3S$

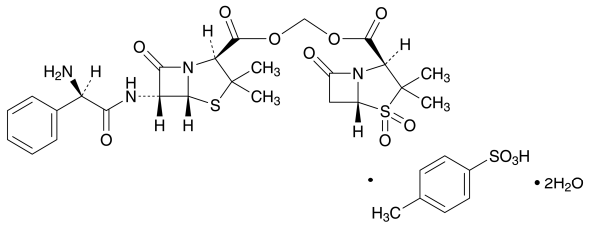
貯法　容器　気密容器.

スルタミシリントシル酸塩水和物

Sultamicillin Tosilate Hydrate

スルタミシリントシル酸塩

トシル酸スルタミシリン



$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$・$C_7H_8O_3S$・$2H_2O$：802.89

(2*S*,5*R*)-(3,3-Dimethyl-4,4,7-trioxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ylcarbonyloxy)methyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate mono-4-toluenesulfonate dihydrate

[*83105-70-8*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物1mg当たり698～800μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$：594.66)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルタミシリントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋173～＋187°(脱水物に換算したもの0.5g，水／アセトニトリル混液(3：2)，25mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　アンピシリン　本操作は速やかに行う．本品約20mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液6mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンピシリンのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gに水約750mLを加えて溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル80mLに加え，1000mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンピシリン標準品12mg，スルバクタム標準品4mg及び*p*－トルエンスルホン酸一水和物4mgを移動相1000mLに溶かす．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，*p*－トルエンスルホン酸，アンピシリンの順に溶出し，それぞれの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　スルバクタム　本操作は速やかに行う．本品約20mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

（5）　ペニシロ酸　本品約25mgを精密に量り，100mLの共栓フラスコに入れ，アセトニトリル1mLに溶かし，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液25mLを加える．この液に0.005mol/Lヨウ素液5mLを正確に加え，密栓して5分間放置した後，0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1.0mL)．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸($C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$：630.69)の量は3.0%以下である．

0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL

＝0.2585mg $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

（6）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.1gを精密に量り，メタノール2mLに溶かし，更に水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に酢酸エチル約1gを精密に量り，水を混和し，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール10mLを加え，更に水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，それぞれの液の酢酸エチルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，2.0%以下である．

酢酸エチルの量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 1／5

M_S：酢酸エチルの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3mm，長さ1mの管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g)を充てんする．
カラム温度：155℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：酢酸エチルの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ500段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

水分〈*2.48*〉　4.0～6.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本操作は速やかに行う．本品及びスルタミシリントシル酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルタミシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

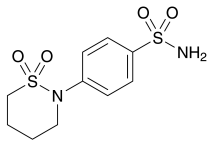
M_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→2500)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)
カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gに水約750mLを加えて溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル400mLに加えて1000mLとする．
流量：スルタミシリンの保持時間が約4分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，*p*－トルエンスルホン酸，スルタミシリン，内標準物質の順に溶出し，それぞれの分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルタミシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

スルチアム

Sultiame



$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$：290.36
4-(3,4,5,6-Tetrahydro-2*H*-1,2-thiazin-2-yl)benzenesulfonamide *S*,*S*-dioxide
[*61-56-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルチアム($C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は*N*,*N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，*n*－ブチルアミンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（１）　本品0.02gに水5mL及び*n*－ブチルアミン1mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2～3滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（２）　本品0.1gに炭酸ナトリウム十水和物0.5gを混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水10mLを加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液4mLに過酸化水素(30)2滴，薄めた塩酸(1→5)5mL及び塩化バリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

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

融点〈*2.60*〉　185～188℃

純度試験

（１）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，加温して溶かし，冷後，酢酸(100)2mL及び水を加えて100mLとして振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液40mLをとり，希硝酸6mL及び水を

加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに水酸化ナトリウム試液8mL，酢酸(100)0.8mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.022%以下).

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸8mL及び水を加えて100mLとして振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液40mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに水酸化ナトリウム試液8mL，希塩酸4.2mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５）　類縁物質　本品0.10gをとり，メタノールに溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別にスルファニルアミド10mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(30：8：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

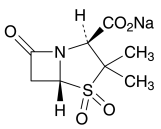
定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミド70mLに溶かし，0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法).同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝58.07mg $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$

貯法　容器　密閉容器.

スルバクタムナトリウム

Sulbactam Sodium



$C_8H_{10}NNaO_5S$：255.22

Monosodium (2*S*,5*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide

[*69388-84-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり875～941μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$：233.24)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない.

確認試験

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

（２）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋219～＋233°(1g，水，100mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.2～7.2である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　スルバクタムペニシラミン　本品約0.2gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約40mgを精密に量り，水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液0.5mLを加え，室温で10分間放置した後，1mol/L塩酸試液0.5mLを加え，更に移動相を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法で測定するとき，スルバクタムペニシラミンの量は1.0%以下である.

スルバクタムペニシラミンの量(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$

M_S：スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件
カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びスルバクタム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：0.005mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液750mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250mLを加える．

流量：スルバクタムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

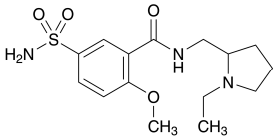
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スルピリド

Sulpiride



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43

N-(1-Ethylpyrrolidin-2-ylmethyl)-2-methoxy-5-sulfamoylbenzamide

[*15676-16-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)又は希酢酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は0.05mol/L硫酸試液に溶ける．

本品のメタノール溶液(1→100)は，旋光性を示さない．

融点：約178℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.1gを0.05mol/L硫酸試液に溶かし，100mLとする．この液5mLに水を加えて100mLとした液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを希酢酸7mLに溶かし，水を加えて20mLとするとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.020以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.14mg $C_{15}H_{23}N_3O_4S$

貯法　容器　密閉容器．

スルピリドカプセル

Sulpiride Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43)を含む.

製法 本品は「スルピリド」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長289～293nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.05mol/L硫酸試液30mLを加え，30分間振り混ぜた後，1mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約1mgを含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

溶出性 別に規定する.

定量法 本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.05mol/L硫酸試液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器.

スルピリド錠
Sulpiride Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43)を含む.

製法 本品は「スルピリド」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長289～293nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.05mol/L硫酸試液30mLを加え，30分間振り混ぜた後，1mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約1mgを含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠の30分間の溶出率は80%以上であり，100mg錠及び200mg錠の45分間の溶出率はそれぞれ75%以上及び70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)
C：1錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.05mol/L硫酸試液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

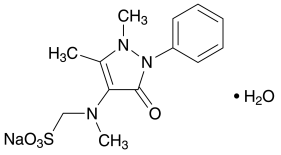
M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器.

スルピリン水和物

Sulpyrine Hydrate

スルピリン



$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35

Monosodium [(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-pyrazol-4-yl)(methyl)amino]methanesulfonate monohydrate

[*5907-38-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，スルピリン($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$：333.34)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→15)3mLに希硫酸2滴及びサラシ粉試液1mLを加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2）　本品の水溶液(1→25)5mLに希塩酸3mLを加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

（3）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，中性である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20gを0.05mol/L塩酸に溶かして50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は，0.005mol/L硫酸0.50mLに0.05mol/L塩酸を加えて50mLとする(0.120%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　メルブリン　本品0.10gに水2mL及び希硫酸1mLを加え，漏斗で覆い，穏やかに15分間煮沸する．冷後，酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→2)2mL及び水を加えて5mLとし，ベンズアルデヒド飽和溶液5mLを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，液は澄明である．

（5）　クロロホルム可溶物　本品1.0gにクロロホルム10mLを加え，30分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．沈殿は更にクロロホルム5mLずつで2回洗う．ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で4時間乾燥するとき，その量は5.0mg以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1g，105℃，4時間)．

定量法　本品約0.25gを精密に量り，10℃以下に冷却した薄めた塩酸(1→20)100mLを加えて溶かし，5～10℃に保ちながら直ちに0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は0.05mol/Lヨウ素液を滴加後，1分間強く振り混ぜても脱色しない青色を呈するときとする(指示薬：デンプン試液1mL)．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝16.67mg $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

スルピリン注射液

Sulpyrine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35)を含む．

製法　本品は「スルピリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：5.0～8.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2gに対応する容量をとり，水を加えて3mLとする．この液に希硫酸2滴及びサラシ粉試液1mLを加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2）　本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2gに対応する容量をとり，水を加えて5mLとする．この液に希塩酸3mLを加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液のスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$)約50mgに対応する容量$V$ mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリン(別途「スルピリン水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれを25mLのメスフラスコに入れ，エタノール(95)5mL，4－ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→250)2mL及び酢酸(100)2mLずつを加え，よく振り混ぜて15分間放置した後，水を加えて25mLとする．これらの液につき，水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長510nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定

する．

本品1mL中のスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 50 / V \times 1.054$

M_S：乾燥物に換算した定量用スルピリンの秤取量(mg)

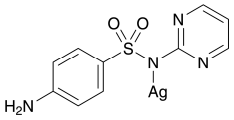
貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

スルファジアジン銀

Sulfadiazine Silver



$C_{10}H_9AgN_4O_2S$：357.14

Monosilver 4-amino-*N*-(pyrimidin-2-yl)benzenesulfonamidate

[*22199-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$)99.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約275℃(分解)．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスルファジアジン銀標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　硝酸塩　本品1.0gを水250mLに加え，50分間振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウム0.25gを精密に量り，水に溶かし，正確に2000mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2.0mLずつを正確に量り，クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物の硫酸溶液(1→10000)5mL及び硫酸を加えて正確に10mLとする．別に水2.0mLを正確に量り，同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長408nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない(0.05%以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgをエタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：5：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得た主スポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　41～45%(1g)．

銀含量　本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，硝酸2mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用銀標準液適量を正確に量り，水を加えて1mL中に銀(Ag：107.87)1.0～2.0μgを含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて銀含量を定量するとき，28.7～30.8%である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銀中空陰極ランプ

波長：328.1nm

定量法　本品及びスルファジアジン銀標準品を乾燥し，その約0.1gずつを精密に量り，アンモニア試液に溶かし，正確に100mLとする．これらの液1mLずつを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，アンモニア試液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：スルファジアジン銀標準品の秤取量(mg)

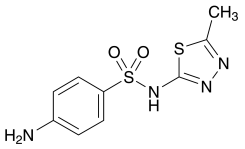
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルファメチゾール

Sulfamethizole



$C_9H_{10}N_4O_2S_2$：270.33

4-Amino-*N*-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)benzenesulfonamide

[*144-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメチゾール($C_9H_{10}N_4O_2S_2$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品はエタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

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

融点〈*2.60*〉　208～211℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gに水酸化ナトリウム試液3mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加温した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液は黄色を呈する.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，塩酸5mL及び水50mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する.

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝27.03mg $C_9H_{10}N_4O_2S_2$

貯法

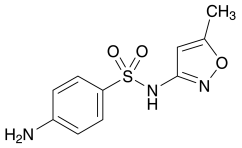
保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

スルファメトキサゾール

Sulfamethoxazole

スルフイソメゾール



$C_{10}H_{11}N_3O_3S$：253.28

4-Amino-*N*-(5-methylisoxazol-3-yl)benzenesulfonamide

[*723-46-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

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

融点〈*2.60*〉　169～172℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液5mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加熱した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液は黄色を呈する.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.20gをアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→

50)を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトニトリル／薄めたアンモニア水(28)(7→100)混液(10：8：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，水10mLを加えた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定〈2.50〉する(指示薬：チモールフタレイン試液0.5mL)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに水26mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝25.33mg $C_{10}H_{11}N_3O_3S$

貯法

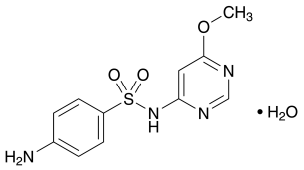
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

スルファモノメトキシン水和物

Sulfamonomethoxine Hydrate

スルファモノメトキシン



$C_{11}H_{12}N_4O_3S \cdot H_2O$：298.32

4-Amino-*N*-(6-methoxypyrimidin-4-yl)benzenesulfonamide Monohydrate

[*1220-83-3*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファモノメトキシン($C_{11}H_{12}N_4O_3S$：280.30)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶，粒又は粉末で，においはない.

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

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

融点〈2.60〉　204～206℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液5mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，加熱するとき，白濁を生じない．冷後，更にアセトン5mLを加えるとき，液は澄明である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.02gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得られた主スポットより大きくなく，かつ濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　4.5～6.5%(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，塩酸5mL及び水50mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する.

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝28.03mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

貯法

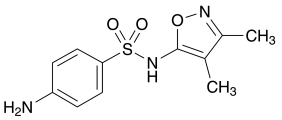
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

スルフイソキサゾール

Sulfisoxazole

スルファフラゾール



$C_{11}H_{13}N_3O_3S$：267.30

4-Amino-*N*-(3,4-dimethylisoxazol-5-yl)benzenesulfonamide

[*127-69-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフイソキサゾール($C_{11}H_{13}N_3O_3S$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，

味はわずかに苦い．

本品はピリジン又は*n*－ブチルアミンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（１）　本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（２）　本品0.02gに水5mL及び*n*－ブチルアミン1mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2～3滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は青緑色を呈する．

（３）　本品0.01gをピリジン1mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜる．更に水3mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡黄褐色を呈する．

（４）　本品0.5gに酢酸(100)2mLを加え，還流冷却器を付けて加熱して溶かし，無水酢酸1mLを加えて10分間煮沸する．これに水10mLを加えて冷却した後，更に水酸化ナトリウム溶液(3→10)約7mLを加えてアルカリ性とし，必要ならばろ過する．この液に直ちに酢酸(100)を滴加して酸性とし，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は208～210℃である．

融点〈*2.60*〉　192～196℃(分解).

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液5mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加熱した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，メタノール50mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.2mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．別にメタノール50mLに水18mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝53.46mg $C_{11}H_{13}N_3O_3S$

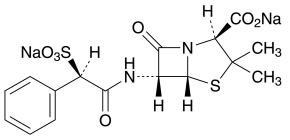
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

スルベニシリンナトリウム

Sulbenicillin Sodium



$C_{16}H_{16}N_2Na_2O_7S_2$：458.42

Disodium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*28002-18-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スルベニシリン($C_{16}H_{18}N_2O_7S_2$：414.45)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルベニシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋167～＋182°(脱水物に換算したもの1g，水，20mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品2.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.10gを移動相15mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，スルベニシリンの2つのピーク以外のピークの量は2.0%以下である．また，スルベニシリンの2つのピーク以外のピークの合計は5.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム10gを水750mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液でpH6.0±0.1に調整し，水を加えて1000mLとする．この液940mLにアセトニトリル60mLを加える．

流量：スルベニシリンの2つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が18分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からスルベニシリンの二つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間の1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとした液10μLから得たスルベニシリンの2つのピークの合計面積が，システム適合性試験用溶液から得たスルベニシリンの2つのピークの合計面積の7～13%であることを確認する．

システムの性能：試料溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルベニシリンの二つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルベニシリンの2つのピークの和の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の1)のⅰを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.4～6.6とする．

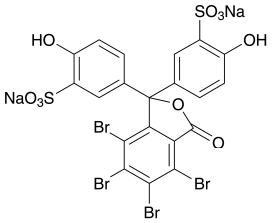
（ⅲ）　標準溶液　スルベニシリンナトリウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は凍結して保存し，4日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に40μg(力価)及び10μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に40μg(力価)及び10μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器.

スルホブロモフタレインナトリウム

Sulfobromophthalein Sodium



$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00

Disodium 5,5′-(4,5,6,7-tetrabromo-3-oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1,1-diyl)bis(2-hydroxybenzenesulfonate)

[*71-67-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)96.0～104.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.02gを水10mLに溶かし，炭酸ナトリウム試液1mLを加えるとき，液は青紫色を呈し，これに希塩酸1mLを加えるとき，液の色は消える．

（2）　本品0.2gを磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム0.5gを加えてよくかき混ぜた後，強熱して炭化し，冷後，残留物に熱湯15mLを加え，水浴上で5分間加熱した後，ろ過する．ろ液に塩酸を加え，わずかに酸性とした液は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.10mLを加える(0.002%以下).

（3）　硫酸塩　本品の水溶液(1→500)10mLに希塩酸5滴を加え，沸騰するまで加熱し，これに熱塩化バリウム試液1mLを加え，1分間後に観察するとき，液は澄明である．

（4）　カルシウム　本品約5gを精密に量り，磁製皿に入れ，弱く加熱して炭化した後，700～750℃に強熱して炭化する．冷後，希塩酸10mLを加え，水浴上で5分間加熱した後，内容物を50mLの水を用いてフラスコに移し，8mol/L水酸化カリウム試液5mL及びNN指示薬0.1gを加えた後，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝0.4008mg Ca
　カルシウム(Ca：40.08)の量は0.05％以下である．

（5）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品0.65gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，炭化物が残るときは更に少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，希硫酸10mLを加えて白煙が発生するまで加熱し，冷後，残留物に水5mLを加える．これを検液とし，試験を行う(3.1ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　5.0％以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　14～19％(乾燥後，0.5g，700～750℃)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200mLとする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長580nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)の量(mg)
　$=A/881\times200000$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

スルホブロモフタレインナトリウム注射液
Sulfobromophthalein Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0％に対応するスルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00)を含む．

製法　本品は「スルホブロモフタレインナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．
　pH：5.0～6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.02gに対応する容量をとり，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.1gに対応する容量をとり，無水炭酸ナトリウム0.5gを加えて水浴上で蒸発乾固し，更に強熱して炭化し，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験(2)を準用する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉　本品の表示量に従い，生理食塩液を加えて0.5w/v％溶液とし，ウサギの体重1kgにつき，この液5mLを注射し，試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のスルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に500mLとする．以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の定量法を準用する．

スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)の量(mg)
　$=A/881\times200000$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

血清性性腺刺激ホルモン
Serum Gonadotrophin

本品は健康な妊馬の血清について適切なウイルス検査を行い，ウイルスを除去又は不活性化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．
本品は1mg中2000血清性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．
本品は定量するとき，表示単位の80～125％を含む．

性状　本品は白色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得たY_3及びY_4につき，次の式によってbを計算するとき，bは120以上である．

$b=E/I$

$E=(Y_3-Y_4)/f$
　f: 1群の試験動物の数
$I=\log(T_H/T_L)$

純度試験　溶状　本品の表示単位に従い，1mL中9000単位を含むように生理食塩液を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　8.0％以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.1EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品に生理食塩液を加えて5mL中に4000単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約350gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使用し，1匹当たり試料溶液5.0mLずつを腹腔内に注射し，七日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり3000単位以上の血清性性腺刺激ホルモンを含む．

（i）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約3mgを量り，水を加え，その1mL中に500μgを含むように溶かす．この液に水を加え，1mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に200μg，150μg，100μg及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

（ii）　試料溶液　本品約1mgを量り，水を加え，その1mL中に正確に180μgを含むように溶かし，試料溶液とする．

(iii)　炭酸ナトリウム溶液　炭酸ナトリウム(標準試薬)2gに水酸化ナトリウム試液(1→10)を加えて100mLとする．
(iv)　酒石酸ナトリウム溶液　酒石酸ナトリウム二水和物約1gに水を加えて100mLとする．
(v)　硫酸銅溶液　硫酸銅(II)五水和物0.5gに(iv)液を加えて100mLとする．
(vi)　アルカリ性銅溶液　(iii)の炭酸ナトリウム溶液50mLと(v)の硫酸銅溶液1mLとを混合する．用時調製し，一日経過したら捨てる．
(vii)　操作法　各標準溶液及び試料溶液0.5mLを正確に量り，小型の試験管に入れる．(vi)のアルカリ性銅溶液を3mL加え，混合する．室温で10分以上放置した後，薄めたフォリン試液(1→2)を0.3mL加え，すばやく混合し，30分以上放置する．これらの液につき，水0.5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，すみやかに紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体1mL中の含量を計算する．

比活性(単位／たん白質mg)
＝{(定量法で得られた本品1mg中の単位)／(本品中のたん白質含有率)} × 100

定量法
(i)　試験動物　体重約45gの健康な雌シロネズミを用いる．
(ii)　標準溶液　血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液0.5mL中に，10，20，40及び80単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物の4群に，次の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の1群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約3倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし，その用量の1.5～2.0倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．
(iii)　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．
(iv)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びD群の4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lの0.5mLを1回のみ皮下注射し，第六日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．
(v)　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mg中の単位数
＝antilog$M$ × S_H1mL中の単位数 × b/a

$M = IY_a / Y_b$
$I = \log(S_H/S_L) = \log(T_H/T_L)$
$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$
$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$
a：本品の秤取量(mg)
b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / (4fs^2)$$

f: 各群の試験動物の数
$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y/f)\}/n$
Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値
$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$
$n = 4(f-1)$

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

$C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4fs^2t^2)$
t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容器　気密容器．

注射用血清性性腺刺激ホルモン
Serum Gonadotrophin for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．
本品は定量するとき，表示された血清性性腺刺激ホルモン単位の80～125%を含む．

製法　本品は「血清性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．
性状　本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験　「血清性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.03gを生理食塩液20mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.1EU/単位未満．

定量法　「血清性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率＝antilog M

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　密封容器．

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

Human Menopausal Gonadotrophin

本品は健康な閉経後の婦人の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので，卵胞刺激ホルモン作用と黄体形成ホルモン(間質細胞刺激ホルモン)作用を有する．

本品は1mg中40卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすい．

純度試験　黄体形成ホルモン　定量法及び次の方法により試験を行うとき，黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は1以下である．黄体形成ホルモンの測定法には精のう重量法と卵巣アスコルビン酸減少法がある．黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率が1以下，0.10以上の場合，精のう重量法を用いることができる．

(1)　精のう重量法

(i)　試験動物　体重約45～65gの健康な雄シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，pH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液1.0mL中に10，20及び40黄体形成ホルモン単位を含む3種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物に(iv)の操作法に従って注射し，精のうの質量を測定する．試験の結果に基づき精のうの質量が20～35mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液S_Hとする．この高用量標準溶液にpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて1.5～2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液とほぼ等しい作用を示すようにpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし高用量試料溶液T_Hとする．この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液T_Lとする．

調製した標準溶液及び試料溶液は2～8℃に保存する．

(iv)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを1日1回0.2mLずつ5日間皮下注射し，第6日に精のうを摘出し，付着する外液と不要組織を分離し，ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し，精のうの質量を量る．

(v)　計算法　定量法の(v)を準用する．ただし，卵巣質量を精のう質量に読み替える．

(2)　卵巣アスコルビン酸減少法

(i)　試験動物　体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液1.0mL中に，2，4，8及び16黄体形成ホルモン単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を，5匹を1群とする試験動物の4群に，次の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣アスコルビン酸量を測定する．別の1群にpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を注射し，対照とする．試験結果に基づき，卵巣アスコルビン酸量が対照の0.80～0.85倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし，その用量の4～6倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等用量中に含むようにpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，それぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(iv)　操作法　試験動物に対して血清性性腺刺激ホルモンの80単位を生理食塩液0.5mLに溶かした液を1匹当たり80単位皮下注射する．56～72時間後にヒト絨毛性性腺刺激ホルモンの40単位を生理食塩液0.5mLに溶かした液を1匹当たり40単位皮下注射する．最後の注射から6～9日に試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを各々1mLずつ尾静脈より注射する．注射後2～4時間後に左右卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し秤量した後，5～15mLのメタリン酸溶液(1→40)を一定量加え，ホモジナイザーを用いて氷冷下でホモジナイズし遠心分離する．上清0.5～1mL(1mLを原則とし、吸光度が0.1以下の場合には上清を半量の0.5mLとする)に，メタリン酸溶液(1→40)1.5mL，2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液2.5mLをそれぞれ加えて混和し，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により直ちに試験を行い，波長520nmにおける吸光度を測定する．別にアスコルビン酸標準品10.0mgを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，メタリン酸溶液(1→40)を加えて1mL中にアスコルビン酸($C_6H_8O_6$：176.12)2.0～10.0μgを含む液となるように薄める．この液2.5mLに2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液2.5mLを加えて混和し同様に吸光度を測定し検量線を作成する．このアスコルビン酸の検量線から卵巣100g中のアスコルビン酸量(mg)を求める．

（ｖ）　計算法　定量法の(ｖ)を準用する．ただし，卵巣質量をアスコルビン酸量に読み替える．

エンドトキシン〈4.01〉　本品をエンドトキシン試験用水1mL当たり75卵胞刺激ホルモン単位を溶かし，試験を行うとき，エンドトキシンとして1卵胞刺激ホルモン単位当たり0.66EU未満である．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり50卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

（ｉ）　試料溶液　本品約10mgを精密に量り，水を加え，その1mL中に正確に200μgを含むように溶かし，試料溶液とする．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液に水を加え，1mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約18mm，長さ約130mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定量法

（ｉ）　試験動物　体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，1.0mL中に0.75，1.5及び3.0卵胞刺激ホルモン単位を含む3種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物に，(iv)の操作法に従って注射し，卵巣の質量を測定する．試験の結果に基づき卵巣の質量がほぼ120～160mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液S_Hとする．この高用量標準溶液にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて1.5～2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液S_Lとする．

（iii）　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

（iv）　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを第1日の午後1回，第2日の午前，正午及び午後の3回，第3日の午前及び午後の2回にわたって1回0.2mLずつ皮下注射する．第5日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他不要組織を分離し，ろ紙で付着する水を軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（ｖ）　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mg中の単位数

＝antilog M×(S_H1mL中の単位数)× b/a

$M = IY_a / Y_b$

$I = \log(S_H/S_L) = \log(T_H/T_L)$

$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$

$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / (4fs^2)$$

f: 各群の試験動物の数

$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

$n = 4(f-1)$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin

胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は健康な妊婦の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は1mg当たり2500ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．また，たん白質1mg当たり3000単位以上の絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

本品は定量するとき，表示単位の80～125%を含む．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得たY_3及びY_4につき，次の式によってbを計算するとき，bは120以下である．

$$b = E / I$$

$$E = (Y_3 - Y_4) / f$$

f: 1群の試験動物の数

$$I = \log(T_H / T_L)$$

純度試験

（1）　溶状　本品0.05gを生理食塩液5mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　卵胞ホルモン　去勢後少なくとも2週間以上経た雌のシロネズミ又はシロハツカネズミ3匹に，表示単位に従い100単位に対応する量を精密に量り，生理食塩液0.5mLに溶かし，皮下注射する．注射後，第3日，第4日及び第5日の3日間，一日二回ずつ腟分泌物をとり，スライドガラスに薄く塗付して乾燥した後，ギムザ試液で染色し，水で洗い，乾燥して鏡検〈*5.01*〉するとき，発情像を認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1mL中に120単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約350gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使用し，1匹当たり試料溶液5.0mLずつを腹腔内に注射し，7日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり3000単位以上のヒト絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

（i）　試料溶液　本品の表示量に従い，適量に水を加え，1mL中にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン約500単位を含むように調製する．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液に水を加え，1mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約18mm，長さ約130mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定量法

（i）　試験動物　体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液2.5mL中に，7.5，15，30及び60単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物の4群に，(iv)の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の1群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約2.5倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準品の濃度とし，その用量の1.5～2.0倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

（iii）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

（iv）　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びD群の4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを一日一回0.5mLずつ5日間皮下注射し，第6日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（v）　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mg中の単位数

$$= \text{antilog}\, M \times S_H\text{1mL中の単位数} \times b / a$$

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a: 本品の秤取量(mg)

b: 本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / (4fs^2)$$

f: 各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y / f)\} / n$$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

$$n = 4(f - 1)$$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin for Injection

注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位の80～125%を含む．

製法　本品は「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　生理食塩液1mL中に本品2mgを含むように調製した液のpHは5.0～7.0である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03EU/単位未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，Mを表示量とせず，平均含量として判定値を計算する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率＝antilog M

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　密封容器．

生理食塩液

Isotonic Sodium Chloride Solution

0.9%塩化ナトリウム注射液

等張塩化ナトリウム注射液

等張食塩液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩化ナトリウム(NaCl：58.44)0.85～0.95w/v%を含む．

製法

塩化ナトリウム	9g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性状　本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

確認試験　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　4.5～8.0

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品100mLを水浴上で濃縮して約40mLとし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(0.3ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品20mLをとり，これを検液とし，試験を行う(0.1ppm以下)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mL未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品20mLを正確に量り，水30mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

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

石油ベンジン

Petroleum Benzin

本品は石油から得た低沸点の炭化水素類の混合物である．

性状　本品は無色澄明の揮発性の液で，蛍光がなく，特異なにおいがある．

本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は極めて引火しやすい．

比重　d_{20}^{20}：0.65～0.71

純度試験

（１）　酸　本品10mLに水5mLを加え，2分間激しく振り混

ぜて放置する．分離した水層は潤した青色リトマス紙を赤変しない．

（２）　イオウ化合物又は還元性物質　本品10mLにアンモニア・エタノール試液2.5mL及び硝酸銀試液2～3滴を加え，光を避け，約50℃で5分間加温するとき，液は褐色を呈しない．

（３）　油脂又はイオウ化合物　加温ガラス板上に無臭のろ紙を置き，これに本品10mLを少量ずつ滴下し，揮散させるとき，しみを残さず，また，異臭を発しない．

（４）　ベンゼン　本品5滴に硫酸2mL及び硝酸0.5mLを加え，約10分間加温した後，30分間放置し，次に磁製皿に移し，水で薄めるとき，ニトロベンゼンのにおいを発しない．

（５）　蒸発残留物　本品140mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は1mg以下である．

（６）　硫酸呈色物　本品5mLをネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸5mLを加え，5分間激しく振り混ぜて放置するとき，硫酸層の色は色の比較液Aより濃くない．

蒸留試験〈*2.57*〉　50～80℃，90vol%以上．

貯法

保存条件　火気を避け，30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セタノール

Cetanol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてセタノール($C_{16}H_{34}O$：242.44)からなる．

性状　本品は白色の薄片状，粒状又は塊状のろう様物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はピリジンに極めて溶けやすく，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈*1.13*〉　47～53℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約17mm，高さ約170mmの試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約25mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水に入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸価〈*1.13*〉　1.0以下．

エステル価〈*1.13*〉　2.0以下．

水酸基価〈*1.13*〉　210～232

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0以下．

純度試験

（１）　溶状　本品3.0gをエタノール(99.5)25mLに加温して溶かすとき，液は澄明である．

（２）　アルカリ　(1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

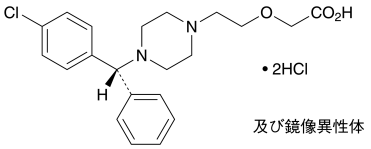
強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(2g)．

貯法　容器　密閉容器．

セチリジン塩酸塩

Cetirizine Hydrochloride

塩酸セチリジン



$C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl：461.81

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]piperazin-1-yl}ethoxy)acetic acid dihydrochloride

[*83881-52-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセチリジン以外のピークの面積は，標準溶液のセチリジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセチリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセチリジンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／薄めた0.5mol/L硫酸試液(2→25)混液(47：3)

流量：セチリジンの保持時間が約9分になるよう調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセチリジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たセチリジンのピーク面積が，標準溶液のセチリジンのピーク面積の35～65%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液5mLに，アミノピリンの移動相溶液(1→2500)3mLを加えた後，移動相を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，アミノピリンの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セチリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，アセトン／水混液(7：3)70mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝15.39mg $C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl

貯法　容器　密閉容器．

セチリジン塩酸塩錠

Cetirizine Hydrochloride Tablets

塩酸セチリジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl：461.81)を含む．

製法　本品は「セチリジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セチリジン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液約70mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液4mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230～234nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)4V／5mLを加え，20分間超音波処理した後，1mL中にセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約0.2mgを含む液となるように，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確にV mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：定量用塩酸セチリジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→1000)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)40mLを加え，20分間超音波処理した後，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸セチリジンを60℃で3時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセチリジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2$

M_S：定量用塩酸セチリジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→2900)／アセトニトリル混液(29：21)に0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整する．

流量：セチリジンの保持時間が約5分になるよう調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

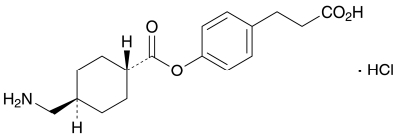
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセチリジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

セトラキサート塩酸塩

Cetraxate Hydrochloride

塩酸セトラキサート



$C_{17}H_{23}NO_4$・HCl：341.83

3-{4-[*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexylcarbonyloxy]-phenyl}propanoic acid monohydrochloride

[*27724-96-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セトラキサート塩酸塩($C_{17}H_{23}NO_4$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約236℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品0.5gを水／2－プロパノール混液(1：1)5mLに加温して溶かし，25℃以下に冷却し，析出した結晶をろ過する．得られた結晶を減圧下で4時間乾燥後，更に105℃で1時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(2ppm以下)．

（3）　シス体　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセトラキサートに対する相対保持時間1.3～1.6のピークの面積は，標準溶液のセトラキサートのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.5mol/L酢酸アンモニウム試液混液(15：10：4)に酢酸(31)を加えてpH6.0に調整する．

流量：セトラキサートの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.02g及びフェノール0.01gを水100mLに溶かす．この液2mLをとり，水を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セトラキサート，フェノールの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セトラキサートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸　本品0.10gに内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて溶かして10mLとし，試料溶液とする．別に3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸25mgをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　カフェインのメタノール溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.5mol/L酢酸アンモニウム試液混液(15：5：2)に酢酸(31)を加えてpH5.5に調整する．

流量：3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で

操作するとき，3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（５） 類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(20：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，90℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

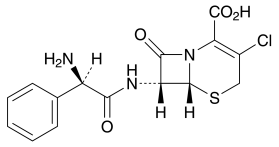
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，水100mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液でpH7.0～7.5に調整する．この液にホルムアルデヒド液10mLを加え，約5分間かき混ぜた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で約20分をかけて滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝34.18mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

セファクロル

Cefaclor



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81
(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-chloro-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid
[*53994-73-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，*N,N*－ジメチルホルムアミド又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３） 本品40mgに核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸1滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.7ppm付近にAB型四重線のシグナルAを，δ7.6ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ2：5である．

（４） 本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋105～＋120°(脱水物に換算したもの0.1g，水，25mL，100mm)．

純度試験

（１） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２） ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに懸濁して検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（３） 類縁物質　本品50mgをpH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，pH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならばpH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液20μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．試料溶液のセファクロル以外のピーク面積は標準溶液のセファクロルのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のセファクロル以外のピーク面積の合計は標準溶液のセファクロルのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpHを4.0に調整し，移動相Aとする．

移動相B：移動相A 550mLに，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLを加えて，移動相Bとする．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	95 → 75	5 → 25
30 ～ 45	75 → 0	25 → 100
45 ～ 55	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファクロルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積及び保持時間の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈2.48〉　6.5%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定).

定量法　本品及びセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.4に調整する．この液940mLにアセトニトリル60mLを加える．

流量：セファクロルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファクロルカプセル

Cefaclor Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法　本品は「セファクロル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファクロル」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20mgを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セファクロル」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液40mLを加えて10分間振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2.5mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.5%以下である．また，類縁物質の合計量は2.5%以下である．必要ならばpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量(%)

$= M_S / M_T \times A_{Ti} / A_S \times M_M / C \times 25/2$

類縁物質の合計量(%)

$= M_S / M_T \times \Sigma A_{Tn} / A_S \times M_M / C \times 25/2$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の内容物の秤取量(mg)
M_M：1カプセル中の平均内容物質量(mg)
A_{Ti}：試料溶液のセファクロル及び溶媒由来のピーク以外の個々のピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

試験条件
「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．
検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

水分〈2.48〉 8.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

定量法 本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．「セファクロル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．この上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

セファクロル複合顆粒
Cefaclor Compound Granules

本品は1包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ90.0～110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法 本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験 本品の表示全力価に従い「セファクロル」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20mgを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，10分間激しく振り混ぜた後，表示全力価に従い1mL中に「セファクロル」約5mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液10mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に25mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正

確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.6%以下である．また，類縁物質の合計量は2.8%以下である．必要ならばpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液50μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 4 \times \{1/(C \times T)\}$

類縁物質の合計量(%)

$= M_S \times \Sigma A_T / A_S \times V / 4 \times \{1/(C \times T)\}$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

A_T：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積

ΣA_T：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外のピークの合計面積

A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積

C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

T: 採取包数(包)

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　5.5%以下(0.3g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

（1）　全力価　本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い1mL中に「セファクロル」約3.8mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液3mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 15$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

（2）　胃溶性顆粒の力価　本品1包をとり，その内容物の全量を取り出し，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて5分間緩やかに振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1mL中に「セファクロル」約1.5mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液7mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は35～45%である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

また，試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示全力価に従い1mL

中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように0.01mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとし，37℃で60分間加温する．この液2mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.01mol/L塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

定量法

（1） 全力価　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激しく振り混ぜ，正確に希釈し，表示全力価に従い1mL中に「セファクロル」約5mg(力価)を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

（2） 胃溶性顆粒の力価　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液約100mLを加えて5分間緩やかに振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1mL中に「セファクロル」約2mg(力価)を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

セファクロル細粒

Cefaclor Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法　本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファクロル」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20mg(力価)を水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セファクロル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液40mLを加えて10分間振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，類縁物質の量を求めるとき，試料溶液の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．また，類縁物質の合計は3.0%以下である．必要ならばpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液50μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量(%)$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 5$
類縁物質の合計(%)$= M_S / M_T \times \Sigma A_T / A_S \times 1 / C \times 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
A_T：試料溶液のセファクロル及び溶媒のピーク以外の各ピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1g中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.5%以下(1g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従い「セファクロル」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セファクロル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．この上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

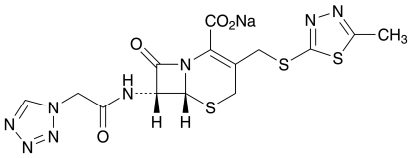
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$：476.49

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*27164-46-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7ppm付近及びδ 9.3ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－19～－23°(脱水物に換算したもの2.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.8～6.3である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.35以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10分以内に行う．

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(1ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ1.5%以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：セファゾリン標準品約80mgをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉 2.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる).

定量法 本品及びセファゾリン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27g及びクエン酸一水和物0.47gを水に溶かして935mLとし，この液にアセトニトリル65mLを加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

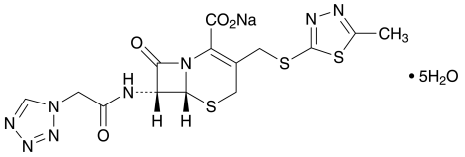
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

セファゾリンナトリウム水和物

Cefazolin Sodium Hydrate



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$：566.57

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate

[*115850-11-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)としての量を質量(力価)で示す.

性状 本品は白色～微帯黄白色の結晶である.

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペク

トルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.7ppm付近及びδ9.3ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(272nm)：272～292(脱水物に換算したもの80mg，水，5000mL)．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－20～－25°(脱水物に換算したもの2.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.8～6.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.15以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は1.0%以下であり，セファゾリン及び上記のピーク以外のピーク面積は0.5%以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.0%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセファゾリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgを*p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)20mLに溶かした液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，*p*－アセトアニシジドの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　13.7～16.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.10EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセファゾリン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液20mLを正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27g及びクエン酸一水和物0.47gを水に溶かして935mLとし，この液にアセトニトリル65mLを加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

注射用セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に

対応するセファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)を含む．

製法 本品は「セファゾリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末又は塊である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長270～274nmに吸収の極大を示す．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

浸透圧比 別に規定する．

ｐＨ〈2.54〉 本品の表示量に従い「セファゾリンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品の表示量に従い「セファゾリンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.35以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10分以内に行う．

（2） 類縁物質 本品の表示量に従い「セファゾリンナトリウム」0.10g(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セファゾリン以外のピークの面積は，1.5%以下である．また，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファゾリンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファゾリンナトリウム」の定量法のシステムの適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液8mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉 3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

エンドトキシン〈4.01〉 0.05EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セファゾリンナトリウム」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセファゾリン標準品の約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「セファゾリンナトリウム」の定量法を準用する．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S$

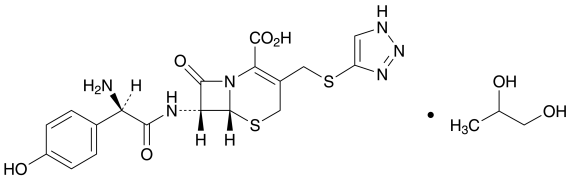
M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

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

セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate



$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$：538.60

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-8-oxo-3-[2-(1*H*-1,2,3-triazol-4-yl)sulfanylmethyl]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid monopropane-1,2-diolate (1/1)

[*51627-14-6*，セファトリジン]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり816～876μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水／核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液(3：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.2ppm付近に二重線のシグナルAを，δ7.0ppm付近に二重線のシグナルBを，δ7.5ppm付近に二重線のシグナルCを，δ8.3ppm付近に単一線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：2：2：1である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋52～＋58°(脱水物に換算したもの2.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm).

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→25)を用いる．

（３）　類縁物質　本品25mgを水5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセファトリジンプロピレングリコール標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に500mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファトリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタノール混液(17：3)

流量：セファトリジンの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品10mg(力価)及びセファドロキシル5mg(力価)を水50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

シロップ用セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate for Syrup

セファトリジンプロピレングリコールドライシロップ

シロップ用セファトリジン

本品は用時溶解して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～105.0%に対応するセファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50)を含む．

製法　本品は「セファトリジンプロピレングリコール」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」10mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かす．この液2mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長225～229nm及び266～271nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」0.4g(力価)に対応する量をとり，水10mLに懸濁した液のpHは4.0～6.0である．

純度試験　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファトリジン以外のピークの面積は，標準溶液のセファトリジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファトリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファトリジンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファトリジンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たセファトリジンのピーク面積が，標準溶液のセファトリジンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

定量法　本品を粉末とし，「セファトリジンプロピレングリコール」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に500mLとし，試料溶液とする．別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法を準用する．

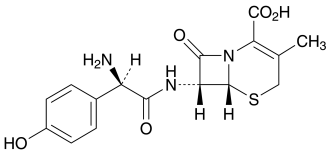
セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

セファドロキシル

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39
(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid
[*50370-12-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファドロキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水／核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液(3：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.1ppm付近に単一線のシグナルAを，δ7.0ppm付近に二重線のシグナルBを，δ7.5ppm付近に二重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋164～＋182°(脱水物に換算したもの0.6g，水，100mL，100mm).

pH〈2.54〉　本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.1gをエタノール(99.5)／水／薄めた塩酸(1→5)混液(75：22：3)4mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)／水／薄めた塩酸(1→5)混液(75：22：3)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／エタノール(99.5)／ギ酸混液(14：5：5：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　4.2～6.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセファドロキシル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に500mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファドロキシルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：262nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタノール混液(17：3)

流量：セファドロキシルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5mg(力価)及びセファトリジンプロピレングリコール10mg(力価)を水50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファドロキシルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セファドロキシルカプセル

Cefadroxil Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～105.0%に対応するセファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39)を含む．

製法　本品は「セファドロキシル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファドロキシル」10mg(力価)に対応する量をとり，水500mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　7.0%以下(0.15g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水300mLを加えて，超音波処理して粒子を小さく分散させ，30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，1mL中に「セファドロキシル」約0.1mg(力価)を含む液となるように水を加え，正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈6.10〉　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セファドロキシル」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長263nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中の「セファドロキシル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品20個をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．「セファドロキシル」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水300mLを加えて30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に500mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファドロキシル

Cefadroxil for Syrup

セファドロキシルドライシロップ

本品は用時懸濁して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～110.0%に対応するセファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39)を含む．

製法　本品は「セファドロキシル」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファドロキシル」10mg(力価)に対応する量をとり，水500mLに溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，試料は試験液に分散するように投入する)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従い「セファドロキシル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．

この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長263nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中の「セファドロキシル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を粉末とし，「セファドロキシル」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に500mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

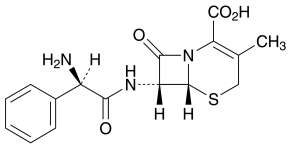
$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

セファレキシン

Cefalexin



$C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39
(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid
[*15686-71-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)又は*N,N*－ジメチルホルムアミドにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→200)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.8ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 7.5ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：5である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋144～＋158°(脱水物に換算したもの0.125g，水，25mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに懸濁して検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品約25mgをリン酸二水素カリウム溶液(9→500)に溶かして5mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．必要ならばリン酸二水素カリウム溶液(9→500)20μLにつき同様に操作し，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)によるベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファレキシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積より大きくない．また，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1／50より大きいセファレキシン以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.0gを水1000mLに溶かし，トリエチルアミン15mLを加え，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

移動相B：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.0gを水300mLに溶かし，トリエチルアミン15mLを加え，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液に，アセトニトリル350mL及びメタノール350mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 1	100	0
1 ～ 34.5	100 → 0	0 → 100
34.5 ～ 35.5	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファレキシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たセファレキシンのピーク面積が，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1.8～2.2%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ150000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファレキシンの保持時間及びピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈2.48〉　8.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定).

定量法　本品及びセファレキシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→1500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.0に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セファレキシンカプセル

Cefalexin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファレキシン」70mg(力価)に対応する量をとり，水25mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　10.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定).

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，カプセルを開いてpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1mL中に「セファレキシン」約1.25mg(力価)を含む液となるように，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，125mg(力価)カプセルの30分間の溶出率は75%以上であり，250mg(力価)カプセルの60分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セファレキシン」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．「セファレキシン」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　m－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.0に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファレキシン

Cefalexin for Syrup

セファレキシンドライシロップ

本品は用時溶解又は懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファレキシン」3mg(力価)に対応する量をとり，水に溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.4g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液$3V/5$ mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1mL中に「セファレキシン」約1mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　m－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従い「セファレキシン」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶

液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1125$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セファレキシン」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

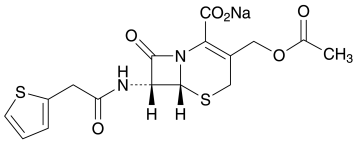
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径3.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.0に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．
流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

セファロチンナトリウム

Cefalotin Sodium



$C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$：418.42
Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(thiophen-2-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
[*58-71-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～980μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$：396.44)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.1ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 3.9ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを，δ 7.0ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．
（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋124～＋134°(5g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験
（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.20以下である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 定量法の標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．定量法の試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファロチン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとした液10μLから得たセファロチンのピーク面積が，標準溶液のセファロチンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液を，90℃の水浴中で10分間加熱後，冷却する．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約0.5のピークとセファロチンの分離度は9以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は1.8以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉 1.0%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定).

定量法 本品及びセファロチンナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファロチンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物17gを水790mLに溶かした液に，酢酸(100)0.6mLを加える．必要ならば，水酸化ナトリウム試液(1→10)又は酢酸(100)を加え，pH5.9±0.1に調整する．この液に，アセトニトリル150mL及びエタノール(95)70mLを加える．

流量：セファロチンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液を，90℃の水浴中で10分間加熱後，冷却する．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約0.5のピークとセファロチンの分離度は9以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は1.8以下である．

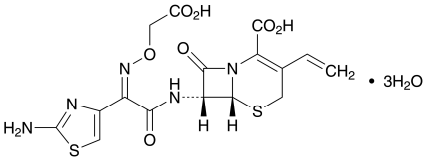
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

セフィキシム水和物

Cefixime Hydrate

セフィキシム



$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2 \cdot 3H_2O$：507.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(carboxymethoxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid trihydrate

[*125110-14-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフィキシム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品0.05gを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド／核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4：1)0.5mLに溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴ス

ペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ4.7ppm付近に単一線のシグナルAを，δ6.5～7.4ppm付近に多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－75～－88°(脱水物に換算したもの0.45g，炭酸水素ナトリウム溶液(1→50)，50mL，100mm).

純度試験　本品0.1gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフィキシム以外のそれぞれのピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの量の合計は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフィキシムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフィキシムのピーク高さが，20～60mmになることを確認する．

システムの性能：セフィキシム標準品約2mgをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液200mLに溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　9.0～12.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びセフィキシム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

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

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ125mmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液(10→13)25mLに水を加えて1000mLとし，この液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH6.5に調整する．この液300mLにアセトニトリル100mLを加える．

流量：セフィキシムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフィキシムカプセル

Cefixime Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～105.0%に対応するセフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45)を含む．

製法　本品は「セフィキシム水和物」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフィキシム水和物」70mg(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長286～290nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフィキシム水和物」0.1g(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフィキシム以外のピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの合計量は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲は「セフィキシム水和物」の純度試験の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液10μL

から得たセフィキシムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の7～13%となることを確認する．

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

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 12.0%以下(内容物0.1g，容量滴定法，直接滴定).

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，内容物及びカプセルにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液7V／10 mLを加えて30分間振り混ぜた後，1mL中に「セフィキシム水和物」約1mg(力価)を含む液となるようにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム水和物」の定量法を準用する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈*6.10*〉 試験液にpH7.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，50mg(力価)カプセルの60分間の溶出率及び100mg(力価)カプセルの90分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セフィキシム水和物」約56μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1カプセル中の「セフィキシム水和物」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末にする．「セフィキシム水和物」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム水和物」の定量法を準用する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

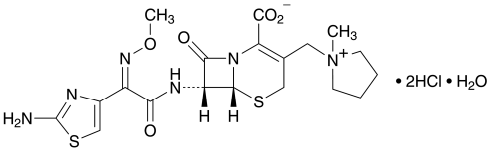
M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法 容器 気密容器.

セフェピム塩酸塩水和物

Cefepime Dihydrochloride Hydrate

塩酸セフェピム



$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$：571.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methylpyrrolidinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride monohydrate

[*123171-59-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり835～886μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品0.02gを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモ

ニウム溶液(1→10)1mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加え，5分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（２）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品の水溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.1ppm付近及びδ7.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（５）　本品15mgを水5mLに溶かし，硝酸銀試液2滴を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(259nm)：310～340(脱水物に換算したもの50mg，水，1000mL).

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋39～＋47°(脱水物に換算したもの60mg，水，20mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは1.6～2.1である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gをL－アルギニン溶液(3→50)5mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液Hより濃くない．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　*N*－メチルピロリジン　本品約80mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸(2→3125)に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，水30mLを100mLのメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに*N*－メチルピロリジン約0.125gを加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めた硝酸(2→3125)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の*N*－メチルピロリジンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定し，次式により本品1mg(力価)当たりの*N*－メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，0.5%以下である．ただし，試料溶液は調製後，20分以内に試験を行う．

N－メチルピロリジンの量(%)

$$=(M_S \times f)/M_T \times A_T/A_S \times 1/250$$

M_S：*N*－メチルピロリジンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

f：*N*－メチルピロリジンの純度(%)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径4.6mm，長さ5cmのプラスチック管に，1g当たり約0.3meqの交換容量を持つスルホン酸基を導入した5μmの液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(2→3125)990mLにアセトニトリル10mLを加える．

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：塩化ナトリウム溶液(3→1000)20mLに*N*－メチルピロリジン0.125gを加え，水を加えて100mLとする．この液4mLを量り，薄めた硝酸(2→3125)を加えて100mLとする．この液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，*N*－メチルピロリジンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，*N*－メチルピロリジンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（４）　類縁物質　本品約0.1gを量り，移動相Aに溶かして50mLとし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセフェピム以外のピークの合計量を求めるとき，0.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素アンモニウム0.57gを水1000mLに溶かす．

移動相B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 25	100 → 75	0 → 25

流量：セフェピムの保持時間が約9.5分になるように調整する．

面積測定範囲：セフェピムの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLをとり，移動相Aを加えて10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLをとり，移動相Aを加えて10mLとし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて10mLとする．この液5μLから得たセフェピムのピーク面積が，検出確認用溶液5μLから得たピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は6000段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　3.0～4.5%(本品約50mgを精密に量り，水分測定用メタノール2mLを正確に加えて溶かす．この液0.5mLを正確に量り，試験を行う．電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

エンドトキシン〈4.01〉　0.04EU/mg(力価)未満.

定量法　本品及びセフェピム塩酸塩標準品約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフェピムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液(261→100000)に酢酸(100)を加えてpH3.4に調整した後，水酸化カリウム溶液(13→20)を用いてpH4.0に調整する．この液950mLにアセトニトリル50mLを加える．

流量：セフェピムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は1500段以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

注射用セフェピム塩酸塩

Cefepime Dihydrochloride for Injection

注射用塩酸セフェピム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～110.0%に対応するセフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56)を含む．

製法　本品は「セフェピム塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品40mgを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)1mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて5分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→12500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長233～237nm及び255～259nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」0.5g(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」0.5g(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明で，その液の色は色の比較液Ｉより濃くない．

（2）　*N*－メチルピロリジン　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約0.2g(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸(2→625)に溶かして正確に20mLとし，試料溶液とする．別に，水30mLを100mLのメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに*N*－メチルピロリジン約0.125gを加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めた硝酸(2→3125)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の*N*－メチルピロリジンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定し，次式により本品1mg(力価)当たりの*N*－メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，1.0%以下である．ただし，試料溶液は調製後，20分以内に試験を行う．

N－メチルピロリジンの量(%)

$= (M_S \times f) / M_T \times A_T / A_S \times 1/125$

M_S：*N*－メチルピロリジンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

f：*N*－メチルピロリジンの純度(%)

試験条件

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　4.0%以下(本品約50mgを精密に量り，水分測定用メタノール2mLを正確に加えて溶かす．この液0.5mLを正確に量り，試験を行う．電量滴定法).

エンドトキシン〈4.01〉　0.06EU/mg(力価)未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，

適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフェピム塩酸塩標準品約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「セフェピム塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

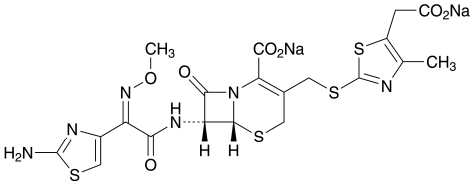
M_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

セフォジジムナトリウム

Cefodizime Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$：628.63
Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(5-carboxylatomethyl-4-methylthiazol-2-yl)sulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
[*86329-79-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物1mg当たり890μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$：584.67)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.3ppm付近，δ 4.0ppm付近及びδ 7.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－56～－62°(脱水及び脱エタノール物に換算したもの0.2g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをるつぼに量り，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硫酸2mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．以下第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品30mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフォジジム以外の各々のピークのピーク面積は，標準溶液のセフォジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフォジジム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフォジジムのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォジジムの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たセフォジジムのピーク面積が，標準溶液のセフォジジムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

（5）　エタノール　本品約1gを精密に量り，水に溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，試料溶液とする．別にガスクロマトグラフィー用エタノール約2gを精密に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを測定する．次式によりエタノールの量を求めるとき，2.0%以下である．

エタノールの量(%)＝M_S／M_T × Q_T／Q_S

M_S：ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　1－プロパノール溶液(1→400)
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3.2mm，長さ3mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを180～250μmのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーに15%の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：100℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：エタノールの保持時間が約3分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセフォジジムナトリウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$)の量[μg(力価)]
＝M_S × Q_T／Q_S × 1000

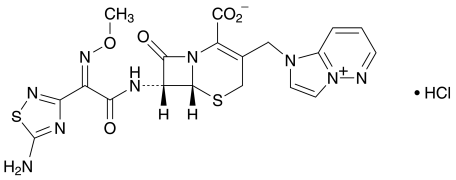
M_S：セフォジジムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　無水カフェイン溶液(3→400)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム0.80g及び無水リン酸水素二ナトリウム0.20gを水に溶かし，アセトニトリル80mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．
流量：セフォジジムの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォジジム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride
塩酸セフォゾプラン



$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$・HCl：551.99
(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(5-Amino-1,2,4-thiadiazol-3-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1*H*-imidazo[1,2-*b*]pyridazin-4-ium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride
[*113359-04-9*，セフォゾプラン]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり860～960μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品はジメチルスルホキシド又はホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品0.02gを水10mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)1mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加え，5分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．
（2）　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品の塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフォゾプラン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.9ppm付近に単一線のシグナルAを，δ5.2ppm付近に二重線のシグナルBを，δ8.0ppm付近に四重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．
（4）　本品0.01gをとり，水1mL及び酢酸(100)2mLを加えて溶かし，硝酸銀試液2滴を加えて振り混ぜるとき，液は白濁する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(238nm)：455～485(脱水物に換算したも

の50mg，塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)，5000mL).

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－73～－78°(脱水物に換算したもの0.1g，塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)，10mL，100mm).

純度試験

（1）　溶状　別に規定する.

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素　別に規定する.

（4）　類縁物質　別に規定する.

水分〈2.48〉　2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる).

強熱残分　別に規定する.

エンドトキシン〈4.01〉　0.05EU/mg(力価)未満.

定量法　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2,4－ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン0.366gをとり，水を加えて混和し，1000mLとする．この液にアセトニトリル60mL及び酢酸(100)5mLを加える.

流量：セフォゾプランの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォゾプラン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密封容器.

注射用セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォゾプラン

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するセフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53)を含む.

製法　本品は「セフォゾプラン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は，白色～淡黄色の粉末又は塊である.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236～241nmに吸収の極大を示す.

（2）　本品50mgをとり，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド0.8mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.9ppm付近に単一線のシグナルA，δ5.0ppm付近に二重線のシグナルB及びδ8.0ppm付近に四重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である.

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは7.5～9.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」1g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液Nより濃くない.

（2）　類縁物質　別に規定する.

水分〈2.48〉　2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる).

エンドトキシン〈4.01〉　0.05EU/mg(力価)未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」約0.5g(力価)に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．別にセフォゾプラン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．以下「セフォゾプラン塩酸塩」の定量法を準用する.

セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2,4－ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

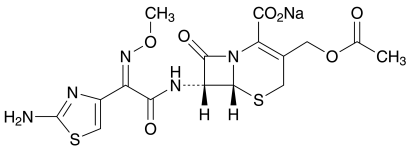
貯法

保存条件　遮光して保存する．

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

セフォタキシムナトリウム

Cefotaxime Sodium



$C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$：477.45

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64485-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり916μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$：455.47)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品2mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.1ppm付近，δ 4.0ppm付近及びδ 7.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋58～＋64°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gを水40mLに溶かし，希塩酸2mL及び水を加えて50mLとし，よく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　定量法で得た試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフォタキシム以外のそれぞれのピークの量は1.0%以下であり，セフォタキシム以外のピークの合計は3.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B，移動相の送液，流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォタキシムの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に20mLとした液10μLから得たセフォタキシムのピーク面積が，標準溶液のセフォタキシムのピーク面積の0.15～0.25%になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品及びセフォタキシム標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相Aに溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフォタキシムのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフォタキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えてpH6.25に調整し，この液860mLにメタノール140mLを加える．

移動相B：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリ

ン酸を加えてpH6.25に調整し，この液600mLにメタノール400mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 7	100	0
7 ～ 9	100 → 80	0 → 20
9 ～ 16	80	20
16 ～ 45	80 → 0	20 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：毎分約1.3mL　セフォタキシムの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1mLに水7.0mL及びメタノール2.0mLを加えて振り混ぜる．この液に炭酸ナトリウム十水和物25mgを加えて振り混ぜ，室温で10分間放置した後，酢酸(100)3滴及び標準溶液1mLを加えて振り混ぜる．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォタキシムに対する相対保持時間約0.3のデスアセチルセフォタキシム，セフォタキシムの順に溶出し，その分離度は20以上であり，セフォタキシムのピークのシンメトリー係数は2以下である．

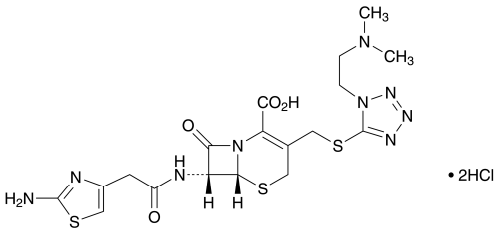
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォタキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride

塩酸セフォチアム



$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$・2HCl：598.55

(6*R*,7*R*)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrochloride

[*66309-69-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり810～890μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はホルムアミドに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.1ppm付近及びδ 6.7ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ6：1である．

（4）　本品0.1gをとり，希硝酸5mLに溶かし，直ちに硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋60～＋72°(脱水物に換算したもの1g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは1.2～1.7である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硫酸1mLを加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸2mLを加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH3～4に調整し，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液として試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLをとり，検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　7.0%以下(0.25g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセフォチアム塩酸塩標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフォチアムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液800mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えてpHを7.7に調整する．この液440mLにアセトニトリル60mLを加える．
流量：セフォチアムの保持時間が約14分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：オルシン0.04gを標準溶液10mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

注射用セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride for Injection
注射用塩酸セフォチアム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)を含む．

製法　本品は「セフォチアム塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257～261nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7～3.0ppm及びδ 6.5ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ6：1である．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは5.7～7.2である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，溶解10分後に紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.20以下である．

乾燥減量〈2.41〉　6.0%以下(0.5g，減圧，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.125EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「セフォチアム塩酸塩」の定量法を準用する．

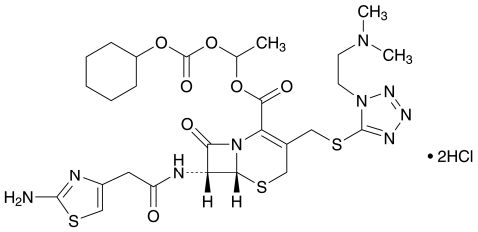
セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

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

セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩

Cefotiam Hexetil Hydrochloride
塩酸セフォチアムヘキセチル
セフォチアムヘキセチル塩酸塩



$C_{27}H_{37}N_9O_7S_3 \cdot 2HCl$：768.76
(1*RS*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*,7*R*)-7-[2-(2-aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride
[*95789-30-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり615～690μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジメチルスルホキシドに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.8ppm付近及びδ6.6ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを，δ6.9ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ6：1：1である．

（3）　本品の水溶液(1→200)に希硝酸2mL及び硝酸銀試液1mLを加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋52～＋60°(脱水物に換算したもの0.1g，0.1mol/L塩酸試液，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(1ppm以下).

（3）　類縁物質1　本品約50mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約50mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，試料溶液のセフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質は2.0%以下であり，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．ただし，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

類縁物質の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 5

M_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

A_S：標準溶液のセフォチアムヘキセチルの2つのピーク面積の合計

A_T：試料溶液の類縁物質のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72：28：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／酢酸(100)混液(60：40：1)

移動相の送液：移動相Aから移動相Bの混合比が，30分間で1：0から0：1に直線的に変化するように設定する．

流量：毎分0.7mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムヘキセチルの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たセフォチアムヘキセチルの2つのピークのそれぞれの面積が，標準溶液から得たそれぞれのピークの1.6～2.4%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォチアムヘキセチルの2つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムヘキセチルの2つのピークの面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　類縁物質2　本品約20mgを精密に量り，メタノール2mLに溶かした後，リン酸水素二アンモニウム溶液(79→20000)／酢酸(100)混液(200：3)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，セフォチアムに対する相対保持時間約0.1及び約0.9の類縁物質は1.0%以下であり，セフォチアム及びセフォチアムに対する相対保持時間約0.1及び約0.9の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．ただし，セフォチアムに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.76を乗じた値とする．

類縁物質の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 4

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

A_S：標準溶液のセフォチアムのピーク面積

A_T：試料溶液の個々のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(79→20000)／メタノール／酢酸(100)混液(200：10：3)

流量：セフォチアムの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得られたセフォチアムのピーク面積が標準溶液から得たセフォチアムのピーク面積の1.6～2.4%になることを確認する．

システムの性能：アセトアミノフェンの移動相溶液(1→50000)1mLに標準溶液3mLを加えてよく混和する．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（５） 総類縁物質　類縁物質1及び類縁物質2で求めた類縁物質の量の合計は6.5%以下である．

水分〈2.48〉　3.5%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

異性体比　定量法で得た試料溶液20μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間10分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$は0.45～0.55である．

定量法　本品及びセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．ただし，保持時間約10分に近接して現れる2つのピーク面積の和をセフォチアムヘキセチルのピーク面積とする．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　安息香酸の薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)溶液(7→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72：28：1)

流量：セフォチアムヘキセチルの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

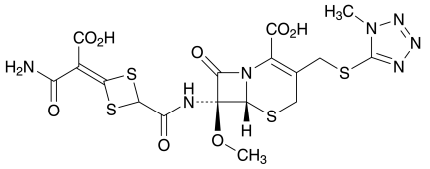
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォチアムヘキセチルの順に溶出し，セフォチアムヘキセチルの2つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォテタン

Cefotetan



$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$：575.62

(6*R*,7*R*)-7-{[4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-dithietane-2-carbonyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*69712-56-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり960～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（１） 本品のpH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭

化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品50mgを炭酸水素ナトリウムの核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25)0.5mLに溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.6ppm付近，δ4.0ppm付近，δ5.1ppm付近及びδ5.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：3：1：1である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_{D}^{20}$：＋112～＋124°(脱水物に換算したもの0.5g，炭酸水素ナトリウム溶液(1→200)，50mL，100mm)．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを炭酸水素ナトリウム溶液(1→30)10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品約0.1gを精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールをデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥し，その約3mg及び脱水物に換算したセフォテタン標準品約2mgをそれぞれ精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_{Ta}，セフォテタンに対する相対保持時間約0.5に溶出するセフォテタンラクトンのピーク面積の比Q_{Tb}，相対保持時間約1.2に溶出するΔ_2－セフォテタンのピーク面積の比Q_{Tc}，相対保持時間約1.3に溶出するイソチアゾール体のピーク面積の比Q_{Td}，その他の個々の類縁物質のピーク面積の比Q_{Te}及びその他の類縁物質のピーク面積の合計の比Q_{Tf}，標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びセフォテタンのピーク面積の比Q_{Sb}を求める．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールは0.3%以下，セフォテタンラクトンは0.3%以下，Δ_2－セフォテタンは0.5%以下，イソチアゾール体は0.5%以下，その他の個々の類縁物質は0.2%以下及びその他の類縁物質の合計は0.4%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/100$

セフォテタンラクトンの量(%)

$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/100$

Δ_2－セフォテタンの量(%)

$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tc} / Q_{Sb} \times 1/100$

イソチアゾール体の量(%)

$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Td} / Q_{Sb} \times 1/100$

その他の個々の類縁物質の量(%)

$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Te} / Q_{Sb} \times 1/100$

その他の類縁物質の合計(%)

$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tf} / Q_{Sb} \times 1/100$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

M_{Sb}：脱水物に換算したセフォテタン標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　無水カフェインのメタノール溶液(3→10000)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフォテタンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液15mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5μLから得たセフォテタンのピーク面積が，標準溶液のセフォテタンのピーク面積の12～18%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

異性体比　本品10mgをメタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間40分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク(*l*体)及び保持時間の大きい方のピーク(*d*体)の面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により*l*体の量を求めるとき，35～45%である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／水／硫酸水素テトラブチルアンモニウムのアセトニトリル溶液(1→150)混液(9：9：2)．

流量：*l*体の保持時間が約40分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，*l*体，*d*体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*l*体のピー

ク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

定量法 本品及びセフォテタン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液15mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォテタン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 無水カフェイン溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸 11.53gを水1000mLに溶かす．この液850mLにアセトニトリル50mL，酢酸(100)50mL及びメタノール50mLを加える．

流量：セフォテタンの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォテタンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

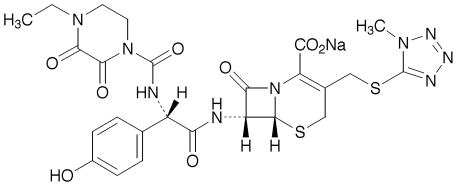
貯法

保存条件 遮光して，5℃以下で保存する．

容器 気密容器．

セフォペラゾンナトリウム

Cefoperazone Sodium



$C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$：667.65

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*62893-20-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり871μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

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

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.2ppm付近に三重線のシグナルAを，δ 6.8付近及びδ 7.3ppm付近にそれぞれ一対の二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－15～－25°(1g，水，100mL，100mm)．

pH〈2.54〉 本品1.0gを水4mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4） 類縁物質 本品0.1gを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉に

より試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の50倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，保持時間約8分の類縁物質Ⅰは5.0%以下であり，保持時間約17分の類縁物質Ⅱは1.5%以下である．また，類縁物質の合計量は7.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅡのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.90及び0.75を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，この液25μLから得たセフォペラゾンのピーク面積が，標準溶液の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にセフォペラゾン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの水／アセトニトリル混液(43：7)溶液(3→8000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100)57mL及びトリエチルアミン139mLをとり，水を加えて1000mLとする．この液20mLに水835mL，アセトニトリル140mL及び希酢酸5mLを加える．

流量：セフォペラゾンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォペラゾンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

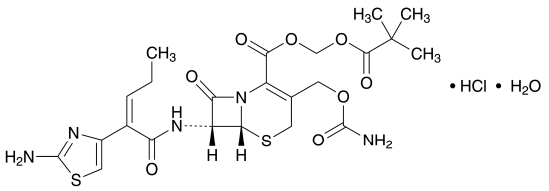
容器　密封容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate

塩酸セフカペン　ピボキシル

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物



$C_{23}H_{29}N_5O_8S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$：622.11

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)pent-2-enoylamino]-3-carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate

[*147816-24-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり722～764μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は*N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフカペンピボキシル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフカペンピボキシル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノー

ル溶液(1→50)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ6.3ppm付近に三重線のシグナルAを，δ6.7ppm付近に単一線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

（4）　本品10mgを水／メタノール混液(1：1)2mLに溶かし，硝酸銀試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋51～＋54°(脱水物に換算したもの0.1g，メタノール，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質Ⅰ　本品約10mg(力価)に対応する量をメタノール2mLに溶かし，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1)30μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.5及び約1.7のピークはそれぞれ0.2%以下，その他の個々のピークは0.1%以下であり，ピークの合計は1.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素カリウム5.99gを水に溶かし，1100mLとする．この液に，臭化テトラ*n*－ペンチルアンモニウム1.89gをメタノールに溶かして1000mLとした液を加える．

移動相B：メタノール／水混液(22：3)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 20	98	2
20 ～ 40	98 → 50	2 → 50
40 ～ 50	50	50

流量：毎分0.8mL

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，この液30μLから得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸プロピル10mgをメタノール25mLに溶かし，水を加えて50mLとする．この液5mLをとり，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液30μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（3）　類縁物質Ⅱ　本品約2mg(力価)に対応する量を液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かして20mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の1.7%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径7.8mm，長さ30cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：臭化リチウムの液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(13→5000)

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約22分になるように調整する．

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約1.8倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液3mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の20～40%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシルのピークの理論段数は12000段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.8～3.7%(0.5g，容量滴定法，逆滴定).

定量法　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え，更に，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mL

とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径3.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56g及び1－デカンスルホン酸ナトリウム1.22gを水に溶かし，1000mLとする．この液700mLにアセトニトリル300mL及びメタノール100mLを加える．

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.2gをメタノール10mLに溶かし，60℃の水浴中で20分間加温する．冷後，この液1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，セフカペンピボキシルトランス体，内標準物質の順に溶出し，セフカペンピボキシルに対するセフカペンピボキシルトランス体及び内標準物質の相対保持時間は，それぞれ約1.7及び約2.0であり，また，セフカペンピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules

塩酸セフカペン　ピボキシル細粒

セフカペンピボキシル塩酸塩細粒

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)を含む．

製法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール40mLを加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50mLとする．この液4mLを量りメタノールを加えて50mLとした後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長264～268nmに吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1mLを加えて振り混ぜる．水／メタノール混液(1：1)25mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1)30μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.3のピークは0.4%以下，相対保持時間約1.5のセフカペンピボキシルトランス体のピークは1.1%以下，その他の個々のピークは0.3%以下であり，ピークの合計は2.8%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

（2）　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2mg(力価)に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の4.0%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　1.4%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．試料は粉砕せず，採取は相対湿度30%以下で行う．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

粒度〈*6.03*〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約0.2g(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノ

ール混液(1：1)100mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別にセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Tablets

塩酸セフカペン　ピボキシル錠

セフカペンピボキシル塩酸塩錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～105.0%に対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)を含む．

製法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール40mLを加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50mLとする．この液4mLを量り，メタノールを加えて50mLとした後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長263～267nmに吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1mLを加えて振り混ぜる．水／メタノール混液(1：1)25mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1)30μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.3のピークは0.4%以下，相対保持時間約1.5のセフカペンピボキシルトランス体のピークは0.5%以下，その他の個々のピークは0.3%以下であり，ピークの合計は2.0%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

（2）　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2mg(力価)に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の3.3%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　3.9%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．試料の粉砕及び秤取は相対湿度30%以下で行う．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加えて5分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール20mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，メタノール／水混液(4：1)を加えて正確に50mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液から，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約6mg(力価)に対応する容量*V* mLを正確に量り，内標準溶液15mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて75mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 15 / V$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約0.6g(力価)に対応する量をとり，水20mLを加えて5分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール80mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，メタノール／水混液(4：1)を加えて正確に200mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離

する．上澄液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，内標準溶液15mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて75mLとし，試料溶液とする．別に，セフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 30$

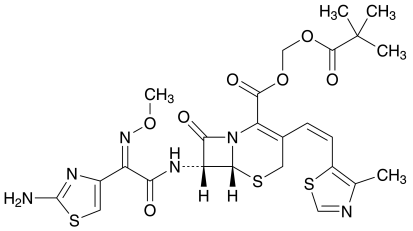
M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

貯法　容器　気密容器.

セフジトレン　ピボキシル

Cefditoren Pivoxil
セフジトレンピボキシル



$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$：620.72
2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(1*Z*)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
[*117467-28-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり770～820μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は淡黄白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品5mgを塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液3mLに溶かし，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品1mgをとり，希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液3滴を加えて振り混ぜ，2分間放置する．次に，アミド硫酸アンモニウム試液1mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフジトレンピボキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→50)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.1ppm付近，δ2.4ppm付近及びδ4.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを，δ6.4ppm付近及びδ6.7ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルD及びEを，δ8.6ppm付近に単一線のシグナルFを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：D：E：Fはほぼ9：3：3：1：1：1である．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(231nm)：340～360(50mg，メタノール，2500mL).

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－45～－52°(50mg，メタノール，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分　別に規定する．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びセフジトレンピボキシル標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル40mLに溶かし，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム1.58gを水900mLに溶かし，薄めたギ酸(1→250)を用いてpH6.0に調整した後，更に水を加えて1000mLとする．この液450mLにアセトニトリル275mL及びメタノール275mLを加える．

流量：セフジトレンピボキシルの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフジトレンピボキシルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル細粒

Cefditoren Pivoxil Fine Granules

セフジトレンピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)を含む．

製法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，アセトニトリル10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとする．この液1mLにアセトニトリルを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230～234nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　4.5%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4)70mLを加えて激しく振り混ぜる．この液に，内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて100mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，アセトニトリル20mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル錠

Cefditoren Pivoxil Tablets

セフジトレンピボキシル錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)を含む．

製法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」35mg(力価)に対応する量をとり，メタノール100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにメタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229～233nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　4.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，崩壊試験第1液12.5mLを加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル25mLを加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約20mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(3→4)を加えて50mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20mg(力価)を精密に量り，アセトニトリル20mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 50 / V$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セフジトレンピボキ

シル」約11μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4)20mLに溶かした後，試験液を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長272nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のセフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.5g(力価)に対応する量をとり，崩壊試験第1液63mLを加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル125mLを加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(3→4)を加えて50mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20mg(力価)に対する量を精密に量り，アセトニトリル20mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$

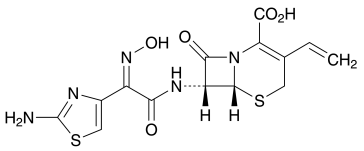
M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

貯法　容器　気密容器.

セフジニル

Cefdinir



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(hydroxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*91832-40-5*]

本品は定量するとき，1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品はpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶ける．

確認試験

（1）　本品及びセフジニル標準品のpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフジニル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフジニル標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフジニル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド／核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 5.0～6.1ppm及びδ 6.4～7.5ppmにそれぞれ多重線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ2：1である．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(287nm)：570～610(50mg，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，5000mL).

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－58～－66°(0.25g，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，25mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品約0.1gをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かす．この液3mLを正確に量り，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，面積百分率法でセフジニルのピークに対する相対保持時間1.5のE－異性体のピーク面積は0.8%以下であり，セフジニル以外のピークの合計面積は3.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000mLに0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4mLを加える．

移動相B：pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液500mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300mL及びメタノール200mLを加え，更に0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウ

ム試液0.4mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 2	95	5
2 ～ 22	95 → 75	5 → 25
22 ～ 32	75 → 50	25 → 50
32 ～ 37	50	50
37 ～ 38	50 → 95	50 → 5
38 ～ 58	95	5

流量：毎分1.0mL．この条件でセフジニルの保持時間は約22分である．

面積測定範囲：試料溶液注入後40分間

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に10mLとし，この液10μLから得たセフジニルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：セフジニル標準品0.03g及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン2mgをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液3mLに溶かし，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1，ピーク2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3，ピーク4の順に溶出し，セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3の相対保持時間は1.09以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，3.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉 2.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法 本品及びセフジニル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000mLに0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4mLを加える．この液900mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル60mL及びメタノール40mLを加える．

流量：セフジニルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：セフジニル標準品2mg及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン5mgをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1，ピーク2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3，ピーク4の順に溶出し，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク2とセフジニルの分離度が1.2以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ2000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

セフジニルカプセル

Cefdinir Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41)を含む．

製法 本品は「セフジニル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフジニル」10mg(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，1分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液2mLにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nm及び285～289nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性 〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mgカプセルの30分間の溶出率は80%以上であり，100mgカプセルの45分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正

確に量り，表示量に従い1 mL中に「セフジニル」約56μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1カプセル中のセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件
「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルを用いてよく洗浄し，室温に放置して付着したジエチルエーテルを揮散させた後，その質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の「セフジニル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

セフジニル細粒
Cefdinir Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41)を含む．

製法　本品は「セフジニル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セフジニル」10mg(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，1分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液2mLにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nm及び285～289nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品の表示量に従い「セフジニル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフジニル標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件
「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフジニル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

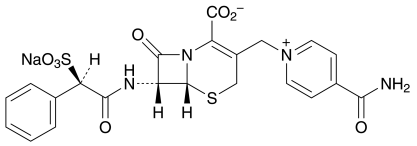
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフスロジンナトリウム

Cefsulodin Sodium



$C_{22}H_{19}N_4NaO_8S_2$：554.53

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-7-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*52152-93-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$：532.55)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ7.3～7.7ppmに多重線のシグナルAを，δ8.4ppm付近及びδ9.1ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ5：2：2である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋16.5～＋20.0°(脱水物に換算したもの0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.3～4.8である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)10mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加え，注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．もし，この方法で炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸6mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10mLを加え，水浴上で加温して溶かす．次に，アンモニア試液を滴加し，pHを3～4に調整した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mL及び硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)10mLをとり，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硝酸2mLを加え，注意して加熱した後，500～600℃で強熱する．冷後，残留物に塩酸6mLを加え，以下検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)及び塩酸3mLの代わりに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)及び希塩酸15mLを用いる(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gを精密に量り，水に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にイソニコチン酸アミド約20mg及びセフスロジンナトリウム標準品約20mg(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，類縁物質の量を次式により求めるとき，イソニコチン酸アミドは1.0%以下，その他の類縁物質の合計は1.2%以下である．

イソニコチン酸アミドの量(%)＝$A/B_I \times M_I/M_T \times 5$

その他の類縁物質の合計量(%)＝$B/B_S \times M_S/M_T \times 5$

A：試料溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B：試料溶液から得たセフスロジン及びイソニコチン酸アミド以外のピークのピーク面積の和

B_I：標準溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B_S：標準溶液から得たセフスロジンのピーク面積

M_T：本品の秤取量(g)

M_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量(g)

M_I：イソニコチン酸アミドの秤取量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：A液　硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(97：3)

B液　硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(23：2)

試料注入後，14分でA液からB液に切り替える．

流量：セフスロジンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：セフスロジンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのピーク面積が，標準溶液のイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのそれぞれのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行い，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセフスロジンナトリウム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフスロジンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(97：3)

流量：セフスロジンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニコチン酸アミド40mgを標準溶液25mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

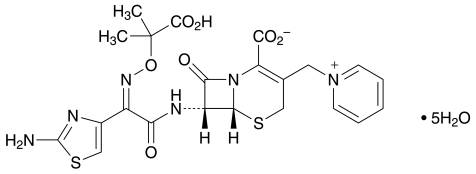
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

セフタジジム水和物

Ceftazidime Hydrate

セフタジジム



$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$：636.65

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-1-methylethoxyimino)acetylamino]-3-(pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate

[*78439-06-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフタジジム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品0.05gをとり，乾燥炭酸ナトリウム5mgを加え，核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5mLに溶かし，この液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.5ppm付近及びδ6.9ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを，δ7.9～9.2ppmに多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ6：1：5である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－28～－34°(乾燥物に換算したもの0.5g，pH6.0のリン酸塩緩衝液，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水100mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを，無水リン酸水素二ナトリウム5g及びリン酸二水素カリウム1gを水に溶かして100mLとした液10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.20以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，

試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質

(i) トリチル－*t*－ブチル体及び*t*－ブチル体 本品0.10gを薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸*n*－ブチル／酢酸(100)／pH4.5の酢酸塩緩衝液／1－ブタノール混液(16：16：13：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポットより上部のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

(ii) その他の類縁物質 本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフタジジム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフタジジム以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の5倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム5.0gを水750mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整した後，水を加えて870mLとする．この液にアセトニトリル130mLを加える.

流量：セフタジジムの保持時間が約4分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフタジジムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に5mLとする．この液5μLから得たセフタジジムのピーク面積が標準溶液のセフタジジムのピーク面積の15～25%になることを確認する.

システムの性能：本品及びアセトアニリド0.01gずつを移動相20mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，アセトアニリドの順に溶出し，その分離度は10以上である.

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフタジジムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（5） 遊離ピリジン 本品約50mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別にピリジン約0.1gを精密に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク高さH_T及びH_Sを測定するとき，遊離ピリジンの量は0.3%以下である.

遊離ピリジンの量(mg)＝$M_S \times H_T / H_S \times 1/1000$

M_S：ピリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム2.88gを水500mLに溶かし，アセトニトリル300mLを加え，更に水を加えて1000mLとし，アンモニア水(28)を加えてpH7.0に調整する.

流量：ピリジンの保持時間が約4分になるように調整する.

システム適合性

検出の確認：標準溶液10μLから得たピリジンのピーク高さが記録計フルスケールの約50%になることを確認する.

システムの性能：本品5mgをピリジンの移動相溶液(1→20000)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，ピリジンの順に溶出し，その分離度は9以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピリジンのピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉 13.0～15.0%(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

定量法 本品及びセフタジジム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[μg(力価)]

＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 ジメドンのpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム4.26g及びリン酸二水素カリウム2.72gを水980mLに溶かし，アセトニトリル20mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフタジジムの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

注射用セフタジジム

Ceftazidime for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)を含む．

製法　本品は「セフタジジム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

確認試験　本品のpH6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255～259nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフタジジム水和物」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは5.8～7.8である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「セフタジジム水和物」1.0g(力価)に対応する量をとり，無水リン酸水素二ナトリウム5g及びリン酸二水素カリウム1gを水に溶かして100mLとした液10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.3以下である．

乾燥減量〈2.41〉　14.0%以下(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.067EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セフタジジム水和物」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセフタジジム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフタジジム水和物」の定量法を準用する．

セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジメドンのpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→10000)

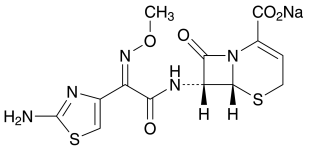
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

セフチゾキシムナトリウム

Ceftizoxime Sodium



$C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$：405.38

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*68401-82-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり925～965μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$：383.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→63000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共

鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ4.0ppm付近に単一線のシグナルAを，δ6.3ppm付近に多重線のシグナルBを，δ7.0ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋125～＋145°(脱水物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.11gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフチゾキシム以外のピークの面積はセフチゾキシムのピーク面積の0.5%以下であり，セフチゾキシム以外のピークの合計面積はセフチゾキシムのピーク面積の1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31g及びクエン酸一水和物1.42gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.6に調整する．この液200mLにアセトニトリル10mLを加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフチゾキシムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，この液5μLから得たセフチゾキシムのピーク面積が，検出確認用溶液のセフチゾキシムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：セフチゾキシム標準品約10mgをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLに溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフチゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉 8.5%以下(0.4g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品及びセフチゾキシム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフチゾキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 3－ヒドロキシ安息香酸のpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31g及びクエン酸一水和物1.42gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.6に調整する．この液450mLにアセトニトリル50mLを加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7.0以上であり，それぞれのピークのシンメトリー係数は2以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

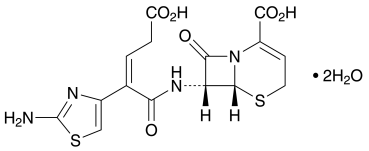
保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

セフチブテン水和物

Ceftibuten Hydrate

セフチブテン



$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$：446.46

(6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-enoylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*118081-34-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$：410.42)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のpH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→30)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.2ppm付近及びδ5.1ppm付近に二重線のシグナルA及びBを，δ5.8ppm付近に四重線のシグナルCを，δ6.3ppm付近に単一線のシグナルDを示し，δ3.2ppm付近のシグナルを除く各シグナルの面積強度比B：C：Dはほぼ1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋135～＋155°(脱水物に換算したもの0.3g，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　8.0～13.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ピリジン／水分測定用エチレングリコール混液(5：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれにpH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液約36mLを加え，更に内標準溶液4mLずつを正確に加えた後，振り混ぜて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し，2時間以内に使用する．

セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

カラム：内径4mm，長さ20cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.005mol/L臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム試液／アセトニトリル混液(4：1)

流量：セフチブテンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5mgを1mol/L塩酸試液50mLに溶かし，室温で4時間放置する．この液10mLを量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて25mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，トランス体，セフチブテンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

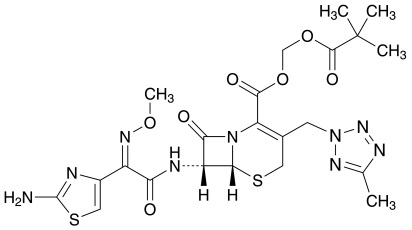
保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル

Cefteram Pivoxil

セフテラムピボキシル



$C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$：593.64

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(5-methyl-2*H*-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*82547-58-8*，セフテラム]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり743μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の0.05mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.2ppm付近，δ2.5ppm付近及びδ4.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋35～＋43°(脱水物に換算したもの0.4g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.25倍より大きくなく，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1／4倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の2.75倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数0.74を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフテラムピボキシルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たセフテラムピボキシルのピーク面積が標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフテラムピボキシルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフテラムピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.3g，電量滴定法)．

定量法　本品及びセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，次に内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液100mL及びアセトニトリル375mLに水を加えて1000mLとする．

流量：セフテラムピボキシルの保持時間が約14分にな

るように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフテラムピボキシルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル細粒

Cefteram Pivoxil Fine Granules

セフテラムピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)を含む．

製法　本品は「セフテラムピボキシル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，メタノール20mLを加えてよく振りまぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，0.05mol/L塩酸・メタノール試液を加えて500mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262～266nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100mLとする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.75倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の17／25倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の3.7倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積には0.74の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　0.3%以下(0.1g(力価)，電量滴定法)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」約0.3g(力価)に対応する量をとり，その質量を精密に量り，内標準溶液30mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて300mLとする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 6$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

「セフテラムピボキシル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の定量法のシステム適合性を準用する．

貯法　容器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル錠

Cefteram Pivoxil Tablets

セフテラムピボキシル錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)を含む．

製法　本品は「セフテラムピボキシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，メタノール20mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに0.05mol/L塩酸・メタノール試液を加えて500mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262～266nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を粉末にし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100mLとする．超音波処理により分散させた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準

溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.75倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の17／25より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の3.7倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積には0.74の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　4.0%以下(本品を粉末としたものの0.2g(力価)対応量，容量滴定法，直接滴定).

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，「セフテラムピボキシル」50mg(力価)当たり内標準溶液5mLを正確に加え，1mL中に「セフテラムピボキシル」約1mg(力価)を含む液となるように薄めたアセトニトリル(1→2)を加えてV mLとする．この液を超音波処理により分散させた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セフテラムピボキシル」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20mLに溶かした後，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長300nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品の「セフテラムピボキシル」約1.0g(力価)に対応する個数をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)120mLを加えて超音波処理により分散させた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

貯法

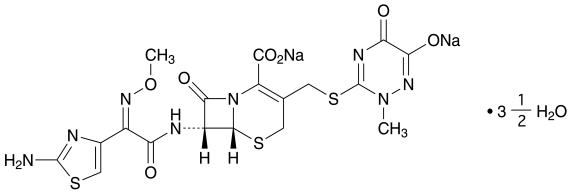
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフトリアキソンナトリウム水和物

Ceftriaxone Sodium Hydrate

セフトリアキソンナトリウム



$C_{18}H_{16}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：661.60

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-2,5-dihydro-1,2,4-triazin-3-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate hemiheptahydrate

[*104376-79-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり905～935μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフトリアキソン($C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$：554.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフトリアキソンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.5ppm付近，δ3.8ppm付近，δ6.7ppm付近及びδ7.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：3：1：2である．なお，δ3.5ppm付近のシグナルが水のシグナルと重なる場合は，プローブ温度を約50℃に保ち，測定を行う．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－153～－170°(脱水物に換算したもの50mg，水，2.5mL，20mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.6gを水5mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.6gを水5mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質1　本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンに対する相対保持時間が約0.5の不純物1のピーク面積及び相対保持時間約1.3の不純物2のピーク面積は標準溶液のセフトリアキソンのピーク面積より大きくない．ただし，不純物1及び不純物2のピーク面積は自動積分法で測定した面積にそれぞれ感度係数0.9及び1.2を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796g及びリン酸二水素カリウム3.522gを水に溶かして正確に1000mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256g及び水酸化ナトリウム7.840gを水に溶かして正確に1000mLとし，B液とする．臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム4.00gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLに溶かす．この液に水490mL，A液55mL及びB液5mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に200mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積の0.9～1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品10mgを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かして5mLとする．この液にテレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)5mLを加え，更に水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（5） 類縁物質2　本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンが溶出した後の不純物の各々のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．また，これらの不純物のピークの合計面積は標準溶液のピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796g及びリン酸二水素カリウム3.522gを水に溶かして正確に1000mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256g及び水酸化ナトリウム7.840gを水に溶かして正確に1000mLとし，B液とする．臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム4.00gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLに溶かす．この液に水490mL，A液55mL及びB液5mLを加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル700mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約3分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積の0.9～1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品10mgを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)に溶かして5mLとする．この液にテレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)5mLを加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて200mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉　8.0～11.0%(0.15g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセフトリアキソンナトリウム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフトリアキソン($C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフトリアキソンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　テレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796g及びリン酸二水素カリウム3.522gを水に溶かし，正確に1000mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256g及び水酸化ナトリウム7.840gを水に溶かし，正確に1000mLとし，B液とする．臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム4.00gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLに溶かし，この液に水490mL，A液55mL及びB液5mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

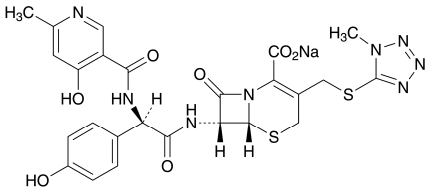
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフピラミドナトリウム

Cefpiramide Sodium



$C_{25}H_{23}N_8NaO_7S_2$：634.62

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-hydroxy-6-methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*74849-93-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～990μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$：612.64)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品のpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.3ppm付近，δ3.9ppm付近及びδ8.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（３）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33～－40°(脱水物に換算したもの0.2g，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品2.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～8.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品約25mgを精密に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥した液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール約25mg及びセフピラミド標準品約75mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールは1.0%以下であり，その他の個々の類縁物質は1.5%以下であり，その他の類縁物質の合計は4.0%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール($C_2H_4N_4S$)の量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa}$

その他の個々の類縁物質の量(%)$= M_{Sb} / M_T \times A_{Tc} / A_{Sb}$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

M_{Sb}：セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(mg)

A_{Sa}：標準溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Sb}：標準溶液のセフピラミドのピーク面積

A_{Ta}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Tc}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)

流量：セフピラミドの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：セフピラミドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液5μLから得た1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積が，標準溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：セフピラミド標準品25mg及びケイ皮酸7mgをとり，移動相に溶かし，50mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ケイ皮酸，セフピラミドの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　7.0%以下(0.35g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセフピラミド標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－ジメチルアミノアンチピリン溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH6.8の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル／メタノール／テトラヒドロフラン混液(22：1：1：1)

流量：セフピラミドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフピラミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

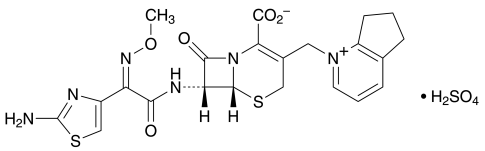
保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフピロム硫酸塩

Cefpirome Sulfate

硫酸セフピロム



$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2 \cdot H_2SO_4$：612.66

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6,7-dihydro-5*H*-cyclopenta[*b*]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate

[*98753-19-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり760μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$：514.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品10mgを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液3mLを加え，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品1mgを水4mLに溶かし，氷冷しながら希塩酸1mLを加え，新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)1mLを加え，2分間放置する．更に，氷冷しながらアミド硫酸アンモニウム試液1mLを加え，1分間放置した後，*N*－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液(1→1000)1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品5mgをとり，エタノール(95)1mL及び水1mLを加えて溶かし，1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.1gを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)2～3滴及びエタノール(95)3mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（4）　本品及びセフピロム硫酸塩標準品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフピロム硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25)につき，3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ4.1ppm付近に単一線のシグナルAを，δ5.9ppm付近に二重線のシグナルBを，δ7.1ppm付近に単一線のシグナルCを，δ7.8ppm付近に多重線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：1：1：1である．

（6）　本品の水溶液(1→250)は硫酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(270nm)：405～435(脱水物に換算したもの50mg，0.01mol/L塩酸試液，2500mL).

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－27～－33°(脱水物に換算したもの0.5g，アセトニトリル25mLに水を加えて50mLとした液，20mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは1.6～2.6である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分　別に規定する.

エンドトキシン〈4.01〉　0.10EU/mg(力価)未満.

定量法　本品及びセフピロム硫酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に100mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフピロムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフピロム硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム3.45gを水1000mLに溶かし，リン酸を用いてpH3.3に調整する．この液800mLにアセトニトリル100mLを加える.

流量：セフピロムの保持時間が約7.5分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフピロムのピークの理論段数は3600段以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフピロムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

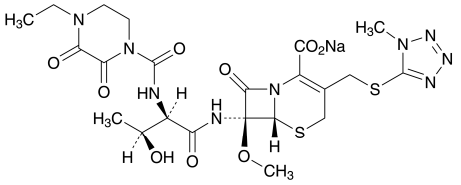
貯法

保存条件　2～8℃で保存する.

容器　密封容器.

セフブペラゾンナトリウム

Cefbuperazone Sodium



$C_{22}H_{28}N_9NaO_9S_2$：649.63

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{(2*R*,3*S*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-3-hydroxybutanoylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*76648-01-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり870μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフブペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$：627.65)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品0.1gに核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン0.5mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重水1滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.1ppm付近に三重線のシグナルAを，δ1.6ppm付近及びδ5.1ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である.

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋48～＋56°(脱水物に換算したもの0.4g，水，20mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水4mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水4mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の50倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，セフブペラゾンに対する相対保持時間約0.2の類縁物質Ⅰは2.0%以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間約0.6の類縁物質Ⅱは4.5%以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間約1.6の類縁物質Ⅲは1.0%以下である．また，類縁物質の合計面積は6.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅢのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.72及び0.69を乗じた値とする.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：セフブペラゾンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液25μLから得たセフブペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフブペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフブペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下　(3g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセフブペラゾン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフブペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフブペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(83：13：4)1000mLに臭化テトラ*n*－プロピルアンモニウム2.0gを溶かす．

流量：セフブペラゾンの保持時間が約16分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフブペラゾンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

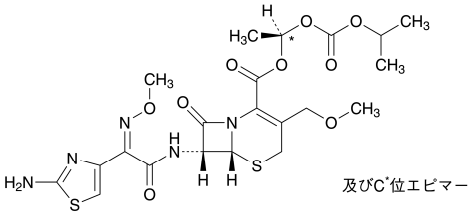
保存条件　冷所に保存する．

容器　密封容器．

セフポドキシム　プロキセチル

Cefpodoxime Proxetil

セフポドキシムプロキセチル



$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$：557.60

(1*RS*)-1-[(1-Methylethoxy)carbonyloxy]ethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-methoxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*87239-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり706～774μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡褐白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.3ppm付近及びδ1.6ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルA及びBを，δ3.3ppm付近及びδ4.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルC及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ2：1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24.0～＋31.4°(脱水物に換算したもの0.1g，アセトニトリル，20mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)50mLに溶かし，試料溶液とする．試

料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)20μLにつき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．面積百分率法により類縁物質の量を求めるとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bに対する相対保持時間約0.8のピークは2.0%以下，セフポドキシムプロキセチル以外のピークはそれぞれ1.0%以下であり，セフポドキシムプロキセチル以外のピークの合計は6.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：22℃付近の一定温度

移動相A：水／メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(11：8：1).

移動相B：メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(19：1).

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 65	95	5
65 ～ 145	95 → 15	5 → 85
145 ～ 155	15	85

流量：セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの保持時間が約60分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフポドキシムプロキセチルの異性体Bの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて正確に200mLとし，検出の確認用溶液とする．検出の確認用溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たセフポドキシムプロキセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積が検出の確認用溶液のセフポドキシムプロキセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する．

システムの性能：本品1mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：本品1mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体A及びセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

異性体比　定量法の試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，セフポドキシムプロキセチルの2本に分離した異性体の保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.50～0.60である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定量法　本品及びセフポドキシムプロキセチル標準品約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル80mLに溶かし，内標準溶液4mLずつを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピーク面積の比Q_{T1}及びQ_{S1}，並びにQ_{T2}及びQ_{S2}を求める．

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times (Q_{T1}+Q_{T2})/(Q_{S1}+Q_{S2}) \times 1000$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル0.3gをクエン酸一水和物のアセトニトリル溶液(1→2000)に溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：9)

流量：内標準物質の保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，2種の異性体の分離度は4以上である．

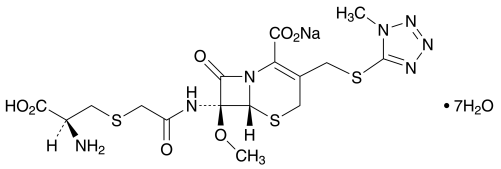
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セフミノクスナトリウム水和物

Cefminox Sodium Hydrate

セフミノクスナトリウム



$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7H_2O$：667.66

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{2-[(2*S*)-2-amino-2-carboxyethylsulfanyl]acetylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate heptahydrate

[*75498-96-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフミノクス($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$：519.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→30)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.2ppm付近に多重線のシグナルAを，δ 3.5ppm付近に単一線のシグナルBを，δ 4.0ppm付近に単一線のシグナルCを，δ 5.1ppm付近に単一線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ2：3：3：1である．

（4） 本品の水溶液(1→100)は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋62～＋72°(50mg，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品0.70gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

水分〈*2.48*〉 18.0～20.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる．

（ii） 培地 培地(1)の3)のiiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（iii） 標準溶液 セフミノクスナトリウム標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に40μg(力価)及び20μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

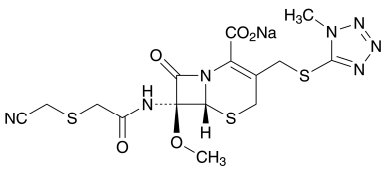
（iv） 試料溶液 本品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に40μg(力価)及び20μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

（v） 操作法 培養は32～35℃で行う．

貯法 容器 密封容器．

セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$：493.52

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*56796-20-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり860～965μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，テトラヒドロフランに極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭

化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.6ppm付近，δ 4.1ppm付近及びδ 5.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋73～＋85°(0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.2～6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gを量り，水2mLを加えて溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液(1)とする．別に1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール0.10gを量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，速やかに薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)のスポットより濃くなく，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフメタゾール標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液1mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム5.75gを水700mLに溶かす．この液にメタノール280mL，テトラヒドロフラン20mL，40%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液3.2mLを加え，リン酸を加えてpH4.5に調整する．

流量：セフメタゾールの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフメタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

注射用セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53)を含む．

製法　本品は「セフメタゾールナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフメタゾールナトリウム」1.0g(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かした液のpHは4.2～6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「セフメタゾールナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液5mLを正確にとり，水を加えて正確に50mLとする．この液15mLを正確にとり，水を加

えて正確に20mLとする．

（２） 類縁物質 「セフメタゾールナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉 0.06EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品10個をとり，それぞれの内容物を移動相に溶かした後，各々の液を合わせ，更に移動相を加えて正確に500mLとする．「セフメタゾールナトリウム」約0.2g(力価)に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別にセフメタゾール標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて混和し，標準溶液とする．以下「セフメタゾールナトリウム」の定量法を準用する．

セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

M_S：セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

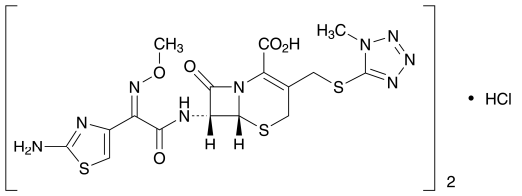
内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→10000)

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

セフメノキシム塩酸塩

Cefmenoxime Hydrochloride

塩酸セフメノキシム



$(C_{16}H_{17}N_9O_5S_3)_2 \cdot HCl$：1059.58

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride

[*75738-58-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり890～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$：511.56)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡だいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（１） 本品のpH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.9ppm付近に2つの単一線のシグナルA及びBを，δ6.8ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（４） 本品10mgをとり，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20)1mLを加えて溶かした後，酢酸(100)5mL及び硝酸銀試液2滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－27～－35°(1g，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，100mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品0.10gを水150mLに溶かした液のpHは2.8～3.3である．

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを薄めた炭酸ナトリウム試液(1→4)10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（２） 重金属〈1.07〉 本品 1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，冷後，残留物に希塩酸10mLを加える(2ppm以下)．

（４） 類縁物質 本品約0.1gを精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かした後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250mLとし，標準溶液(1)とする．別にセフメノキシム塩酸塩標準品約0.1gを精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かした後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを正確にとり，調製後直ちに，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及び総類縁物質の量を求めるとき，それぞれ1.0%以下及び3.0%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 20$

総類縁物質の量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 20 + M_{Sb} / M_T \times S_T / A_{Sb} \times 5$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(g)

M_{Sb}：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

A_{Sa}：標準溶液(1)の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Sb}：標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積

A_{Ta}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

S_T：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフメノキシムの保持時間の2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液(1)5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得た1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積が，標準溶液(1)の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の4.5～5.5%になることを確認する．次いで標準溶液(2)2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフメノキシムのピーク面積が，標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積の1.5～2.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液(1)10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセフメノキシム塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かした後，移動相を加えて正確に50mLとする．この液4mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液20mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　フタルイミドのメタノール溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(50：10：1)

流量：セフメノキシムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフメノキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.3以上である．

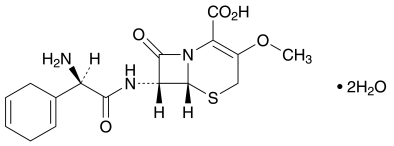
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

セフロキサジン水和物

Cefroxadine Hydrate

セフロキサジン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 2H_2O$：401.43

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-cyclohexa-1,4-dienylacetylamino]-3-methoxy-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*51762-05-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は微黄白色～淡黄色の結晶性の粒又は粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は0.001mol/L塩酸試液又は希酢酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.001mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキサジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチル

シランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.8ppm付近，δ4.1ppm付近及びδ6.3ppm付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ4：3：1である．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋95～＋108°(脱水物に換算したもの0.1g，薄めた酢酸(100)(3→25)，100mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを磁製るつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加えて注意して加熱した後，500～600℃で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，塩酸6mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．次に残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH3～4に調整した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，ネスラー管に入れ，るつぼは水10mLで洗い，洗液及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mL，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを磁製るつぼに量り，以下検液の調製と同様に操作する(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキサジンに対する相対保持時間約0.07，0.6及び0.8のそれぞれのピーク面積は，それぞれ標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の2倍，4倍及び標準溶液のセフロキサジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキサジン及び上記のピーク以外のピーク面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の1／2より大きくなく，かつ試料溶液のセフロキサジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の6倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム1.4gを水／アセトニトリル混液(489：11)1000mLに溶かす．

流量：セフロキサジンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液40μLから得たセフロキサジンのピーク面積が，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品3mg及びオルシン15mgを移動相100mLに溶かす．この液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフロキサジンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキサジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　8.5～12.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセフロキサジン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→50)／アセトニトリル混液(97：3)

流量：セフロキサジンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフロキサジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

シロップ用セフロキサジン

Cefroxadine for Syrup

セフロキサジンドライシロップ

本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)を含む．

製法　本品は「セフロキサジン水和物」をとり，シロップ用剤

の製法により製する．

確認試験　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフロキサジン水和物」2mg(力価)に対応する量をとり，0.001mol/L塩酸試液100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267～271nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　4.5%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，希酢酸／リン酸混液(500：1)4 V／5 mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，「セフロキサジン水和物」50mg(力価)当たり内標準溶液5mLを正確に加え，1mL中に「セフロキサジン水和物」約0.25mg(力価)を含む液になるように希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて V mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとし，標準溶液とする．以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

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

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従い「セフロキサジン水和物」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水10mLを加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長267nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セフロキサジン水和物」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)160mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，内標準溶液5mLを正確に加え，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとし，標準溶液とする．以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

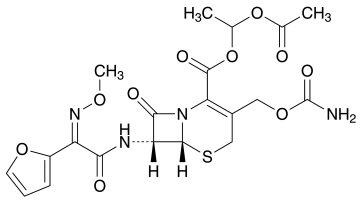
内標準溶液　バニリン1.6gをメタノール5mLに溶かし，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて100mLとする．

貯法　容器　気密容器．

セフロキシム　アキセチル

Cefuroxime Axetil

セフロキシムアキセチル



$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$：510.47

(1*RS*)-1-Acetoxyethyl (6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-[(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64544-07-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱アセトン物1mg当たり800～850μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のと

ころに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.5ppm付近に二重線又は一対の二重線のシグナルAを，δ2.1ppm付近に一対の単一線のシグナルBを，δ3.9ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ1：1：1である．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋41～＋47°(0.5g，メタノール，50mL，100mm).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品25mgをメタノール4mLに溶かした後，リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール40mLを加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピーク面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフロキシムアキセチルの2つのピークのうち保持時間の大きい方のピークの約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノール4mLを加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて正確に10mLとする．この液2μLから得たセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積が標準溶液のセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） アセトン 本品約1gを精密に量り，内標準溶液0.2mLを正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて溶かし，10mLとし，試料溶液とする．別にアセトン約0.5gを精密に量り，ジメチルスルホキシドを加えて正確に100mLとする．この液0.2mLを正確に量り，内標準溶液0.2mLを正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，アセトンの量は1.3%以下である．

アセトンの量(%)＝M_S／M_T × Q_T／Q_S × 1／5

M_S：アセトンの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液 1－プロパノールのジメチルスルホキシド溶液(1→200)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール600及びガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500を1：1の割合で混合したものを125～150μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90℃付近の一定温度

注入口温度：115℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトン，内標準物質の順に流出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈2.48〉 2.0%以下(0.4g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(0.5g).

異性体比 定量法の試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，セフロキシムアキセチルの2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，A_b／(A_a＋A_b)は0.48～0.55である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定量法 本品及びセフロキシムアキセチル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え，更にメタノール

5mLを加えた後，リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフロキシムアキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドのメタノール溶液(27→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)／メタノール混液(5：3)

流量：セフロキシムアキセチルの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフロキシムアキセチルの順に溶出し，セフロキシムアキセチルの2つのピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

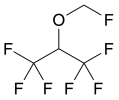
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セボフルラン

Sevoflurane



$C_4H_3F_7O$：200.05

1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-(fluoromethoxy)propane

[*28523-86-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，セボフルラン($C_4H_3F_7O$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色澄明の流動しやすい液である．

本品はエタノール(99.5)と混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

本品は揮発性で，引火性はない．

屈折率　n_{20}^{20}：1.2745～1.2760

沸点：約58.6℃

確認試験　本品約1μLを10cmの長さの光路を持つ気体セルにとり，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の気体試料測定法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセボフルラン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.510～1.530

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品50mLに新たに煮沸し冷却した水50mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の色は赤紫色である．また，試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.6mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（2）　可溶性フッ化物　本品6gをとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)12mLを加え，10分間振り混ぜた後，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)層4.0mLをとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)30mLを加え，水を加えて50mLとした後60分間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準溶液0.2mL及び薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)4.0mLをとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)30mLを加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)4.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長600nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(1ppm以下)．

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム2.21gを正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはフッ素(F)0.01mgを含む．

（3）　類縁物質　本品2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セボフルランに対する相対保持時間約0.84のヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテルの量は0.005%以下であり，セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ0.0025%以下である．また，セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの合計量は0.005%以下である．

試験条件

検出器，カラム，注入口温度，検出器温度，キャリヤーガス及びスプリット比は定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃付近の一定温度で注入し，10分間保った後，200℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温し，200℃付近の一定温度に保つ．

流量：セボフルランの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：セボフルランの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品20μLを量り，*o*－キシレンを加えて20mLとする．この液1mLに*o*－キシレンを加えて20mLとしシステム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，*o*－キシレンを加えて正確に10mLとする．この液2μLから得たセボフルランのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセボフルランのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，セボフルランのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セボフルランのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

（4） 残留溶媒　別に規定する．

（5） 蒸発残留物　本品10mLを正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

水分〈*2.48*〉　0.2w/v%以下(5mL，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセボフルラン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準物質としてジメトキシメタン5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セボフルラン($C_4H_3F_7O$)の量(mg)

$= V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.521$

V_S：脱水物に換算した標準品の秤取量(mL)

1.521：セボフルランの比重(d_{20}^{20})

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコーンを厚さ1.8μmで被覆する．

カラム温度：40℃

注入口温度：200℃付近の一定温度

検出器温度：225℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：セボフルランの保持時間が約3分になるように調整する．

スプリット比：1：20

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，セボフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セラセフェート

Cellacefate

酢酸フタル酸セルロース

[*9004-38-0*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である．

本品は定量するとき，換算した遊離酸を含まない脱水物に対し，アセチル基(－$COCH_3$：43.04)21.5～26.0%及びカルボキシベンゾイル基(－COC_6H_4COOH：149.12)30.0～36.0%を含む．

◆**性状**　本品は白色の粉末又は粒である．

本品はアセトンに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆セラセフェート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

粘度〈*2.53*〉　本品の換算した脱水物15gに対応する量を正確に量り，アセトンと水の質量比で249：1の混液85gを加えて溶かし，25±0.2℃で第1法により測定した本品の動粘度の値νと別に比重及び密度測定法〈*2.56*〉により測定した本品の密度の値ρから，$\eta = \rho\nu$により本品の粘度ηを計算するとき，45～90mPa・sである．

純度試験

◆（1） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).◆

（2） 遊離酸　本品約3gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，薄めたメタノール(1→2)100mLを加え，密栓して2時間振り混ぜた後，ろ過する．共栓三角フラスコ及び残留物を薄めたメタノール(1→2)10mLずつで2回洗い，洗液及びろ液を合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．薄めたメタノール(1→2)120mLを用いて空試験を行い，補正する．

遊離酸の量(%)＝$0.8306A / M$

A：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

遊離酸の量はフタル酸($C_8H_6O_4$：166.13)として3.0%以下

である．

水分〈2.48〉　5.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール(99.5)／ジクロロメタン混液(3：2)を用いる)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法

（1）　カルボキシベンゾイル基　本品約1gを精密に量り，エタノール(95)／アセトン混液(3：2)50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

カルボキシベンゾイル基($C_8H_5O_3$)の含量(%)

$$=\frac{\dfrac{1.491\times A}{M}-(1.795\times B)}{100-B}\times 100$$

A：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)
M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

（2）　アセチル基　本品約0.1gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，これに還流冷却器を付け，30分間煮沸する．冷後，フェノールフタレイン試液5滴を加え，0.1mol/L塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行う．

遊離酸及び結合酸のアセチル基(C_2H_3O)としての含量(%)

$$=0.4305A/M$$

A：空試験で補正後の消費された0.1mol/L水酸化ナトリウム液の量(mL)
M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

アセチル基(C_2H_3O)の含量(%)

$$=100\times(P-0.5182B)/(100-B)-0.5772C$$

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)
C：カルボキシベンゾイル基の含量(%)
P：遊離酸及び結合酸のアセチル基(C_2H_3O)としての含量(%)

貯法　容器　気密容器．

ゼラチン
Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性状　本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5～10倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点はpH7.0～9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点はpH4.5～5.0である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLに酸化クロム(VI)試液又は2,4,6－トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→5000)5mLにタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1）　異臭及び不溶物　本品1.0gに水40mLを加え，加熱して溶かすとき，液は不快臭がない．また，この液は澄明であるか，又は濁ることがあってもわずかであり，その色は色の比較液Aより濃くない．

（2）　亜硫酸塩　本品20.0gを丸底フラスコにとり，熱湯150mLに溶かし，シリコーン樹脂3～5滴，リン酸5mL及び炭酸水素ナトリウム1gを加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液50mLを入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液50mLを得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液2mLを加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，水で洗い，強熱するとき，残留物は4.5mg以下である．ただし，カプセル又は錠剤の製法に用いるものは75mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3）　重金属〈1.07〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以下)．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品15.0gをフラスコに入れ，薄めた塩酸(1→5)60mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5gを加えて放冷し，マグネシア試液30mLを加えて1時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液(1→4)10mLずつで5回洗い，薄めた塩酸(1→4)に溶かし正確に50mLとする．この液5mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液15mLを用い，同様に操作する(1ppm以下)．

（5）　水銀　本品2.0gを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し2時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約60℃に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液(3→50)5mLを加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約20分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に150mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈2.23〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0mLを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(0.1ppm以下)．

乾燥減量 15.0%以下．本品約1gを，110℃で3時間乾燥した海砂(1号)10gを入れた質量既知の200mLのビーカーに精密に量り，水20mLを加え，時々よく振り混ぜ，30分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110℃で3時間乾燥する．

強熱残分〈2.44〉 2.0%以下(0.5g).

貯法 容器 気密容器.

精製ゼラチン

Purified Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性状 本品は無色～淡黄色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5～10倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点はpH7.0～9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点はpH4.5～5.0である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)5mLに酸化クロム(VI)試液又は2,4,6－トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液(1→5000)5mLにタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1） 異臭及び不溶物 本品1.0gに水40mLを加え，加熱して溶かすとき，液は無色澄明であり，不快臭がない．ただし，液層は20mmとする．

（2） 亜硫酸塩 本品20.0gを丸底フラスコにとり，熱湯150mLに溶かし，シリコーン樹脂3～5滴，リン酸5mL及び炭酸水素ナトリウム1gを加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液50mLを入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液50mLを得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液2mLを加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，水で洗い，強熱するとき，残留物は1.5mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品15.0gをフラスコに入れ，薄めた塩酸(1→5)60mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5gを加えて放冷し，マグネシア試液30mLを加えて1時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液(1→4)10mLずつで5回洗い，薄めた塩酸(1→4)に溶かし正確に50mLとする．この液5mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液15mLを用い，同様に操作する(1ppm以下).

（5） 水銀 本品2.0gを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し2時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約60℃に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液(3→50)5mLを加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約20分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に150mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈2.23〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0mLを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(0.1ppm以下).

乾燥減量 15.0%以下． 本品約1gを，110℃で3時間乾燥した海砂(1号)10gを入れた質量既知の200mLのビーカーに精密に量り，水20mLを加え，時々よく振り混ぜ，30分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110℃で3時間乾燥する．

強熱残分〈2.44〉 2.0%以下(0.5g).

貯法 容器 気密容器.

精製セラック

Purified Shellac

本品はラックカイガラムシ*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である．

性状 本品は淡黄褐色～褐色のりん片状細片で，堅くてもろく，つやがあり，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸価〈1.13〉 60～80 本品約1gを精密に量り，中和エタノール40mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化カリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(5ppm以下).

（3） エタノール不溶物 本品約5gを精密に量り，エタノール(95)50mLを加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あ

らかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール(95)で3時間抽出し，円筒ろ紙を105℃で3時間乾燥するとき，残留物の量は2.0%以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（4）　ロジン　本品2.0gにエタノール(99.5)10mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル50mLを徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水50mLずつで2回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素／フェノール混液(2：1)2mLに溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素／臭素混液(4：1)を満たし，直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は1分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（5）　ワックス　本品10.0gに炭酸ナトリウム十水和物溶液(9→200)150mLを加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に2時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで65℃で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで2時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その量は20mg以下である．

乾燥減量　2.0%以下．　本品の中末約1gを精密に量り，初め40℃で4時間，次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で15時間乾燥する．

灰分〈*5.01*〉　1.0%以下(1g).

貯法　容器　密閉容器.

白色セラック

White Shellac

本品はラックカイガラムシ*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)の分泌物を漂白して得た樹脂状の物質である．

性状　本品は黄白色～淡黄色の粒で，堅くてもろく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，石油エーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸価〈*1.13*〉　65～90　ただし，本品約0.5gを精密に量り，中和エタノール50mLを加え，加温して溶かし，冷後，「精製セラック」の酸価を準用する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.40gにエタノール(95)5mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水40mLを加え，冷後，希硝酸12mL及び水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.80mLにエタノール(95)2.5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.140%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gにエタノール(95)5mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水40mLを加え，冷後，希塩酸2mL及び水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.45mLにエタノール(95)2.5mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.110%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(5ppm以下).

（5）　エタノール不溶物　本品約5gを精密に量り，エタノール(95)50mLを加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール(95)で3時間抽出し，円筒ろ紙を105℃で3時間乾燥するとき，残留物の量は2.0%以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（6）　ロジン　本品2.0gにエタノール(99.5)10mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル50mLを徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水50mLずつで2回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素／フェノール混液(2：1)2mLに溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素／臭素混液(4：1)を満たし，直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は1分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（7）　ワックス　本品10.0gに炭酸ナトリウム十水和物溶液(9→200)150mLを加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に2時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで65℃で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで2時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その量は20mg以下である．

乾燥減量　6.0%以下．本品の中末約1gを精密に量り，初め40℃で4時間，次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で15時間乾燥する．

灰分〈*5.01*〉　1.0%以下(1g).

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　密閉容器.

セラペプターゼ

Serrapeptase

[*95077-02-4*]

本品はセラチア(*Serratia*)属細菌から製したもので，たん白分解作用を有する酵素である．

通例，「乳糖水和物」で薄めてある．

本品1mgは，2000～2600セラペプターゼ単位を含む．

本品は吸湿性である．

性状 本品は灰白色～淡褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験 本品0.4gをpH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液100mLに溶かし，この液1mLずつを正確に試験管3本に量りとる(A，B及びCとする)．Aの試験管に水1mLを，B及びCの試験管に0.04mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液1mLずつを正確に加え，穏やかに混和した後，4±1℃の水浴中に約1時間放置する．次にBの試験管に0.04mol/L塩化亜鉛試液2mLをA及びCの試験管に水2mLずつを正確に加え，穏やかに混和した後，再び4±1℃の水浴中に約1時間放置する．A，B及びCそれぞれの液1mLを正確に量り，pH9.0のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えてA及びB液は正確に200mL，C液は正確に50mLとし，それぞれ試料溶液とする．これらの液につき，定量法の項に従って操作するとき，AとBの含量はほぼ等しく，CはAの5%以下である．

A，B及びC液の含量＝ A_T／A_S × 1／20 × D × 176

A_S：標準溶液の吸光度

A_T：試料溶液の吸光度

20：反応時間(分)

D：希釈倍率(A液及びB液＝200，C液＝50)

176：換算係数

全酵素反応液量／ろ液採取量

×チロシン標準溶液2mL中のチロシン量

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gを磁製のるつぼに量り，硫酸及び硝酸それぞれ2滴を加えた後，強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸ヒドロキシルアミン溶液(3→100)10mL及び希酢酸2mLを加え，水浴上で5分間加温する．冷後，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は硫酸及び硝酸それぞれ2滴を加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物に塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，塩酸ヒドロキシルアミン溶液(3→100)10mL及び希酢酸2mLを加えて水浴上で5分間加温し，以下検液の調製法と同様に操作した後，水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(3→10)5mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，次に小火炎で加熱しながら灰化する(5ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉 7.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉 1.5%以下(1g)．

定量法

（i） 試料溶液の調製 本品0.100gを正確に量り，硫酸アンモニウム溶液(1→20)を加えて正確に100mLとし，よく振り混ぜて溶かした後，その1mLを正確に量り，pH9.0のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．

（ii） チロシン標準溶液の調製 チロシン標準品を105℃で3時間乾燥し，その0.160gを正確に量り，0.2mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，0.2mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．用時製する．

（iii） 基質溶液の調製 乳製カゼイン(別途60℃，3時間減圧(0.67kPa以下)で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)1.20gに対応する量を正確に量り，ホウ酸ナトリウム溶液(19→1000)160mLを加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，1mol/L塩酸試液を加えて，pHを正確に9.0に調整した後，pH9.0のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて，正確に200mLとする．37±0.5℃に加温して用いる．用時製する．

（iv） 沈殿試液の調製 セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液を用いる．37±0.5℃に加温して用いる．

（v） 操作法 試料溶液1mLを正確に量り，共栓試験管(15×130mm)に入れ，37±0.5℃で5分間放置した後，基質溶液5mLを正確に加え，直ちによく振り混ぜる．この液を37±0.5℃で正確に20分間放置した後，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加え，振り混ぜ，再び37±0.5℃で30分間放置した後，乾燥ろ紙でろ過する．ろ液2mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(3→50)5mLを正確に加え，振り混ぜ，次いで薄めたフォリン試液(1→3)1mLを正確に加え，よく振り混ぜ，37±0.5℃で30分間放置する．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長660nmにおける吸光度A_1を測定する．別に試料溶液1mLを正確に量り，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加え，振り混ぜた後，基質溶液5mLを正確に加え，37±0.5℃で30分間放置し，以下同様に操作して吸光度A_2を測定する．また，チロシン標準溶液2mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(3→50)5mLを正確に加え，振り混ぜた後，薄めたフォリン試液(1→3)1mLを正確に加え，よく振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作して吸光度A_3を測定する．別に0.2mol/L塩酸試液2mLを正確に量り，同様に操作して吸光度A_4を測定する．

本品1mg当たりのセラペプターゼ単位

＝(A_1-A_2)／(A_3-A_4) × 1／20 × 200 × 176

20：反応時間(分)

200：希釈倍数

176：換算係数

全酵素反応液量／ろ液採取量

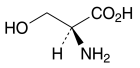
×チロシン標準溶液2mL中のチロシン量

ただし，上記の操作において，基質溶液5mLから1分間にチロシン相当量1μgを生じるセラペプターゼの量を1セラペプターゼ単位とする．

貯法 容器 気密容器．

Lーセリン

L-Serine



$C_3H_7NO_3$：105.09

(2*S*)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid

[*56-45-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーセリン($C_3H_7NO_3$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味はわずかに甘い.

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は2mol/L塩酸試液に溶ける.

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋14.0～＋16.0°(乾燥後，2.5g，2mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.2～6.2である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

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

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

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

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

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

（７）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1ーブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.11gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.51mg $C_3H_7NO_3$

貯法　容器　気密容器.

セルモロイキン(遺伝子組換え)

Celmoleukin (Genetical Recombination)

APTSSSTKKT　QLQLEHLLLD　LQMILNGINN　YKNPKLTRML　TFKFYMPKKA

TELKHLQCLE　EELKPLEEVL　NLAQSKNFHL　RPRDLISNIN　VIVLELKGSE

TTFMCEYADE　TATIVEFLNR　WITFCQSIIS　TLT

$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$：15415.82

[*94218-72-1*]

本品の本質はヒトインターロイキンー2 cDNAの発現により大腸菌で製造される133個のアミノ酸残基からなるたん白質である.

本品は水溶液である.

本品はTーリンパ球活性化作用を有する.

本品は定量するとき1mL当たり0.5～1.5mgのたん白質を含み，たん白質1mg当たり8.0×10^6単位以上を含む.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験

（１）　本品1mLに薄めた硫酸銅(Ⅱ)試液(1→10)0.05mLを加えて振り混ぜた後，水酸化カリウム0.9gを加えて振り混ぜる．この液にエタノール(99.5)0.3mLを加えて振り混ぜるとき，エタノール層は紫色を呈する.

（２）　定量法(1)で得た結果に従い，総たん白質として約50μgに対応する量を2本の加水分解管にそれぞれとり，減圧で蒸発乾固する．一方に薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1)100μLを加えて振り混ぜる．この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1)200μLを加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約115℃で24時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02mol/L塩酸試液0.5mLに溶かし試料溶液(1)とする．もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸100μLを加え，1.5時間氷冷下で酸化した後，臭化水素酸50μLを加えて減圧乾固する．水200μLを加えて減圧乾固する操作を2回繰り返した後，この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸(59→125)200μLを加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約115℃で24時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02mol/L塩酸試液0.5mLに溶かし試料溶液(2)とする．別にLーアスパラギン酸60mg，Lーグルタミン酸100mg，Lーアラニン17mg，Lーメチオニン23mg，Lーチロジン21mg，Lーヒスチジン塩酸塩一水和物24mg，Lートレオニン58mg，Lープロリン22mg，Lーシスチン14mg，

L－イソロイシン45mg，L－フェニルアラニン37mg，塩酸L－アルギニン32mg，L－セリン32mg，グリシン6mg，L－バリン18mg，L－ロイシン109mg，塩酸L－リジン76mg及びL－トリプトファン8mgを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし正確に500mLとする．この液40μLをそれぞれ2本の加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，試料溶液(1)及び試料溶液(2)と同様に操作し標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)250μLから得られた各アミノ酸のピーク面積から，それぞれの試料溶液1mL中に含まれる構成アミノ酸のモル数を求め，更にセルモロイキン1mol中に含まれるロイシンを22個としたときの構成アミノ酸の個数を求めるとき，グルタミン酸(又はグルタミン)は17又は18，トレオニンは11～13，アスパラギン酸(又はアスパラギン)は11又は12，リジンは11，イソロイシンは7又は8，セリンは6～9，フェニルアラニンは6，アラニンは5，プロリンは5又は6，アルギニン及びメチオニンはそれぞれ4，システイン及びバリンはそれぞれ3又は4，チロジン及びヒスチジンはそれぞれ3，グリシンは2及びトリプトファンは1である．

（３）　分子量　定量法(1)で得た結果に従い，1mL中に総たん白質量約0.5mgとなるようにセルモロイキン用緩衝液を加え，試料溶液とする．セルモロイキン用分離ゲル及びセルモロイキン用濃縮ゲルを用いて調製した垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲルに，試料溶液20μL及びセルモロイキン分子量測定用マーカーたん白質20μLをそれぞれ試料液添加溝に注入し，電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，主泳動帯の分子量は，12500～13800の範囲内である．

（４）　本品100μLにたん白質消化酵素試液100μLを加えて振り混ぜ，37℃で18～24時間放置した後，2－メルカプトエタノール2μLを加える．更に，37℃で30分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液(1→10)5μLを加え，試料溶液とする．別に，液体クロマトグラフィー用セルモロイキンを試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たクロマトグラムにつき比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(17：3)溶液(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 5	100	0
5 ～ 45	100 → 60	0 → 40
45 ～ 75	60 → 0	40 → 100
75 ～ 85	0	100

流量：セルモロイキンの保持時間が約70分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：液体クロマトグラフィー用セルモロイキン100μLに2－メルカプトエタノール2μLを加え，37℃に2時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

（５）　本品適量を精密に量り，1mL中に800単位を含むようにセルモロイキン用培養液を加え，試料溶液とする．組織培養用平底マイクロテストプレートの2穴(A及びB)に試料溶液25μLずつを入れ，穴(A)にはセルモロイキン用参照抗インターロイキン－2抗血清試液25μLを，穴(B)にはセルモロイキン用培養液25μLを加える．更に，別の穴(C)にセルモロイキン用培養液50μLを入れる．平底マイクロテストプレートを振り混ぜた後，5％二酸化炭素を含む空気中37℃で30分～2時間保温する．次に，各穴にインターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を含むセルモロイキン用培養液50μLずつを加え，37℃で16～24時間培養する．臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液を加えて37℃で4～6時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液を加えて24～48時間放置した後，各穴の液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により590nmにおける吸光度を測定するとき，Aの穴の液から得られた吸光度とCの穴の液から得られた吸光度の差はBの穴の液から得られた吸光度とCの穴の液から得られた吸光度の差の3%以下である．

ｐＨ〈2.54〉　4.5～5.5

純度試験

（１）　宿主由来たん白質　本品にウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液(以下リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液をPBSと略す)を加えて正確に2倍ずつ段階希釈した液を試料溶液とする．大腸菌由来たん白質(以下ECPと略す)をウシ血清加PBSで1mL当たり0.25～6ngの範囲となるように5段階以上に精密に希釈し，各標準溶液とする．平底マイクロテストプレートの各穴にヤギ抗ECP抗体試液100μLを分注し，4℃で16～24時間放置した後，液を除く．次にPBSで3回洗浄し，次にウシ血清アルブミン加PBS 200μLを加え，室温で3時間以上静置した後，更にPBSで3回洗浄する．試料溶液及び各標準溶液をそれぞれ100μL分注し，4℃で16～24時間静置した後，PBSで5回洗浄する．ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗ECP抗体Fab′試液100μLを加え，室温で4時間以上静置した後，PBSで5回洗浄する．次にセルモロイキン用基質緩衝液100μLを加え，室温，暗所で5～25分間反応させた後，薄めた硫酸(3→25)100μLを加える．これらの平底マイクロテストプレートにつき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長492nmにおける吸光度を測定する．別にウシ血清加PBS 100μLを用い，同様の方法で空試験を行い，補正する．各標

準溶液の吸光度を求め，検量線を作成し，試料溶液1mL当たりのECP量を求め，試料溶液の希釈倍数を乗じて，試料中の濃度を求めるとき，たん白質1mg当たりのECP含量は0.02%(0.2μg/mgたん白質)以下である．

（２）　重合体　確認試験(3)の試料溶液をセルモロイキン用緩衝液でたん白質含量として1mL当たり約2～32μgの範囲になるように4段階以上に薄め，各標準溶液とする．試料溶液及び各標準溶液20μLずつを試料添加溝に注入し，垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，各々の泳動帯は青色を呈する．次に，デンシトメーターを用いて各標準溶液から得た泳動帯のピーク面積を求め，先の検量線からたん白質含量を算出し，セルモロイキン単量体以外のセルモロイキンに由来する重合体たん白質量を求めるとき，総たん白質に対して2%以下である．

（３）　類縁物質　本品及びpH5.0の0.01mol/L酢酸塩緩衝液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．本品の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセルモロイキン以外の類縁物質の合計量を求めるとき，5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸の水／アセトニトリル混液(3：2)溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(13：7)溶液(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～ 60	70 → 10	30 → 90

流量：セルモロイキンの保持時間が約50分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセルモロイキンの保持時間の約1.3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品0.5mLを正確に量り，pH5.0の0.01mol/L酢酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たセルモロイキンのピーク面積が本品10μLから得たセルモロイキンのピーク面積の0.9～1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品100μLに2－メルカプトエタノール2μLを加え，37℃で2時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は3.0以上である．

酢酸アンモニウム　本品0.1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし試料溶液とする．別に，塩化アンモニウム約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液3mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，アンモニウムイオンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，本品1mL当たり酢酸アンモニウムを0.28～0.49mg含む．

本品1mL当たりの酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)の量(mg)

$= A_T / A_S \times M_S \times 0.003 \times 1.441$

M_S：塩化アンモニウムの秤取量(mg)

0.003：希釈補正係数

1.4410：塩化アンモニウムの酢酸アンモニウムへの分子量換算係数

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径5mm，長さ25cmの樹脂管に5.5μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた0.1mol/Lメタンスルホン酸試液(3→10)

流量：アンモニウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ナトリウム標準原液1mL及びカリウム標準原液0.2mLを正確に量り水を加えて正確に100mLとする．この液5mL及び標準原液3mLを正確に量り，水を加えて正確に5mLとする．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，アンモニウム，カリウムの順に溶出し，ナトリウムとアンモニウムの分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　100EU/mL未満．

無菌〈4.06〉　直接法により試験を行うとき，適合する．ただし，無菌試験用チオグリコール酸培地I 15mLの入った試験管に本品0.5mLずつ8本，1mLずつ8本及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地15mLの入った試験管8本に本品1mLずつ加える．

定量法

（１）　総たん白質含量　本品1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，定量用ウシ血清アルブミン約50mgを精密に量り，1mL中にアルブミン50μg，100μg，150μgを含む液となるように水を加えて標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．試料溶液及び標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)1mLずつを正確に量り，それぞれにたん白質含量試験用アルカリ性銅試液2.5mLを正確に加えて振り混ぜ，15分間放置する．次に水2.5mL及び希フォリン試液0.5mLを正確に加え，37℃で30分間放置する．これらの液につき，水1mLを用いて同様に操作した液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．標

準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)の吸光度から作成した検量線を用いて，総たん白質量を求める．

（２）　比活性　本品0.1mLを正確に量り，セルモロイキン用培養液0.9mLを正確に加え，試料溶液とする．別に，インターロイキン－2標準品1個をとり，水1mLを正確に加えて溶解し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液をセルモロイキン用培養液で精密に2倍段階希釈し，各希釈液中に1mL当たり3×10^5～5×10^5個のインターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を試料溶液及び標準溶液に対し等容量加える．インターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3とセルモロイキン用培養液を等量混合したものを対照液とする．これらの液を37℃で16～24時間培養する．その後，臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し1／5容量加えて37℃で4～6時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し等容量加えて24～48時間放置し，生成する青色色素を溶出させた後，これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長590nmにおける吸光度を測定する．セルモロイキンとして1mL当たり1000～2000単位を加えた場合の吸光度を100％とし，対照液の吸光度を0％として，50％の吸光度を示すインターロイキン－2標準品の希釈倍数(A)と本品の希釈倍数(B)とを求め，B／A値にインターロイキン－2標準品の単位数を乗じ，本品1mL中の生物学的活性を求める．総たん白質含量試験で求めたたん白質含量に対する生物学的活性の比を算出する．

貯法

保存条件　－20℃以下で保存する．

容器　滅菌した気密容器．

結晶セルロース

Microcrystalline Cellulose

[*9004-34-6*，セルロース]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得たα－セルロースを酸で部分的に解重合し，精製したものである．

◆本品には平均重合度，乾燥減量値及びかさ密度を範囲で表示する．◆

◆**性状**　本品は白色の結晶性の粉末で，流動性がある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えて加熱するとき，膨潤する．◆

確認試験

（１）　塩化亜鉛20g及びヨウ化カリウム6.5gを水10.5mLに溶かし，ヨウ素0.5gを加えて15分間振り混ぜる．この液2mL中に本品約10mgを時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（２）　本品20gを内径200mmの391号(38μm)のふるいに入れ，減圧吸引型ふるい分け機を用い5分間操作する．ふるい上の残留物の質量が5％以上のときは本品30gに水270mLを加え，又は5％未満のときは本品45gに水255mLを加え，かき混ぜ機を用いて高速度(毎分18000回転以上)で5分間かき混ぜた後，その100mLを100mLのメスシリンダーに入れ，3時間放置するとき，液は白色不透明で，気泡のない分散状を呈し，液の分離を認めない．◆

（３）　本品約1.3gを精密に量り，125mLの三角フラスコに入れ，水25mL及び1mol/L銅エチレンジアミン試液25mLをそれぞれ正確に加える．直ちに窒素を通じ，密栓した後，振とう機を用いて振り混ぜながら溶かす．この液適量を正確に量り25±0.1℃で粘度測定法第1法〈*2.53*〉により，粘度計の概略の定数(K)が0.03の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度νを求める．別に水25mL及び1mol/L銅エチレンジアミン試液25mLをそれぞれ正確に量り，その混液について同様の方法で，粘度計の概略の定数(K)が0.01の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度ν_0を求める．

次式により，本品の相対粘度η_{rel}を求める．

$$\eta_{rel}=\nu/\nu_0$$

次の表により，この相対粘度η_{rel}から極限粘度〔η〕(mL/g)と濃度C(g/100mL)の積〔η〕Cを求め，次式により平均重合度Pを計算するとき，Pは350以下であり，◆かつ表示範囲内◆である．

$$P=95〔\eta〕C/M_T$$

M_T：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

ｐＨ〈*2.54*〉　本品5.0gに水40mLを加え，20分間振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

◆（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．◆

（２）　水可溶物　本品5.0gに水80mLを加え，10分間振り混ぜた後，定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過する．ろ液を質量既知のビーカー中で焦がさないように蒸発乾固した後，105℃で1時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は12.5mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（３）　ジエチルエーテル可溶物　本品10.0gを内径約20mmのクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル50mLをこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を105℃で30分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は5.0mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

導電率〈*2.51*〉　pHの項で得られた上澄液を試料溶液とし，◆25±0.1℃◆で試験を行い，試料溶液の導電率を求める．同様に操作し，試料溶液の調製に用いた水の導電率を求める．両者の導電率を比較するとき，その差は75μS・cm^{-1}以下で

ある．

乾燥減量〈2.41〉　7.0%以下であり，◆かつ表示範囲内◆(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下◆(2g)◆．

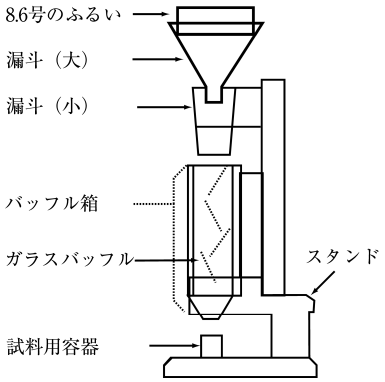
かさ密度

（i）装置　図に示すボリュームメーターを用いる．ボリュームメーターの最上部には，8.6号(2000μm)のふるいを取り付ける．漏斗は，4つのガラス製バッフル板が付いたバッフル箱の上に取り付けられている．試料を4つのガラス製バッフル板の上を滑り落としながら落下させる．落下した試料は，バッフル箱の底に取り付けられたシュートにより試料用容器に集められる．

（ii）操作法　あらかじめ，内径30.0±2.0mm，内容積25.0±0.05mLの真鍮製又はステンレス製の試料用容器の質量を精密に量り，ボリュームメーターのシュートの下に置く．ボリュームメーターの漏斗の上縁より5.1cmの高さから，ふるいに本品をその網目を詰まらせないようにゆっくりと加え，ふるわれた試料が試料用容器からあふれ出るまで流し込む．ふるいの網目が詰まったら，ふるいをはずす．試料があふれたら，直ちにスライドガラスを用いて過量分をすり落とした後，その質量を精密に量る．この値から内容物の質量を求め，次式によりかさ密度を求めるとき，その値は表示範囲内である．

かさ密度(g/cm^3)＝A／25

A：測定された試料の質量(g)



◆**微生物限度**〈4.05〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は10^2CFUである．また，大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

相対粘度 η_{rel} から極限粘度との濃度の積〔η〕C を求める表

η_{rel}	〔η〕C 0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
1.1	0.098	0.106	0.115	0.125	0.134	0.143	0.152	0.161	0.170	0.180
1.2	0.189	0.198	0.207	0.216	0.225	0.233	0.242	0.250	0.259	0.268
1.3	0.276	0.285	0.293	0.302	0.310	0.318	0.326	0.334	0.342	0.350
1.4	0.358	0.367	0.375	0.383	0.391	0.399	0.407	0.414	0.422	0.430
1.5	0.437	0.445	0.453	0.460	0.468	0.476	0.484	0.491	0.499	0.507
1.6	0.515	0.522	0.529	0.536	0.544	0.551	0.558	0.566	0.573	0.580
1.7	0.587	0.595	0.602	0.608	0.615	0.622	0.629	0.636	0.642	0.649
1.8	0.656	0.663	0.670	0.677	0.683	0.690	0.697	0.704	0.710	0.717
1.9	0.723	0.730	0.736	0.743	0.749	0.756	0.762	0.769	0.775	0.782
2.0	0.788	0.795	0.802	0.809	0.815	0.821	0.827	0.833	0.840	0.846
2.1	0.852	0.858	0.864	0.870	0.876	0.882	0.888	0.894	0.900	0.906
2.2	0.912	0.918	0.924	0.929	0.935	0.941	0.948	0.953	0.959	0.965
2.3	0.971	0.976	0.983	0.988	0.994	1.000	1.006	1.011	1.017	1.022
2.4	1.028	1.033	1.039	1.044	1.050	1.056	1.061	1.067	1.072	1.078
2.5	1.083	1.089	1.094	1.100	1.105	1.111	1.116	1.121	1.126	1.131
2.6	1.137	1.142	1.147	1.153	1.158	1.163	1.169	1.174	1.179	1.184
2.7	1.190	1.195	1.200	1.205	1.210	1.215	1.220	1.225	1.230	1.235
2.8	1.240	1.245	1.250	1.255	1.260	1.265	1.270	1.275	1.280	1.285
2.9	1.290	1.295	1.300	1.305	1.310	1.314	1.319	1.324	1.329	1.333
3.0	1.338	1.343	1.348	1.352	1.357	1.362	1.367	1.371	1.376	1.381
3.1	1.386	1.390	1.395	1.400	1.405	1.409	1.414	1.418	1.423	1.427
3.2	1.432	1.436	1.441	1.446	1.450	1.455	1.459	1.464	1.468	1.473
3.3	1.477	1.482	1.486	1.491	1.496	1.500	1.504	1.508	1.513	1.517
3.4	1.521	1.525	1.529	1.533	1.537	1.542	1.546	1.550	1.554	1.558
3.5	1.562	1.566	1.570	1.575	1.579	1.583	1.587	1.591	1.595	1.600
3.6	1.604	1.608	1.612	1.617	1.621	1.625	1.629	1.633	1.637	1.642
3.7	1.646	1.650	1.654	1.658	1.662	1.666	1.671	1.675	1.679	1.683
3.8	1.687	1.691	1.695	1.700	1.704	1.708	1.712	1.715	1.719	1.723
3.9	1.727	1.731	1.735	1.739	1.742	1.746	1.750	1.754	1.758	1.762
4.0	1.765	1.769	1.773	1.777	1.781	1.785	1.789	1.792	1.796	1.800
4.1	1.804	1.808	1.811	1.815	1.819	1.822	1.826	1.830	1.833	1.837
4.2	1.841	1.845	1.848	1.852	1.856	1.859	1.863	1.867	1.870	1.874
4.3	1.878	1.882	1.885	1.889	1.893	1.896	1.900	1.904	1.907	1.911
4.4	1.914	1.918	1.921	1.925	1.929	1.932	1.936	1.939	1.943	1.946
4.5	1.950	1.954	1.957	1.961	1.964	1.968	1.971	1.975	1.979	1.982
4.6	1.986	1.989	1.993	1.996	2.000	2.003	2.007	2.010	2.013	2.017
4.7	2.020	2.023	2.027	2.030	2.033	2.037	2.040	2.043	2.047	2.050
4.8	2.053	2.057	2.060	2.063	2.067	2.070	2.073	2.077	2.080	2.083
4.9	2.087	2.090	2.093	2.097	2.100	2.103	2.107	2.110	2.113	2.116
5.0	2.119	2.122	2.125	2.219	2.132	2.135	2.139	2.142	2.145	2.148
5.1	2.151	2.154	2.158	2.160	2.164	2.167	2.170	2.173	2.176	2.180
5.2	2.183	2.186	2.190	2.192	2.195	2.197	2.200	2.203	2.206	2.209
5.3	2.212	2.215	2.218	2.221	2.224	2.227	2.230	2.233	2.236	2.240
5.4	2.243	2.246	2.249	2.252	2.255	2.258	2.261	2.264	2.267	2.270
5.5	2.273	2.276	2.279	2.282	2.285	2.288	2.291	2.294	2.297	2.300
5.6	2.303	2.306	2.309	2.312	2.315	2.318	2.320	2.324	2.326	2.329

相対粘度 η_{rel} から極限粘度との濃度の積〔η〕C を求める表（続き）

	〔η〕C									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
5.7	2.332	2.335	2.338	2.341	2.344	2.347	2.350	2.353	2.355	2.358
5.8	2.361	2.364	2.367	2.370	2.373	2.376	2.379	2.382	2.384	2.387
5.9	2.390	2.393	2.396	2.400	2.403	2.405	2.408	2.411	2.414	2.417
6.0	2.419	2.422	2.425	2.428	2.431	2.433	2.436	2.439	2.442	2.444
6.1	2.447	2.450	2.453	2.456	2.458	2.461	2.464	2.467	2.470	2.472
6.2	2.475	2.478	2.481	2.483	2.486	2.489	2.492	2.494	2.497	2.500
6.3	2.503	2.505	2.508	2.511	2.513	2.516	2.518	2.521	2.524	2.526
6.4	2.529	2.532	2.534	2.537	2.540	2.542	2.545	2.547	2.550	2.553
6.5	2.555	2.558	2.561	2.563	2.566	2.568	2.571	2.574	2.576	2.579
6.6	2.581	2.584	2.587	2.590	2.592	2.595	2.597	2.600	2.603	2.605
6.7	2.608	2.610	2.613	2.615	2.618	2.620	2.623	2.625	2.627	2.630
6.8	2.633	2.635	2.637	2.640	2.643	2.645	2.648	2.650	2.653	2.655
6.9	2.658	2.660	2.663	2.665	2.668	2.670	2.673	2.675	2.678	2.680
7.0	2.683	2.685	2.687	2.690	2.693	2.695	2.698	2.700	2.702	2.705
7.1	2.707	2.710	2.712	2.714	2.717	2.719	2.721	2.724	2.726	2.729
7.2	2.731	2.733	2.736	2.738	2.740	2.743	2.745	2.748	2.750	2.752
7.3	2.755	2.757	2.760	2.762	2.764	2.767	2.769	2.771	2.774	2.776
7.4	2.779	2.781	2.783	2.786	2.788	2.790	2.793	2.795	2.798	2.800
7.5	2.802	2.805	2.807	2.809	2.812	2.814	2.816	2.819	2.821	2.823
7.6	2.826	2.828	2.830	2.833	2.835	2.837	2.840	2.842	2.844	2.847
7.7	2.849	2.851	2.854	2.856	2.858	2.860	2.863	2.865	2.868	2.870
7.8	2.873	2.875	2.877	2.879	2.881	2.884	2.887	2.889	2.891	2.893
7.9	2.895	2.898	2.900	2.902	2.905	2.907	2.909	2.911	2.913	2.915
8.0	2.918	2.920	2.922	2.924	2.926	2.928	2.931	2.933	2.935	2.937
8.1	2.939	2.942	2.944	2.946	2.948	2.950	2.952	2.955	2.957	2.959
8.2	2.961	2.963	2.966	2.968	2.970	2.972	2.974	2.976	2.979	2.981
8.3	2.983	2.985	2.987	2.990	2.992	2.994	2.996	2.998	3.000	3.002
8.4	3.004	3.006	3.008	3.010	3.012	3.015	3.017	3.019	3.021	3.023
8.5	3.025	3.027	3.029	3.031	3.033	3.035	3.037	3.040	3.042	3.044
8.6	3.046	3.048	3.050	3.052	3.054	3.056	3.058	3.060	6.062	3.064
8.7	3.067	3.069	3.071	3.073	3.075	3.077	3.079	3.081	3.083	3.085
8.8	3.087	3.089	3.092	3.094	3.096	3.098	3.100	3.102	3.104	3.106
8.9	3.108	3.110	3.112	3.114	3.116	3.118	3.120	3.122	3.124	3.126
9.0	3.128	3.130	3.132	3.134	3.136	3.138	3.140	3.142	3.144	3.146
9.1	3.148	3.150	3.152	3.154	3.156	3.158	3.160	3.162	3.164	3.166
9.2	3.168	3.170	3.172	3.174	3.176	3.178	3.180	3.182	3.184	3.186
9.3	3.188	3.190	3.192	3.194	3.196	3.198	3.200	3.202	3.204	3.206
9.4	3.208	3.210	3.212	3.214	3.215	3.217	3.219	3.221	3.223	3.225
9.5	3.227	3.229	3.231	3.233	3.235	3.237	3.239	3.241	3.242	3.244
9.6	3.246	3.248	3.250	3.252	3.254	3.256	3.258	3.260	3.262	3.264
9.7	3.266	3.268	3.269	3.271	3.273	3.275	3.277	3.279	3.281	3.283
9.8	3.285	3.287	3.289	3.291	3.293	3.295	3.297	3.298	3.300	3.302
9.9	3.304	3.305	3.307	3.309	3.311	3.313	3.316	3.318	3.320	3.321
	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	3.32	3.34	3.36	3.37	3.39	3.41	3.43	3.45	3.46	3.48
11	3.50	3.52	3.53	3.55	3.56	3.58	3.60	3.61	3.63	3.64
12	3.66	3.68	3.69	3.71	3.72	3.74	3.76	3.77	3.79	3.80
13	3.80	3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.90	3.92	3.93	3.95
14	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.04	4.06	4.07	4.09
15	4.10	4.11	4.13	4.14	4.15	4.17	4.18	4.19	4.20	4.22
16	4.23	4.24	4.25	4.27	4.28	4.29	4.30	4.31	4.33	4.34
17	4.35	4.36	4.37	4.38	4.39	4.41	4.42	4.43	4.44	4.45
18	4.46	4.47	4.48	4.49	4.50	4.52	4.53	4.54	4.55	4.56
19	4.57	4.58	4.59	4.60	4.61	4.62	4.63	4.64	4.65	4.66

粉末セルロース

Powdered Cellulose

[*9004-34-6*，セルロース]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得たα－セルロースを，◆必要に応じて，部分的加水分解などの◆処理を行った後，精製し，機械的に粉砕したものである．

本品には平均重合度を範囲で表示する．

◆**性状**　本品は白色の粉末である．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．◆

確認試験

（１）　塩化亜鉛20g及びヨウ化カリウム6.5gを水10.5mLに溶かし，ヨウ素0.5gを加えて15分間振り混ぜる．この液2mL中に本品約10mgを時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（２）　本品30gに水270mLを加え，かき混ぜ機を用いて高速度（毎分18000回転以上）で5分間かき混ぜた後，その100mLを100mLのメスシリンダーに入れ，1時間放置するとき，液は分離し，上澄液と沈殿を生じる．◆

（３）　本品約0.25gを精密に量り，125mLの三角フラスコに入れ，水25mL及び1mol/L銅エチレンジアミン試液25mLをそれぞれ正確に加える．以下「結晶セルロース」の確認試験(3)を準用して試験を行うとき，平均重合度Pは440より大きく，かつ表示範囲内である．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品10gに水90mLを加え，時々振り混ぜながら，1時間放置するとき，上澄液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

◆（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作

し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).◆

（２）　水可溶物　本品6.0gに新たに煮沸して冷却した水90mLを加え，10分間時々振り混ぜた後，ろ紙を用いて吸引ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を必要ならば再び同じろ紙を用いて吸引ろ過し，澄明なろ液15.0mLを質量既知の蒸発皿にとる．内容物を焦がさないように蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，その量は15.0mg以下である(1.5%).同様の方法で空試験を行い，補正する．

（３）　ジエチルエーテル可溶物　本品10.0gを内径約20mmのクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル50mLをこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を105℃で30分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は15.0mg以下である(0.15%).同様の方法で空試験を行い，補正する．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g，乾燥物換算).

◆**微生物限度**〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は10^2CFUである．また，大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない.◆

◆**貯法**　容器　気密容器.◆

ソルビタンセスキオレイン酸エステル

Sorbitan Sesquioleate

セスキオレイン酸ソルビタン

本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもので，モノエステル及びジエステルの混合物である．

性状　本品は微黄色～淡黄褐色粘性の油状の液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦い．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくい．

本品は水に微細な油滴状となって分散する．

確認試験

（１）　本品0.5gにエタノール(95)5mL及び希硫酸5mLを加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，石油エーテル5mLを加えて振り混ぜ，静置した後，上層及び下層を分取する．下層2mLに新たに製したカテコール溶液(1→10)2mLを加えて振り混ぜ，更に硫酸5mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤色～赤褐色を呈する．

（２）　(1)の上層を水浴上で加熱して石油エーテルを蒸発する．残留物に薄めた硝酸(1→2)2mLを加え，30～35℃でかき混ぜながら亜硝酸カリウム0.5gを加えるとき，液は白濁し，これを冷却するとき，結晶が析出する．

比重〈*1.13*〉　d^{25}_{25}：0.960～1.020

けん化価〈*1.13*〉　150～168

純度試験

（１）　酸　本品2.0gに中和エタノール50mLを加え，水浴上で1～2回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液4.3mL及びフェノールフタレイン試液5滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定，30分間かき混ぜる).

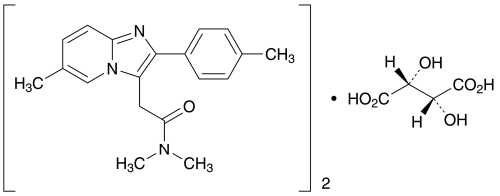
強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g).

貯法　容器　気密容器.

ゾルピデム酒石酸塩

Zolpidem Tartrate

酒石酸ゾルピデム



$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$：764.87

N,N,6-Trimethyl-2-(4-methylphenyl)imidazo[1,2-*a*]pyridine-3-acetamide hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

[*99294-93-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ゾルピデム酒石酸塩$[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に黄色となる．

旋光度　〔α〕$^{20}_{D}$：約＋1.8°(1g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，20mL，100mm).

確認試験

（１）　本品50mgを酢酸(100)5mLに溶かし，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（２）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（４）　本品のメタノール溶液(1→10)は酒石酸塩の定性反応

(3)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品10mgをメタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゾルピデム以外のピークの面積は，標準溶液のゾルピデムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ7.5cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸4.9gに水1000mLを加えた後，トリエチルアミンを加えてpH5.5に調整した液11容量にメタノール5容量及びアセトニトリル4容量を加える．

流量：ゾルピデムの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：ゾルピデムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ベンジル10mgずつをメタノール100mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゾルピデム，パラオキシ安息香酸ベンジルの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゾルピデムのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈2.48〉 3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.24mg $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ゾルピデム酒石酸塩錠

Zolpidem Tartrate Tablets

酒石酸ゾルピデム錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$：764.87]を含む．

製法 本品は「ゾルピデム酒石酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて30分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，表示量に従い「ゾルピデム酒石酸塩」1mgに対応する容量のろ液をとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長235～239nm及び292～296nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液V／10 mLを加えて15分間振り混ぜ，錠剤を崩壊させる．次にメタノール2V／5 mLを加え，更に内標準溶液V／10 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，1mL中にゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約0.1mgを含む液となるようにメタノールを加えてV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，内標準溶液25mLを正確に加えた後，メタノールを加えて250mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$

M_S：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約2.8μgを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液25mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，薄めた溶出試験第2液(1→2)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長242nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 4$

M_S：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の表示量(mg)

定量法　本品20個をとり，0.1mol/L塩酸試液V／10 mLを加えて15分間振り混ぜ，錠剤を崩壊させる．次にメタノール2V／5 mLを加え，更に内標準溶液V／10 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，1mL中にゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約1mgを含む液となるようにメタノールを加えて$V$ mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1mLにメタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，内標準溶液2.5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するゾルピデムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ75mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸4.9gに水1000mLを加えた後，トリエチルアミンを加えてpH5.5に調整する．この液550mLにメタノール250mL及びアセトニトリル200mLを加える．

流量：ゾルピデムの保持時間が約5分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゾルピデム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

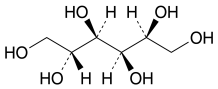
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するゾルピデムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

Dーソルビトール

D-Sorbitol

Dーソルビット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D-Glucitol

[*50-70-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Dーソルビトール($C_6H_{14}O_6$)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粒，粉末又は結晶性の塊で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(7→10)1mLに硫酸鉄(Ⅱ)試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2）　本品の水溶液(1→20)1mLに，新たに製したカテコール溶液(1→10)1mLを加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸2mLを加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

（3）　本品0.5gに無水酢酸10mL及びピリジン1mLを加え，還流冷却器を付けて10分間煮沸した後，冷却し，水25mLを加えて振り混ぜ，冷所に放置する．この液を分液漏斗に移し，クロロホルム30mLを加えて抽出する．抽出液を水浴上で蒸発し，油状の残留物に水80mLを加え，水浴上で10分間加熱し，熱時ろ過する．冷後，生じた沈殿をガラスろ過器(G3)を用いてろ取し，水で洗い，エタノール(95)から1回再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥するとき，その融点は97～101℃である．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品5gを水20mLに振り混ぜながら加温して溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品4.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下)．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（5）　ニッケル　本品0.5gを水5mLに溶かし，ジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下)．

（7）　ブドウ糖　本品20.0gを水25mLに溶かし，フェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．冷後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液を

ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄(Ⅲ)試液20mLに溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80℃に加熱し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は6.3mL以下である．

（８） 糖類　本品20.0gを水25mLに溶かし，希塩酸8mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液2滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて100mLとする．この液10mLをとり，水10mL及びフェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．以下(7)を準用する．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，80℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.02%以下(5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム2.5gを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.822mg $C_6H_{14}O_6$

貯法　容器　気密容器．

D－ソルビトール液

D-Sorbitol Solution

D－ソルビット液

本品は定量するとき，表示量の97.0～103.0%に対応するD－ソルビトール($C_6H_{14}O_6$：182.17)を含む．

性状　本品は無色澄明の液で，においはなく，味は甘い．

本品は水，エタノール(95)，グリセリン又はプロピレングリコールと混和する．

本品は結晶性の塊を析出することがある．

確認試験

（１） 本品の表示量に従い「D－ソルビトール」0.7gに対応する容量をとり，硫酸鉄(Ⅱ)試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（２） 本品の表示量に従い「D－ソルビトール」1gに対応する容量をとり，水を加えて20mLとした液1mLに，新たに製したカテコール溶液(1→10)1mLを加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸2mLを加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

純度試験

（１） 液性　本品は中性である．

（２） 塩化物〈1.03〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」2.0gに対応する容量をとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下)．

（３） 硫酸塩〈1.14〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」4.0gに対応する容量をとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下)．

（４） 重金属〈1.07〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」5.0gに対応する容量をとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（５） ニッケル　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」0.5gに対応する容量をとり，ジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（６） ヒ素〈1.11〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」1.5gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して5mLとし，冷後，これを検液とし，試験を行う(1.3ppm以下)．

（７） ブドウ糖　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」20.0gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して40mLとし，フェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．冷後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄(Ⅲ)試液20mLに溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80℃に加熱し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は6.3mL以下である．

（８） 糖類　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」20.0gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して40mLとし，希塩酸8mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液2滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて100mLとする．この液10mLをとり，水10mL及びフェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．以下(7)を準用する．

強熱残分〈2.44〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」5gに対応する容量を正確に量り，硫酸3～4滴を加え，穏やかに加熱して蒸発させた後，点火して燃焼させ，冷後，残留物につき試験を行うとき，1mg以下である．

定量法　本品のD－ソルビトール($C_6H_{14}O_6$)約5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム2.5gを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.822mg $C_6H_{14}O_6$

貯法　容器　気密容器．

ダイズ油

Soybean Oil

OLEUM SOJAE

本品はダイズ*Glycine max* Merrill (*Leguminosae*)の種子から得た脂肪油である．

性状　本品は微黄色澄明の油で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は－10～－17℃で凝固する．

脂肪酸の凝固点：22～27℃

比重〈*1.13*〉　d^{25}_{25}：0.916～0.922

酸価〈*1.13*〉　0.2以下．

けん化価〈*1.13*〉　188～195

不けん化物〈*1.13*〉　1.0%以下．

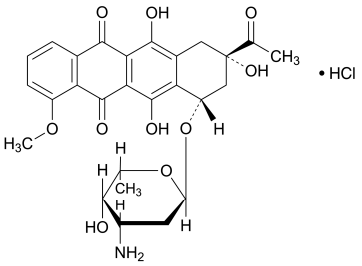
ヨウ素価〈*1.13*〉　126～140

貯法　容器　気密容器．

ダウノルビシン塩酸塩

Daunorubicin Hydrochloride

塩酸ダウノルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl：563.98

(2*S*,4*S*)-2-Acetyl-4-(3-amino-2,3,6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

[*23541-50-6*]

本品は，*Streptomyces peucetius*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり940～1050μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ダウノルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は赤色の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダウノルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋250～＋275°(乾燥物に換算したもの15mg，メタノール，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.15gを水30mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品10mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／水／酢酸(100)混液(15：5：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これを肉眼で観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.5%以下(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　本品及びダウノルビシン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液4mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ダウノルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ダウノルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2－ナフタレンスルホン酸の移動相溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(31：19)にリン酸を加えてpH2.2に調整する．

流量：ダウノルビシンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操

作するとき，内標準物質，ダウノルビシンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

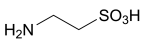
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

タウリン

Taurine

アミノエチルスルホン酸



$C_2H_7NO_3S$：125.15

2-Aminoethanesulfonic acid

[*107-35-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タウリン($C_2H_7NO_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶，若しくは白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは4.1～5.6である．

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

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

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（6）　鉄〈*1.10*〉　本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（7）　類縁物質　本品1.0gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／エタノール(99.5)／1－ブタノール／酢酸(100)混液(150：150：100：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは1個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

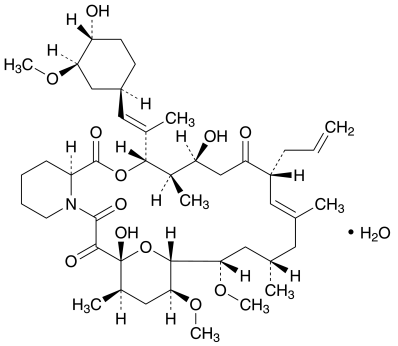
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水50mLに溶かし，ホルムアルデヒド液5mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.52mg $C_2H_7NO_3S$

貯法　容器　密閉容器．

タクロリムス水和物

Tacrolimus Hydrate



$C_{44}H_{69}NO_{12}$・H_2O：822.03

(3*S*,4*R*,5*S*,8*R*,9*E*,12*S*,14*S*,15*R*,16*S*,18*R*,19*R*,26a*S*)-5,19-Dihydroxy-3-{(1*E*)-2-[(1*R*,3*R*,4*R*)-4-hydroxy-3-methoxycyclohexyl]-1-methylethenyl}-14,16-dimethoxy-4,10,12,18-tetramethyl-8-(prop-2-en-1-yl)-15,19-epoxy-5,6,8,11,12,13,14,15,16,17,18,19,24,25,26,26a-hexadecahydro-3*H*-pyrido[2,1-*c*][1,4]oxaazacyclotricosine-1,7,20,21(4*H*,23*H*)-tetrone monohydrate

[*109581-93-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，タクロリムス($C_{44}H_{69}NO_{12}$：804.02)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，*N*,*N*－ジメチルホルムアミド又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgをエタノール(95)1mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液1mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照

スペクトル又はタクロリムス標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{25}_{D}$：－112～－117°(脱水物に換算したもの0.2g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，20mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　1.9～2.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

異性体　別に規定する．

定量法　本品及びタクロリムス標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)15mLに溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，水25mLを加えて6時間放置し，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するタクロリムスのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

タクロリムス($C_{44}H_{69}NO_{12}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したタクロリムス標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ヘプチルのエタノール(99.5)溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／液体クロマトグラフィー用2－プロパノール／液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン混液(5：2：2)

流量：タクロリムスの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

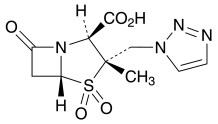
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，タクロリムス，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するタクロリムスのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

タゾバクタム

Tazobactam



$C_{10}H_{12}N_4O_5S$：300.29

(2*S*,3*S*,5*R*)-3-Methyl-7-oxo-3-(1*H*-1,2,3-triazol-1-ylmethyl)-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid 4,4-dioxide

[*89786-04-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり980～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，タゾバクタム($C_{10}H_{12}N_4O_5S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシド又は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は炭酸水素ナトリウム溶液(3→100)に溶ける．

確認試験

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

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→35)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.3ppm付近に単一線のシグナルAを，δ7.8ppm付近及びδ8.1ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋162～＋167°(脱水物に換算したもの1g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，100mL，100mm).

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを炭酸水素ナトリウム溶液(3→100)10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.14以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本操作は速やかに行う．本品50mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタゾバクタムに対する相対保持時間約0.17のピーク面積

は標準溶液(1)のタゾバクタムのピーク面積の4／5より大きくなく，試料溶液のタゾバクタム及びタゾバクタムに対する相対保持時間約0.17のピーク以外のピークの面積は，標準溶液(2)のタゾバクタムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のタゾバクタム及びタゾバクタムに対する相対保持時間約0.17のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液(2)のタゾバクタムのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：タゾバクタムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得たタゾバクタムのピーク面積が標準溶液(1)のタゾバクタムのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液(1)50μLにつき，上記の条件で操作するとき，タゾバクタムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，0.8～1.2である．

システムの再現性：標準溶液(1)50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タゾバクタムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.04EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びタゾバクタム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するタゾバクタムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

タゾバクタム($C_{10}H_{12}N_4O_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：タゾバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　フェニルアラニン溶液(1→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム1.32gを水750mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整した後，水を加えて1000mLとし，アセトニトリル25mLを加える．

流量：タゾバクタムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，タゾバクタムの順に溶出し，その分離度は4以上である．

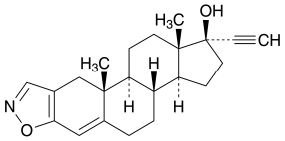
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するタゾバクタムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

有効期間　製造後24箇月．

ダナゾール

Danazol



$C_{22}H_{27}NO_2$：337.46

17α-Pregna-2,4-dien-20-yno[2,3-*d*]isoxazol-17-ol

[*17230-88-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ダナゾール($C_{22}H_{27}NO_2$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約225℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダナゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋8～＋11°(乾燥後，0.25g，エタノール(99.5)，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水80mLを加えてよく振り混ぜ，5分間煮沸する．冷後，水を加えて100mLとし，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．初めのろ液30mLを除き，次のろ液40mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

下).

（３）　類縁物質　本品0.20gをアセトン4mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル混液(3：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（４）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.2%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びダナゾール標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(95)に溶かし，正確に50mLとする．これらの液2mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ダナゾール($C_{22}H_{27}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ダナゾール標準品の秤取量(mg)

貯法

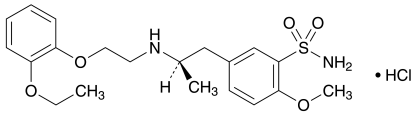
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

タムスロシン塩酸塩

Tamsulosin Hydrochloride

塩酸タムスロシン



$C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl：444.97

5-{(2*R*)-2-[2-(2-Ethoxyphenoxy)ethylamino]propyl}-2-methoxybenzenesulfonamide monohydrochloride

[*106463-17-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶である．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

融点：約230℃(分解).

確認試験

（１）　本品の水溶液(3→160000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３）　本品の水溶液(3→400)5mLを氷冷後，希硝酸3mLを加えてよく振り混ぜ，室温で30分放置した後，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－17.5～－20.5°(乾燥後，0.15g，水，加温，冷後，20mL，100mm).

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　類縁物質

（ｉ）　本品50mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸4.4mL及び水酸化ナトリウム1.5gを水950mLに溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液700mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300mLを加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からタムスロシンの溶出終了までの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及びパラオキシ安息香酸プロピル10mgを移動相20mLに溶かす．この液2mLを量り，移動相を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，タムスロシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は12以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面

積の相対標準偏差は4.0%以下である.

(ⅱ) 類縁物質(ⅰ)の試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1／2より大きくない.

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は類縁物質(ⅰ)の試験条件を準用する.

移動相：過塩素酸4.4mL及び水酸化ナトリウム1.5gを水950mLに溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1000mLを加える.

流量：タムスロシンの保持時間が約2.5分になるように調整する.

面積測定範囲：タムスロシンのピークの後からタムスロシンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は類縁物質(ⅰ)のシステム適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，類縁物質(ⅰ)の移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，酢酸(100)／無水酢酸混液(3：2)75mLを加え，直ちに0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.50mg $C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl

貯法 容器 密閉容器.

タムスロシン塩酸塩徐放錠

Tamsulosin Hydrochloride Extended-release Tablets

塩酸タムスロシン徐放錠

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するタムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl：444.97)を含む.

製法 本品は「タムスロシン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「タムスロシン塩酸塩」1mgに対応する量をとり，直径約5mmの磁製ボール約5gを入れ，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液20mLを加え，50℃で10分間加温した後，15分間激しく振り混ぜる．アセトニトリル7mLを加え，軽く振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，塩化ナトリウム2.5g及び酢酸エチル5mLを加え，5分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，50℃の水浴中で減圧留去し，残留物を水20mLに溶かし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長222～226nm及び278～282nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，直径約5mmの磁製ボール約5gを入れ，水5mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．水酸化ナトリウム溶液(1→500)20mLを加え，50℃で10分間加温した後，30分間激しく振り混ぜる．この液にアセトニトリル10mL及び0.2mol/L塩酸試液5mLを加える．この液にタムスロシン塩酸塩0.1mg当たり内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，軽く振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液 V mLをとり，1mL中にタムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)約2μgを含む液となるように移動相を加えて V' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V' / V \times 1/100$

M_S：定量用タムスロシン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→25000)

溶出性 別に規定する.

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)約0.1mgに対応する量を精密に量り，直径約5mmの磁製ボール約5gを入れ，水5mLを加え，振り混ぜた後，水酸化ナトリウム溶液(1→500)20mLを加え，50℃で10分間加温した後，30分間激しく振り混ぜる．この液にアセトニトリル10mL及び0.2mol/L塩酸試液5mLを加える．この液に内標準溶液5mLを正確に加え，移動相5mLを加えて軽く振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用タムスロシン塩酸塩を105℃で2時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するタムスロシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/100$

M_S：定量用タムスロシン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸4.4mL及び水酸化ナトリウム1.5gを水950mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液700mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300mLを加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，タムスロシンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

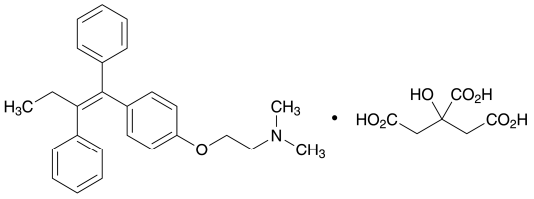
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するタムスロシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

タモキシフェンクエン酸塩

Tamoxifen Citrate

クエン酸タモキシフェン



$C_{26}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$：563.64

2-{4-[(1*Z*)-1,2-Diphenylbut-1-en-1-yl]phenoxy}-*N*,*N*-dimethylethylamine monocitrate

[*54965-24-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タモキシフェンクエン酸塩($C_{26}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)は，クエン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品15mgを量り，移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタモキシフェン以外のピークの面積は，標準溶液のタモキシフェンのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のタモキシフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のタモキシフェンのピーク面積の4／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：*N*,*N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン4.8gを水1000mLに溶かした液及びリン酸二水素ナトリウム二水和物0.9gを水1000mLに溶かした液を混合し，リン酸を加えてpH3.0に調整した液600mLにアセトニトリル400mLを加える．

流量：タモキシフェンの保持時間が約21分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からタモキシフェンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たタモキシフェンのピーク面積が，標準溶液のタモキシフェンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，タモキシフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タモキシフェンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，酢酸(100)150mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝56.36mg $C_{26}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$

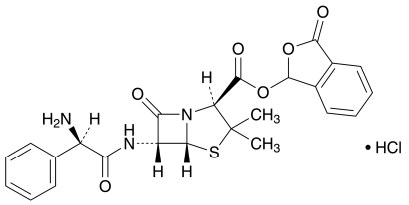
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

タランピシリン塩酸塩

Talampicillin Hydrochloride
塩酸アンピシリンフタリジル
塩酸タランピシリン



$C_{24}H_{23}N_3O_6S$・HCl：517.98
3-Oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1-yl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride
[*47747-56-8*]

本品はアンピシリンのフタリジルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり600～700μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→30)1mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加え，振り混ぜて5分間放置した後，希硫酸2mL及び2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液2～3滴を加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタランピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→300)10mLに希硝酸1mLを加えた後，硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋151～＋171°(脱水物に換算したもの0.2g，エタノール(99.5)，20mL，100mm)．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品50mgをエタノール(99.5)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液1mL，2mL及び3mLを正確に量り，それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にテトラヒドロフラン／酢酸エチル／水／エタノール(95)混液(4：4：2：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール(99.5)溶液(1→500)を均等に噴霧し，110℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(3)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たスポットと比較して総量を求めるとき，5%以下である．

（４）　2－ホルミル安息香酸　本品50mgをエタノール(99.5)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に2－ホルミル安息香酸10mgをエタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／酢酸(100)混液(4：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジンの薄めた硫酸(6→25)溶液(1→500)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た2－ホルミル安息香酸のスポットは，標準溶液から得た2－ホルミル安息香酸のスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びタランピシリン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．標準溶液は用時調製する．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれを別々の100mLの共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液2.0mLずつを加えて正確に15分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸(1→10)2.0mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，更に正確に15分間放置した後，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．必要ならば，デンプン試液0.2～0.5mLを加える．別に試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれを別々の100mLの共栓フラスコに入れ，それぞれに0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉し，補正する．必要ならば，デンプン試液0.2～0.5mLを加える．試料溶液及び標準溶液の消費した0.005mol/Lヨウ素液の量(mL)をそれぞれV_T及びV_Sとする．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times V_T / V_S \times 1000$

M_S：タランピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

タルク
Talc

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は粉砕，選別した天然含水ケイ酸マグネシウムである．純粋なタルクは$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$：379.27である．本品は，主としてクロライト(含水ケイ酸アルミニウムマグネシウム)，マグネサイト(炭酸マグネシウム)，カルサイト(炭酸カルシウム)及びドロマイト(炭酸カルシウムマグネシウム)からなる関連鉱物を含むことがある．

本品はアスベストを含まない．

本品は定量するとき，マグネシウム(Mg：24.31)17.0～19.5%を含む．

◆**性状**　本品は白色～灰白色の微細な結晶性の粉末である．

本品はなめらかな触感があり，皮膚につきやすい．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3680cm^{-1}，1018cm^{-1}及び669cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験

（1）　酸及びアルカリ　本品2.5gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，還流冷却器を付けて加熱する．吸引ろ過し，ろ液10mLにブロモチモールブルー・エタノール性水酸化ナトリウム試液0.1mLを加え，液の色が変わるまで0.01mol/L塩酸を加えるとき，その量は0.4mL以下である．ろ液10mLにフェノールフタレイン試液0.1mLを加え，液の色が淡赤色に変わるまで0.01mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.3mL以下である．

◆（2）　酸可溶物　本品約1gを精密に量り，希塩酸20mLを加え，50℃で15分間かき混ぜながら加温し，冷後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離し，この液25mLをとり，希硫酸1mLを加えて蒸発乾固し，800±25℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は2.0%以下である．◆

◆（3）　水可溶物　本品10.0gに水50mLを加え，質量を量り，蒸発する水を補いながら30分間煮沸し，冷後，水を加えて初めの質量とし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離する．ろ液20mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は4.0mg以下である．◆

（4）　鉄　本品約10gを精密に量り，0.5mol/L塩酸試液50mLを穏やかにかき混ぜながら加えた後，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する．冷後，内容物をビーカーに移し，不溶物を沈殿させる．沈殿物をなるべくビーカーに残すようにして上澄液を定量分析用ろ紙(5種B)でろ過し，沈殿物とビーカーを熱湯10mLで3回洗い，更にろ紙を熱湯15mLで洗い，それぞれの洗液をろ液に合わせ，冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料原液とする．この液2.5mLを正確に量り，0.5mol/L塩酸試液50mL及び水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に0.5mol/L塩酸試液50mLに原子吸光光度用鉄標準液2mL，2.5mL，3mL及び4mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて鉄の含量を求めるとき，0.25%以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：鉄中空陰極ランプ

波長：248.3nm

（5）　アルミニウム　定量法の試料原液5mLを正確に量り，塩化セシウム試液10mL及び塩酸10mLを加えた後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩酸10mL及び塩化セシウム試液10mLをとり，原子吸光光度用アルミニウム標準液5mL，10mL，15mL及び20mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてアルミニウムの含量を求めるとき，2.0%以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　亜酸化窒素

ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.3nm

（6）　鉛　(4)の試料原液を試料溶液とする．別に0.5mol/L塩酸試液50mLに鉛標準液5mL，7.5mL，10mL及び12.5mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて鉛の含量を求めるとき，10ppm以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：217.0nm

（7）　カルシウム　定量法の試料原液5mLを正確に量り，塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLを加え，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLをとり，カルシウム標準液1mL，2mL，3mL及び5mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてカルシウムの含量を求めるとき，0.9%以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　亜酸化窒素

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7nm

◆（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gに希硫酸5mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，ろ過し，初め希硫酸5mL，次に水10mLで洗い，ろ液

及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下). ◆

強熱減量〈2.43〉　7.0%以下(1g，1050～1100℃，恒量).

定量法　本品約0.5gをポリテトラフルオロエチレン製の皿に精密に量り，塩酸5mL，硝酸5mL及び過塩素酸5mLを加えた後，穏やかにかき混ぜながらフッ化水素酸35mLを加え，ホットプレート上でゆっくり加熱し，蒸発乾固する．残留物に塩酸5mLを加え，時計皿をかぶせ，沸騰するまで加熱する．冷後，水で時計皿及びポリテトラフルオロエチレン製の皿を洗いながらメスフラスコに移し，更にポリテトラフルオロエチレン製の皿を水で洗い，洗液を合わせ，水で正確に50mLとし，試料原液とする．この液0.5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLを加えた後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLをとり，原子吸光光度用マグネシウム標準液2.5mL，3mL，4mL及び5mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてマグネシウムの含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：マグネシウム中空陰極ランプ

波長：285.2nm

◆**貯法**　容器　密閉容器. ◆

炭酸カリウム

Potassium Carbonate

K_2CO_3：138.21

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カリウム(K_2CO_3)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粒又は粉末で，においはない.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である.

本品は吸湿性である.

確認試験　本品の水溶液(1→10)はカリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gに水2mL及び希塩酸6mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸6mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（3）　ナトリウム　本品1.0gを水20mLに溶かし，炎色反応試験(1)〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない.

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品0.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(4ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(3g，180℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴).

0.5mol/L硫酸1mL＝69.11mg K_2CO_3

貯法　容器　気密容器.

沈降炭酸カルシウム

Precipitated Calcium Carbonate

$CaCO_3$：100.09

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カルシウム($CaCO_3$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の微細な結晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品は水にほとんど溶けないが，二酸化炭素が存在すると溶解性を増す.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に泡立って溶ける.

確認試験

（1）　本品0.5gを希塩酸10mLに溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

（2）　本品は炭酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5.0gに水50mLを加え，かき混ぜながら，塩酸20mLを少量ずつ加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて200mLとした後，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱し灰化するとき，その量は10.0mg以下である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gを水5mLと混ぜ，徐々に塩酸6mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水50mLに溶かし，ろ過する．ろ液25mLに希酢酸2mL，アンモニア試液1滴及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸3mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（3）　バリウム　本品1.0gに水10mLを加え，かき混ぜながら，塩酸4mLを少量ずつ加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて40mLとした後，ろ過する．ろ液につき，炎色反応試験(1)〈1.04〉を行うとき，緑色を認めない.

（4）　マグネシウム及びアルカリ金属　本品1.0gを水20mL及び希塩酸10mLの混液に溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を

滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，よく振り混ぜ，ろ過する．ろ液50mLに硫酸0.5mLを加え，蒸発乾固し，残留物を600℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は5.0mg以下である．

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gを水1mLで潤し，希塩酸4mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，180℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.12gを精密に量り，水20mL及び希塩酸3mLを加えて溶かす．次に水80mL，水酸化カリウム溶液(1→10)15mL及びNN指示薬0.05gを加え，直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝5.005mg $CaCO_3$

貯法　容器　気密容器.

沈降炭酸カルシウム細粒

Precipitated Calcium Carbonate Fine Granules
カルシウム炭酸塩細粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する炭酸カルシウム($CaCO_3$：100.09)を含む.

製法　本品は「沈降炭酸カルシウム」をとり，顆粒剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「沈降炭酸カルシウム」0.5gに対応する量をとり，希塩酸10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(2)及び(3)を呈する.

（2）　本品を粉末としたものは，炭酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する.

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の10分間の溶出率は80%以上である.

表示量に従い炭酸カルシウム($CaCO_3$)約0.5gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用炭酸カルシウムを180℃で4時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のカルシウムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量に対する溶出率(%)
　$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1800$

M_S：定量用炭酸カルシウムの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中の炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量(mg)

試験条件
　検出器：電気伝導度検出器
　カラム：内径4.6mm，長さ10cmのポリエーテルエーテルケトン管に7μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲルを充てんする.
　カラム温度：40℃付近の一定温度
　移動相：酒石酸溶液(3→2000)／ジピコリン酸溶液(1→3000)混液(1：1)
　流量：カルシウムの保持時間が約8分になるように調整する.

システム適合性
　システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，カルシウムの順に溶出し，その分離度は4.5以上である.
　システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，カルシウムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する.

定量法　本品を粉末とし，炭酸カルシウム($CaCO_3$)約0.12gに対応する量を精密に量り，水20mL及び希塩酸3mLを加え，15分間超音波処理する．次に水80mL，水酸化カリウム溶液(1→10)15mL及びNN指示薬50mgを加え，直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝5.005mg $CaCO_3$

貯法　容器　密閉容器.

沈降炭酸カルシウム錠

Precipitated Calcium Carbonate Tablets
カルシウム炭酸塩錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する炭酸カルシウム($CaCO_3$：100.09)を含む.

製法　本品は「沈降炭酸カルシウム」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，「沈降炭酸カルシウム」0.5gに対応する量をとり，希塩酸10mLを加えてよく振り混ぜた後，必要ならばろ過する．この液を煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(2)及び(3)を呈する.

（２）　本品を粉末としたものは，炭酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

崩壊性〈6.09〉　制酸を効能又は効果とする製品に適用する．

補助盤を使用して試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　高リン血症を効能又は効果とする製品に適用する．

試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の10分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に炭酸カルシウム($CaCO_3$)約56μgを含む液となるように移動相を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用炭酸カルシウムを180℃で4時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のカルシウムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用炭酸カルシウムの秤取量(mg)

C：1錠中の炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのポリエーテルエーテルケトン管に7μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酒石酸溶液(3→2000)／ジピコリン酸溶液(1→3000)混液(1：1)

流量：カルシウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，カルシウムの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，カルシウムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

制酸力〈6.04〉　制酸を効能又は効果とする製品に適用する．

本品40個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従い「炭酸カルシウム」約0.25gに対応する量を精密に量り，試験を行うとき，「沈降炭酸カルシウム」1gに対応する量につき，0.1mol/L塩酸の消費量は190mL以上である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．炭酸カルシウム($CaCO_3$)約0.12gに対応する量を精密に量り，水20mL及び希塩酸3mLを加え，必要ならば15分間超音波処理する．次に水80mL，水酸化カリウム溶液(1→10)15mL及びNN指示薬50mgを加え，直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝5.005mg $CaCO_3$

貯法　容器　気密容器．

炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate

重曹

重炭酸ナトリウム

$NaHCO_3$：84.01

本品は定量するとき，炭酸水素ナトリウム($NaHCO_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，特異な塩味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は湿った空気中で徐々に分解する．

確認試験　本品の水溶液(1→30)はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.9～8.4である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.40gに希硝酸4mLを加えて沸騰するまで加熱し，冷後，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.45mLを加える(0.040%以下)．

（３）　炭酸塩　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加え，15℃以下で極めて穏やかに揺り動かして溶かし，0.1mol/L塩酸2.0mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は直ちに赤色を呈しない．

（４）　アンモニウム　本品1.0gを加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（５）　重金属〈1.07〉　本品4.0gに水5mL及び塩酸4.5mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL，水35mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸4.5mLを蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下)．

（６）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gに水3mL及び塩酸2mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

定量法　本品約2gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸を滴加し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して

煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴).

0.5mol/L硫酸1mL＝84.01mg $NaHCO_3$

貯法　容器　気密容器.

炭酸水素ナトリウム注射液

Sodium Bicarbonate Injection
重炭酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する炭酸水素ナトリウム($NaHCO_3$：84.01)を含む.

製法　本品は「炭酸水素ナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験　本品の表示量に従い「炭酸水素ナトリウム」1gに対応する容量をとり，水を加えて30mLとした液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉　7.0～8.5

エンドトキシン〈4.01〉　5.0EU/mEq未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品の炭酸水素ナトリウム($NaHCO_3$)約2gに対応する容量を正確に量り，0.5mol/L硫酸を滴加し，以下「炭酸水素ナトリウム」の定量法を準用する.

0.5mol/L硫酸1mL＝84.01mg $NaHCO_3$

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

乾燥炭酸ナトリウム

Dried Sodium Carbonate

Na_2CO_3：105.99

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である.

本品は吸湿性である.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gを水10mLに溶かし，希硝酸12mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.071%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを水10mLに溶かし，希塩酸7.5mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸7.5mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品0.65gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(3.1ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(2g，105℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約1.2gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴).

0.5mol/L硫酸1mL＝53.00mg Na_2CO_3

貯法　容器　気密容器.

炭酸ナトリウム水和物

Sodium Carbonate Hydrate
炭酸ナトリウム

$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$：286.14

本品は定量するとき，炭酸ナトリウム水和物($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$)99.0～103.0%を含む.

性状　本品は無色又は白色の結晶である.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である.

本品は空気中で風解する.

本品は34℃でその結晶水に溶け，100℃以上で結晶水を失う.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gを水10mLに溶かし，希硝酸7mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.071%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品2.0gを水10mLに溶かし，希塩酸8mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸8mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品0.65gをとり，第1法により検液を

調製し，試験を行う(3.1ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 61.0～63.0%(1g，105℃，4時間).

定量法 本品約3gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴).

0.5mol/L硫酸1mL＝143.1mg $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$

貯法 容器 気密容器.

炭酸マグネシウム

Magnesium Carbonate

本品は含水塩基性炭酸マグネシウム又は含水正炭酸マグネシウムである.

本品は定量するとき，酸化マグネシウム(MgO：40.30)40.0～44.0%を含む.

沈降試験を行うとき，12.0mLの目盛以下のものは別名として重質炭酸マグネシウムと表示することができる.

性状 本品は白色のもろい塊又は粉末で，においはない.

本品は水，エタノール(95)，1－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸に泡立って溶ける.

本品の飽和水溶液はアルカリ性である.

確認試験

（1） 本品1gを希塩酸10mLに溶かし，煮沸し，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，必要ならばろ過する．この液はマグネシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

（2） 本品は炭酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1） 可溶性塩 本品2.0gをとり，1－プロパノール40mL及び水40mLを加え，絶えずかき混ぜながら沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて正確に100mLとする．この液50mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は10.0mg以下である.

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gを水4mLで潤し，希塩酸10mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL，希酢酸2mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸10mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下).

（3） 鉄〈1.10〉 本品0.10gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(200ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gを水1.5mLで潤し，希塩酸3.5mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下).

（5） 酸化カルシウム 本品約0.6gを精密に量り，水35mL及び希塩酸6mLを加えて溶かす．更に水250mL及びL－酒石酸溶液(1→5)5mLを加え，更に2,2′,2″－ニトリロトリエタノール溶液(3→10)10mL，8mol/L水酸化カリウム試液10mLを加え，5分間放置した後，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：NN指示薬0.1g)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝0.5608mg CaO

酸化カルシウム(CaO：56.08)の量は0.6%以下である.

（6） 酸不溶物 本品5.0gをとり，水75mLを加え，かき混ぜながら塩酸10mLを少量ずつ加え，5分間煮沸する．冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は2.5mg以下である.

沈降試験 本品の100号(150μm)ふるいを通したもの1.0gをとり，底部から150mmのところに50mLの目盛りのある共栓メスシリンダーに入れ，水を加えて50mLとし，正確に1分間激しく振り混ぜて静置し，15分間後の沈下物の高さ(mLの目盛り)を測定する.

定量法 本品約0.4gを精密に量り，水10mL及び希塩酸3.5mLを加えて溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

この0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験(5)で得た酸化カルシウム(CaO)に対応する0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝2.015mg MgO
酸化カルシウム(CaO)1mg
＝0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液0.36mL

貯法 容器 密閉容器.

炭酸リチウム

Lithium Carbonate

Li_2CO_3：73.89

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸リチウム(Li_2CO_3)99.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水にやや溶けにくく，熱湯に溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希酢酸に溶ける.

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは10.9～11.5であ

る．

確認試験

（１）　本品につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する赤色を呈する．

（２）　本品0.2gを希塩酸3mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液4mL及びリン酸水素二ナトリウム試液2mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸2mLを追加するとき，溶ける．

（３）　本品の水溶液(1→100)は炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酢酸不溶物　本品1.0gをとり，希酢酸40mLに溶かし，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，水10mLずつで5回洗い，ろ紙と共に強熱し，灰化するとき，その量は1.5mg以下である．

（３）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.40gをとり，水10mL及び希硝酸7mLを加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.022%以下).

（４）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gをとり，水10mL及び希塩酸4mLを加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下).

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品4.0gをとり，水5mLを加え，かき混ぜながら徐々に塩酸10mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水10mLを加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸10mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に水10mLを加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下).

（６）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，B法により試験を行う．ただし，検液の調製には希塩酸11mLを用いる．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（７）　アルミニウム　本品5.0gをとり，水20mLを加え，かき混ぜながら徐々に塩酸15mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水50mLを加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ液をA液とする．別に塩酸15mLを水浴上で蒸発乾固する．以下同様に操作して得た液をB液とする．A液10mLに水10mL及びpH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを加えて振り混ぜた後，L－アスコルビン酸溶液(1→100)1mL，アルミノン試液2mL及び水を加えて50mLとし，よく振り混ぜて，10分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物0.1758gに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液1.0mLにB液10mL及び水を加えて20mLとし，pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを加え，以下同様に操作する．

（８）　バリウム　(7)のA液20mLに水6mL，希塩酸0.5mL，エタノール(95)3mL及び硫酸カリウム試液2mLを加えて1時間放置するとき，液の呈する混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化バリウム二水和物17.8mgに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液6mLに(7)のB液20mL及び希塩酸0.5mLを加え，以下同様に操作する．

（９）　カルシウム　本品約5gを精密に量り，水50mL及び塩酸15mLを加えて溶かし，煮沸して二酸化炭素を除き，シュウ酸アンモニウム試液5mLを加え，更にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，4時間放置する．生成した沈殿をガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，洗液が塩化カルシウム試液で1分間以内に混濁を生じなくなるまで温湯で洗った後，沈殿をガラスろ過器と共にビーカーに入れ，ガラスろ過器が覆われるまで水を加え，更に硫酸3mLを加えて70～80℃に加温した後，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で30秒間持続する微紅色を呈するまで滴定するとき，カルシウム(Ca：40.08)の量は0.05%以下である．

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL＝2.004mg Ca

(10)　マグネシウム　(7)のA液3.0mLにチタンエロー溶液(1→1000)0.2mL及び水を加えて20mLとし，水酸化ナトリウム溶液(3→20)5mLを加え，10分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸マグネシウム七水和物を105℃で2時間乾燥した後，450℃で3時間加熱し，その49.5mgに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液6mLに(7)のB液3mL，チタンエロー溶液(1→1000)0.2mL及び水を加えて20mLとし，以下同様に操作する．

(11)　カリウム　本品1.0gに水を加えて溶かし，100mLとし，試料溶液とする．試料溶液5mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30)5mLを加え，直ちに振り混ぜ，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム9.5mgに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液5mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

(12)　ナトリウム　本品約0.8gを精密に量り，水を加えて溶かし，正確に100mLとし，試料原液とする．試料原液25mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩化ナトリウム25.4mgを正確に量り，水を加えて溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．また試料原液25mLを正確に量り，標準溶液20mLを正確に加え，更に水を加えて正確に100mLとし，標準添加溶液とする．試料溶液及び標準添加溶液につき，炎光光度計を用い次の条件でナトリウムの発光強度を測定する．波長目盛りを589nmに合わせ，標準添加溶液をフレーム中に噴霧し，その発光強度L_Sが100近くの目盛りを示すように感度調節した後，試料溶液の発光強度L_Tを測定する．次に他の条件は同一にし，波長を580nmに変え，試料溶液の発光強度L_Bを測定し，次の式によりナトリウムの量を計算するとき，その量は0.05%以下である．

ナトリウム(Na)の量(%)

$=(L_T-L_B)/(L_S-L_T)\times M'/M\times 100$

M：試料原液25mL中の本品の量(mg)

M'：標準溶液20mL中のナトリウムの量(mg)

(13)　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，水2mL及び塩酸3mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，水100mL及び0.5mol/L硫酸50mLを正確に加え，静かに煮沸して二酸化炭素を除き，冷後，過量の硫酸を1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が黄色に変わるときとする(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L硫酸1mL＝36.95mg Li_2CO_3

貯法　容器　密閉容器.

単シロップ

Simple Syrup

本品は「白糖」の水溶液である．

製法

白糖	850g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，シロップ剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色の澄明な濃稠の液で，においはなく，味は甘い．

確認試験

（1）　本品を蒸発し，残留物1gを加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる．

（2）　(1)で得た残留物0.1gに希硫酸2mLを加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液4mL及びフェーリング試液3mLを加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる．

比重〈*2.56*〉　d_D^{20}：1.310～1.325

純度試験

（1）　人工甘味質　本品100mLに水100mLを加えて振り混ぜ，その50mLに希硫酸を加えて酸性とし，また，別の50mLに水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とし，それぞれにジエチルエーテル100mLずつを加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取して合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，更に蒸発乾固するとき，残留物は甘味がない．

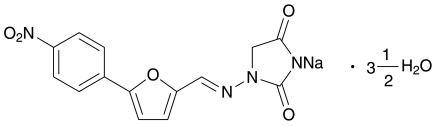
（2）　サリチル酸　(1)の残留物に希塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加えるとき，液は紫色を呈しない．

貯法　容器　気密容器.

ダントロレンナトリウム水和物

Dantrolene Sodium Hydrate

ダントロレンナトリウム



$C_{14}H_9N_4NaO_5\cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：399.29

Monosodium 3-[5-(4-nitrophenyl)furan-2-ylmethylene]amino-2,5-dioxo-1,3-imidazolidinate hemiheptahydrate

[*14663-23-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ダントロレンナトリウム($C_{14}H_9N_4NaO_5$：336.23)98.0%以上を含む．

性状　本品は帯黄だいだい色～濃だいだい色の結晶性の粉末である．

本品はプロピレングリコールにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又は酢酸(100)に極めて溶けにくく，アセトン，テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

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

（3）　本品0.1gに水20mL及び酢酸(100)2滴を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品約0.7gに水10mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離又はメンブランフィルターを用いてろ過する．上澄液又はろ液の5mLをとり，水45mL，フェノールフタレイン試液3滴及び0.1mol/L塩酸0.10mLを加えるとき，赤色を呈しない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う，比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品50mgにテトラヒドロフラン20mL及び酢酸(100)2mLを加えて溶かし，エタノール(99.5)を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のダントロレン以外のピークの合計面積は，標準溶液のダントロレンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／酢酸(100)／エタノール(99.5)混液(90：10：9)

流量：ダントロレンの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：本品5mg及びテオフィリン0.1gをテトラヒドロフラン20mL及び酢酸(100)2mLに溶かし，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液10mLをとり，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，ダントロレンの順に溶出し，その分離度が6以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たダントロレンのピーク高さがフルスケールの10～40%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からダントロレンの保持時間の約2倍の範囲

水分〈2.48〉　14.5～17.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約0.7gを精密に量り，プロピレングリコール／アセトン混液(1：1)180mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.62mg $C_{14}H_9N_4NaO_5$

貯法　容器　気密容器.

単軟膏

Simple Ointment

製法

ミツロウ	330g
植物油	適量
全量	1000g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性状　本品は黄色で，弱いにおいがある．

貯法　容器　気密容器.

タンニン酸

Tannic Acid

本品は，通例，五倍子又は没食子から得たタンニンである．

性状　本品は黄白色～淡褐色の無晶形の粉末，光沢のある小葉片又は海綿状の塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて渋い．

本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→400)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→20)5mLずつにそれぞれアルブミン試液1滴，ゼラチン試液1滴又はデンプン試液1mLを加えるとき，それぞれ沈殿を生じる．

純度試験

（1）　ゴム質，デキストリン又は糖類　本品3.0gを熱湯15mLに溶かすとき．液は混濁してもわずかである．この液を冷却してろ過し，ろ液5mLにエタノール(95)5mLを加えるとき，液は混濁しない．更にジエチルエーテル3mLを追加するとき，混濁しない．

（2）　樹脂状物質　(1)のろ液5mLに水10mLを加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈2.41〉　12.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(0.5g).

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

タンニン酸アルブミン

Albumin Tannate

タンナルビン

本品はタンニン酸とたん白質との化合物である．

本品はそのたん白質の基原を表示する．

性状　本品は淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えるとき，混濁して溶ける．

確認試験

（1）　本品0.1gにエタノール(95)10mLを加え，水浴中で振り混ぜながら3分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色～青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.1gに硝酸5mLを加えるとき，液はだいだい黄色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，5分間振り混ぜてろ過し，ろ液25mLに0.1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　脂肪　本品2.0gに石油ベンジン20mLを加え，15分間強く振り混ぜてろ過し，ろ液10mLを水浴上で蒸発するとき，残留物は50mg以下である．

乾燥減量〈2.41〉　6.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(0.5g).

消化試験　本品1.00gに含糖ペプシン0.25g及び水100mLを加えてよく振り混ぜた後，40±1℃の水浴中で20分間放置し，希塩酸1.0mLを加えて振り混ぜ，次に40±1℃の水浴中に3

時間放置した後，直ちに常温まで急冷し，ろ過する．残留物を水10mLずつで3回洗い，デシケーター(シリカゲル)で18時間乾燥した後，105℃で5時間乾燥するとき，その量は0.50～0.58gである．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

タンニン酸ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine Tannate

本品はジフェンヒドラミンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$：255.35)25.0～35.0%を含む．

性状　本品は灰白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1gに水15mL及び希塩酸0.3mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10mLを分液漏斗に入れ，クロロホルム20mLずつで2回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物の水溶液(1→100)5mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の残留物の水溶液(1→100)10mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを滴加し，30分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は128～133℃である．

（3）　(1)の試料溶液1mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する．

純度試験　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　7.0%以下(1g，105℃，5時間)．

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g)．

定量法　本品約1.7gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水20mL及び希塩酸3.0mLを加え，よく振り混ぜて溶かした後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)20mLを加え，更にイソオクタン25mLを正確に加え，5分間激しく振り混ぜる．これに塩化ナトリウム2gを加え，振り混ぜて溶かし，静置する．イソオクタン層20mLを正確に量り，酢酸(100)80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.54mg $C_{17}H_{21}NO$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

タンニン酸ベルベリン

Berberine Tannate

本品はベルベリンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン($C_{20}H_{19}NO_5$：353.37)27.0～33.0%を含む．

性状　本品は黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1gにエタノール(95)10mLを加え，水浴中で振り混ぜながら3分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青緑色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gにメタノール10mL及び1mol/L塩酸試液0.4mLを加えて溶かし，水を加えて200mLとする．この液8mLに水を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　酸　本品0.10gに水30mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gに水38mL及び希硝酸12mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.50mLに希硝酸6mL，ブロモフェノールブルー試液10～15滴及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gに水48mL及び希塩酸2mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに希塩酸1mL，ブロモフェノールブルー試液5～10滴及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（4）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たベルベリンのピーク面積が，標準溶液のベルベリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0%以下(0.7g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g).

定量法　本品約30mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベルベリン($C_{20}H_{19}NO_5$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 0.950$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLに溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン1mgずつを移動相に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

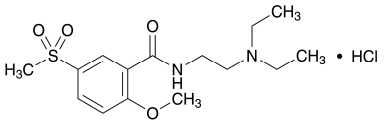
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チアプリド塩酸塩

Tiapride Hydrochloride

塩酸チアプリド



$C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$：364.89

N-[2-(Diethylamino)ethyl]-2-methoxy-5-(methylsulfonyl)benzamide monohydrochloride

[*51012-33-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアプリド塩酸塩($C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板に，窒素気流下で速やかにスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(2：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，80℃で30分間乾燥する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／

酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.49mg $C_{15}H_{24}N_2O_4S$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

チアプリド塩酸塩錠

Tiapride Hydrochloride Tablets
塩酸チアプリド錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$：328.43)を含む．

製法　本品は「チアプリド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いチアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)10mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長286～290nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液V／10 mLを加えて崩壊するまで超音波処理した後，メタノール4V／10 mLを加える．更に内標準溶液V／10 mLを正確に加えて30分間振り混ぜ，1mL中にチアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)約1mgを含む液となるようにメタノールを加えてV mLとする．この液を10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

チアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100 \times 0.900$

M_S：定量用塩酸チアプリドの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液10mL及びメタノール40mLを加えた後，内標準溶液10mLを正確に加えて30分間振り混ぜ，メタノールを加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸チアプリドを105℃で2時間乾燥し，その約0.11gを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更にメタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアプリドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 0.900$

M_S：定量用塩酸チアプリドの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム11.2gを水800mLに溶かし，薄めた過塩素酸(17→2000)5mLを加える．この液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：チアプリドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

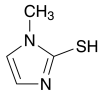
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアプリド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアプリドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

チアマゾール

Thiamazole



$C_4H_6N_2S$：114.17
1-Methyl-1*H*-imidazole-2-thiol
[*60-56-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアマゾール($C_4H_6N_2S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

確認試験

（1）　本品5mgを水1mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸(31)1mLを加えるとき，液は青色となる．

（2）　本品の水溶液(1→200)2mLに炭酸ナトリウム試液1mL及び薄めたフォリン試液(1→5)1mLを加えるとき，液は濃青色を呈する．

融点〈2.60〉　144～147℃

純度試験

（1）　セレン　本品0.10gをとり，薄めた硝酸(1→30)25mL

を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により検液を調製する．装置のAの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，検液をビーカーに移す．水25mLで，C，B及びAの内壁を洗い，洗液を検液に合わせる．この液を10分間静かに煮沸した後，室温まで冷却し，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセレン40mgをとり，薄めた硝酸(1→2)100mLを加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→60)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40mLずつを正確に量り，ビーカーにとり，それぞれにアンモニア水(28)を加えてpHを1.8～2.2とする．これに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.2gを加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に2,3－ジアミノナフタリン0.10g及び塩酸ヒドロキシアンモニウム0.5gを0.1mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとした液5mLを加え，振り混ぜた後，100分間放置する．それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水10mLで洗い，洗液を合わせ，シクロヘキサン5.0mLを加えて2分間よく振り混ぜて抽出する．シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く．これらの液につき，薄めた硝酸(1→60)40mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．標準溶液から得た液の波長378nm付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水75mLに溶かし，ビュレットから0.1mol/L水酸化ナトリウム液15mLを加え，かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液30mLを加えた後，ブロモチモールブルー試液1mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈2.50〉を続け，前後の0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝11.42mg $C_4H_6N_2S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

チアマゾール錠

Thiamazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するチアマゾール($C_4H_6N_2S$：114.17)を含む．

製法　本品は「チアマゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（１）　本品を粉末とし，表示量に従い「チアマゾール」0.05gに対応する量をとり，熱エタノール(95)20mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を水10mLに溶かし，必要ならばろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液1mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸(31)1mLを加えるとき，液は青色となる．

（２）　(1)の試料溶液2mLにつき，「チアマゾール」の確認試験(2)を準用する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアマゾール($C_4H_6N_2S$)約0.15gに対応する量を精密に量り，水80mLを加えて15分間振り混ぜ，水を加えて正確に100mLとし，遠心分離し，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液50mLを正確に量り，ブロモチモールブルー試液1mLを加え，もし，液の色が青色となるときは，緑色となるまで0.1mol/L塩酸を加えて中和する．この液にビュレットから0.1mol/L水酸化ナトリウム液4.5mLを加え，かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液15mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈2.50〉を続け，前後の0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝11.42mg $C_4H_6N_2S$

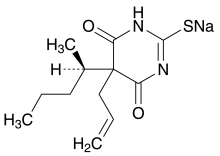
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33

Monosodium 5-allyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate

[*337-47-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，チアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)97.5～101.0%を含む．

性状　本品は淡黄色の結晶又は粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすい．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは10.0～11.0である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のエタノール(95)溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(7→1000000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを11～13mLの共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水10mLを加え，密栓して静置し，時々穏やかに振り混ぜて溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mL及び3mLをそれぞれ正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／メタノール／酢酸エチル混液(40：7：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得たR_f値0.1付近のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット，原点のスポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0%以下(1g，105℃，1時間)．

定量法 本品約0.25gを精密に量り，メタノール50mL及び希塩酸5mLに溶かし，更にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて200mLとし，試料溶液とする．別にチアミラール標準品を105℃，1時間乾燥し，その約23mgを精密に量り，メタノール50mL及び希塩酸0.5mLを加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 \times 1.086$

M_S：チアミラール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸フェニルのメタノール溶液(3→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：289nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH4.6の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(13：7)

流量：チアミラールの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミラール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は12以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

注射用チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するチアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33)を含む．

製法 本品は「チアミラールナトリウム」100及び「乾燥炭酸ナトリウム」7を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性状 本品は淡黄色の結晶，粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

確認試験

（1） 本品1.0gにエタノール(95)20mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を水1mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．また，この液を遠心分離し，上澄液を静かに取り除いた後，沈殿に希塩酸を滴加するとき，沈殿は泡立って溶ける．

（2） 本品50mgにエタノール(95)100mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液3mLをとり，エタノール(95)を加えて200mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236～240nm及び287～291nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水40mLに溶かした液のpHは10.5～11.5である．

純度試験 類縁物質 本品0.10gにエタノール(95)10mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の純度試験(3)を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉 1.0EU/mg未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，各々の容器を注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器を水で洗い，洗液は先の液と合わせ，1mL中にチアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)約5mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとする．この液5mLを正確に量り，希塩酸0.5mL及びメタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて200mLとし，試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の定量法を準用する．

本品1個中のチアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50 \times 1.086$

M_S：チアミラール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液(3→500)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

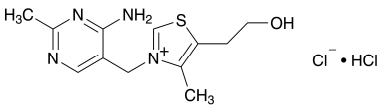
チアミン塩化物塩酸塩

Thiamine Chloride Hydrochloride

塩酸チアミン

チアミン塩酸塩

ビタミンB_1塩酸塩



$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride

[*67-03-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約245℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに水酸化ナトリウム試液2.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え，次に2－メチル－1－プロパノール5mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，2－メチル－1－プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はチアミン塩化物塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を105℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は105℃で2時間乾燥したチアミン塩化物塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれ水に溶かした後，水を蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（4）　本品の水溶液(1→500)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは2.7～3.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：1／60 mol/L二クロム酸カリウム液1.5mLに水を加えて1000mLとする．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.011%以下)．

（3）　硝酸塩　本品0.5gを水25mLに溶かし，この液2mLに硫酸2mLを加えて振り混ぜ，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液を層積するとき，境界面に暗褐色の輪帯を生じない．

（4）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：チアミンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たチアミンのピーク面積が，標準溶液のチアミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チアミンのピーク面積の

相対標準偏差は1.0%以下である.

水分〈2.48〉 5.0%以下(30mg，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品及びチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液(1→50)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gを薄めた酢酸(100)(1→100)1000mLに溶かす．この液600mLにメタノール／アセトニトリル混液(3：2)400mLを加える．

流量：チアミンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

チアミン塩化物塩酸塩散

Thiamine Chloride Hydrochloride Powder

塩酸チアミン散

チアミン塩酸塩散

ビタミンB_1塩酸塩散

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl：337.27)を含む.

製法 本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，散剤の製法により製する.

確認試験 本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.02gに対応する量をとり，水50mL及び希酢酸10mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．このろ液5mLにつき「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験(1)を準用する.

純度試験 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない.

定量法 本品のチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，0.01mol/L塩酸試液60mLを加え，水浴上で30分間加熱した後，10分間激しく振り混ぜ，冷後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.1gを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液50mLを加えた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する.

チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液(1→200)

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

チアミン塩化物塩酸塩注射液

Thiamine Chloride Hydrochloride Injection

塩酸チアミン注射液

チアミン塩酸塩注射液

ビタミンB_1塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl：337.27)を含む.

製法 本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する.

性状 本品は無色澄明の液である.

pH：2.5～4.5

確認試験 本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.05gに対応する容量をとり，水を加えて25mLとし，この液5mLにつき，「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験(1)を準用する.

エンドトキシン〈4.01〉 6.0EU/mg未満.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl)約20mgに対応する容量を，必要ならば0.001mol/L塩酸試液で薄めた後，正確に量り，メタノール20mL及び0.001mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.1gを精密に量り，0.001mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノール20mL及び0.001mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液(1→200)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

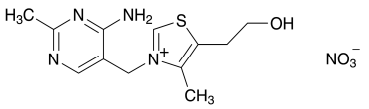
容器　密封容器．

チアミン硝化物

Thiamine Nitrate

硝酸チアミン

ビタミンB_1硝酸塩



$C_{12}H_{17}N_5O_4S$：327.36

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium nitrate

[*532-43-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアミン硝化物($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約193℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)2mLずつに，ヨウ素試液2～3滴を加えるとき赤褐色の沈殿又は混濁を生じ，2,4,6－トリニトロフェノール試液1mLを加えるとき黄色の沈殿又は混濁を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→500)1mLに酢酸鉛(Ⅱ)試液1mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mLを加えて加温するとき，液は黄色を経て褐色に変わり，放置するとき，黒褐色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→500)5mLに水酸化ナトリウム試液2.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え，次に2－メチル－1－プロパノール5mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，2－メチル－1－プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（4）　本品の水溶液(1→50)は硝酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(2)を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.053%以下)．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.5gに水30mL及び希塩酸2mLを加えて溶かし，これに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸2mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gに水30mLを加え，加温して溶かし，冷後，6mol/L酢酸試液12mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥したもの及びチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアミン硝化物($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 0.971$

M_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液(1→50)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gを薄めた酢酸(100)(1→100)1000mLに溶かす．この液600mLにメタノール／アセトニトリル混液(3：2)

400mLを加える．

流量：チアミンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

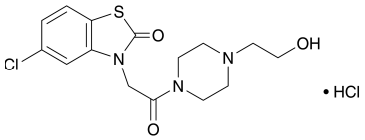
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チアラミド塩酸塩

Tiaramide Hydrochloride

塩酸チアラミド



$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$・HCl：392.30

5-Chloro-3-{2-[4-(2-hydroxyethyl)piperazin-1-yl]-2-oxoethyl}-1,3-benzothiazol-2(3*H*)-one monohydrochloride

[*35941-71-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアラミド塩酸塩($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.0～4.5である．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（1）　本品5mgを0.1mol/L塩酸試液5mLに溶かし，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う．ただし，操作法における薄めた塩酸(1→2)の加える量を20mLとする(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.20gを薄めたエタノール(7→10)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(7→10)を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたエタノール(7→10)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に100℃で30分間乾燥する．冷後，これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ニュートラルレッド試液3滴)．ただし，滴定の終点は，液の赤色が紫色を経て青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.23mg $C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

チアラミド塩酸塩錠

Tiaramide Hydrochloride Tablets

塩酸チアラミド錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$：355.84)を含む．

製法　本品は「チアラミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長285～289nm及び292～296nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従いチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)0.1gに対応する量をとり，薄めたエタノール(7→10)10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミド0.11gをとり，薄めたエタノール(7→10)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマ

トグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液，続いて薄めた硝酸(1→50)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液3V／5mLを加えて60分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを105℃で3時間乾燥し，その約55mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長294nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50 \times 0.907$

M_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠の15分間の溶出率及び100mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを105℃で3時間乾燥し，その約15mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長294nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 360 \times 0.907$

M_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量(mg)
C：1錠中のチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液60mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを105℃で3時間乾燥し，その約0.11gを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長294nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 0.907$

M_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

チアントール
Thianthol

本品はジメチルチアントレン及びジトルエンジスルフィドからなる．

本品は定量するとき，イオウ(S：32.07)23.5～26.5%を含む．

性状　本品は帯黄色の粘性の液で，不快でない弱いにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は，冷時，結晶を析出することがあるが，加温すると溶ける．

比重　d_{20}^{20}：1.19～1.23

確認試験　本品0.1gに硫酸5mLを注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，これに硝酸5～6滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる．

純度試験

（1）　液性　本品10gに水20mLを加え，振り混ぜて放置した後，分取して得た水層は中性である．

（2）　硫酸塩　(1)の水層10mLに塩化バリウム試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約10mgを精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10)5mL及び過酸化水素試液1.0mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

貯法　容器　気密容器．

複方チアントール・サリチル酸液
Compound Thianthol and Salicylic Acid Solution

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)1.8～2.2w/v%及びフェノール(C_6H_6O：94.11)1.8～2.2w/v%を含む．

製法

チアントール	200mL
サリチル酸	20g
フェノール	20g
オリブ油	50mL
エーテル	100mL
石油ベンジン	適量
全量	1000mL

「サリチル酸」及び「フェノール」を「エーテル」に溶かし，これに「チアントール」，「オリブ油」及び「石油ベンジン」を加え，溶解混和し，全量を1000mLとする．

性状 本品は淡黄色の液で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品1mLを磁製皿にとり，水浴上で蒸発乾固する．これに硫酸5mLを注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，更に硝酸5～6滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる(チアントール).

（2） 本品10mLに炭酸水素ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液0.5mLにpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて50mLとする．この液5mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸).

（3） (2)の上層を更に炭酸水素ナトリウム試液10mLで洗った後，希水酸化ナトリウム試液10mLで抽出する．この抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール).

（4） 本品1mLにエタノール(95)10mLを混和し，試料溶液とする．別にサリチル酸，フェノール及びチアントール0.01gずつをそれぞれエタノール(95)5mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た3個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定量法 本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)70mLを加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.2g及び定量用フェノール約0.2gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/5$
フェノール(C_6H_6O)の量(mg)＝$M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/5$

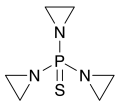
M_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量(mg)
M_{Sb}：定量用フェノールの秤取量(mg)

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液(1→10000)
操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)
カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)
流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整する．
カラムの選定：安息香酸0.2g，サリチル酸0.2g及びテオフィリン0.05gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液10mLに薄めたメタノール(1→2)90mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法
保存条件 遮光して，25℃以下で保存する．
容器 気密容器．

チオテパ

Thiotepa



$C_6H_{12}N_3PS$：189.22
Tris(aziridin-1-yl)phosphine sulfide
[*52-24-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオテパ($C_6H_{12}N_3PS$)98.0%以上を含む．

性状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品の水溶液(1→10)は中性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)5mLに七モリブデン酸六アンモニウム試液1mLを加えて放置するとき，液は冷時徐々に，温時速やかに暗青色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→100)5mLに硝酸1mLを加えた液は，リン酸塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

（３）　本品0.1gを酢酸鉛(Ⅱ)試液1mL及び水酸化ナトリウム試液10mLの混液に溶かした後，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変し，液は灰赤色を呈する．

融点〈2.60〉　52～57℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品0.20gを水5mLに溶かし，硝酸1mL及び硫酸1mLを加え，以下第2法により検液を調製し，試験を行う(10ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　0.20%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，チオシアン酸カリウム溶液(3→20)50mLに溶かし，0.05mol/L硫酸25mLを正確に加え，しばしば振り混ぜながら20分間放置した後，過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L硫酸1mL＝6.307mg $C_6H_{12}N_3PS$

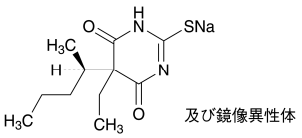
貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium



$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32

Monosodium 5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate

[*71-73-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$)97.0%以上を含む．

性状　本品は淡黄色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に分解する．

確認試験

（１）　本品0.2gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，酢酸鉛(Ⅱ)試液2mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，加熱するとき沈殿は溶け，更に煮沸するとき，徐々に黒色の沈殿を生じる．また，この沈殿は硫化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（２）　本品0.5gを水15mLに溶かし，希塩酸10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム25mLずつで4回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発し，105℃で2時間乾燥したものの融点〈2.60〉は157～162℃である．

（３）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(2)を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gを水76mLに溶かし，希塩酸4mLを加えて振り混ぜ，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，ろ液40mLに酢酸アンモニウム試液2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL，酢酸アンモニウム試液2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（３）　中性又は塩基性物質　本品約1gを精密に量り，水10mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かし，クロロホルム40mLを加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水5mLずつで2回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.50%以下である．

（４）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチオペンタール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチオペンタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整する．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：チオペンタールの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：チオペンタールの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たチオペンタールのピーク面積が，標準溶液のチオペンタールのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル5mgずつをアセトニトリ

ル50mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は1.9以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チオペンタールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，減圧，80℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水20mLに溶かし，エタノール(95)5mL，希塩酸10mLを加え，クロロホルム50mLで抽出する．更にクロロホルム25mLずつで3回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水5mLずつで2回洗い，洗液はクロロホルム10mLずつで2回抽出し，前後のクロロホルム抽出液と合わせ，三角フラスコ中にろ過する．ろ紙をクロロホルム5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール(95)10mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム160mLにエタノール(95)30mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
　＝26.43mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

注射用チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するチオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32)を含む．

製法　本品は「チオペンタールナトリウム」100及び「乾燥炭酸ナトリウム」6を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性状　本品は淡黄色の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，無水ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.1gを水10mLに溶かし，塩化バリウム試液0.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，希塩酸を滴加するとき，泡立って溶ける．

（2）　「チオペンタールナトリウム」の確認試験を準用する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水40mLに溶かした液のpHは10.2～11.2である．

純度試験　「チオペンタールナトリウム」の純度試験を準用する．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，減圧，80℃，4時間).

エンドトキシン〈4.01〉　0.30EU/mg未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，各々の容器は注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液のチオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$)約15mgに対応する容量V mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→100)15mLを加えた後，水を加えて正確に30mLとし，試料溶液とする．別に定量用チオペンタールを105℃で3時間乾燥し，その約46mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液50mLに溶かした後，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長304nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

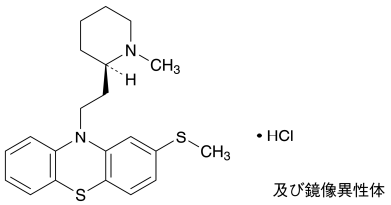
本品1個中のチオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$)の量(mg)
　$= M_S \times A_T / A_S \times 300 / V \times 1.091$

M_S：定量用チオペンタールの秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

チオリダジン塩酸塩

Thioridazine Hydrochloride
塩酸チオリダジン



$C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$：407.04
10-{2-[(2*RS*)-1-Methylpiperidin-2-yl]ethyl}-2-methylsulfanyl-10*H*-phenothiazine monohydrochloride
[*130-61-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオリダジン塩酸塩($C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に

溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸2mLに溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品0.01gを水2mLに溶かし，硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液1滴を加えるとき，液は青色を呈し，この色は過量の試液を加えると消える．

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

（4）　本品の水溶液(1→100)5mLにアンモニア試液2mLを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は，塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　159～164℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は，直射日光を避けて行う．本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／2－プロパノール／アンモニア水(28)混液(74：25：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(1：1)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.70mg $C_{21}H_{26}N_2S_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チオ硫酸ナトリウム水和物

Sodium Thiosulfate Hydrate

チオ硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18

本品を乾燥したものは定量するとき，チオ硫酸ナトリウム($Na_2S_2O_3$：158.11)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中では風解し，湿った空気中で潮解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10)はチオ硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを水10mLに溶かし，希塩酸5mLを徐々に加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水15mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を沸騰するまで加熱し，熱時臭素試液を加え，液が澄明となり，臭素がわずかに過量となったとき，更に煮沸して臭素を除く．冷後，フェノールフタレイン試液1滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加する．これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3）　カルシウム　本品1.0gを水10mLに溶かし，シュウ酸アンモニウム試液2mLを加え，4分間放置するとき，液は混濁しない．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gに硝酸3mL及び水5mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第2法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　32.0～37.0%(1g，減圧，40～45℃，16時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水30mLに溶かし，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝15.81mg $Na_2S_2O_3$

貯法　容器　気密容器．

チオ硫酸ナトリウム注射液

Sodium Thiosulfate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する

チオ硫酸ナトリウム水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18)を含む.

製法　本品は「チオ硫酸ナトリウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験　本品はナトリウム塩及びチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.01EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のチオ硫酸ナトリウム水和物($Na_2S_2O_3$・$5H_2O$)約0.5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて30mLとし，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL).

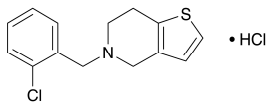
0.05mol/Lヨウ素液1mL＝24.82mg $Na_2S_2O_3$・$5H_2O$

貯法　容器　密封容器.

チクロピジン塩酸塩

Ticlopidine Hydrochloride

塩酸チクロピジン



$C_{14}H_{14}ClNS$・HCl：300.25

5-(2-Chlorobenzyl)-4,5,6,7-tetrahydrothieno[3,2-*c*]pyridine monohydrochloride

[*53885-35-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チクロピジン塩酸塩($C_{14}H_{14}ClNS$・HCl)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.5gを塩酸のメタノール溶液(1→20000)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，塩酸のメタノール溶液(1→20000)を加えて正確に200mLとした液を標準溶液(1)とする．別に試料溶液1mLを正確に量り，塩酸のメタノール溶液(1→20000)を加えて正確に50mLとした液を標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液(1)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(1)に，試料溶液及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(2)にスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)の上層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．薄層板(1)にニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，100℃で20分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，薄層板(2)をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない.

（4）　ホルムアルデヒド　本品0.80gを水19.0mLに溶かし，4mol/L水酸化ナトリウム試液1.0mLを加え，よく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上層をろ過する．ろ液5.0mLをとり，アセチルアセトン試液5.0mLを加えて混和した後，40℃で40分間加温するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：ホルムアルデヒド液0.54gを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液8.0mLに水を加えて20.0mLとし，ろ過する．ろ液5.0mLをとり，アセチルアセトン試液5.0mLを加え，以下同様に操作する.

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

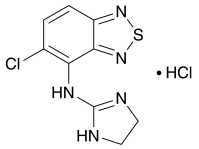
0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.03mg $C_{14}H_{14}ClNS$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

チザニジン塩酸塩

Tizanidine Hydrochloride

塩酸チザニジン



$C_9H_8ClN_5S$・HCl：290.17

5-Chloro-*N*-(4,5-dihydro-1*H*-imidazol-2-yl)-2,1,3-benzothiadiazole-4-amine monohydrochloride

[*64461-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チザニジン塩酸塩($C_9H_8ClN_5S$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，無水酢酸又は酢酸(100)にほとんど溶けない．

融点：約290℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の薄めた1mol/Lアンモニア試液(1→10)溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品60mgを水／アセトニトリル混液(17：3)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(17：3)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチザニジン以外のピークの面積は，標準溶液のチザニジンのピーク面積の1／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：試料注入後，約3分間は230nm，それ以降は318nm)

カラム：内径4.6mm，長さ12.5cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：水／ギ酸混液(200：1)にアンモニア水(28)を加えてpH8.5に調整する．

移動相B：アセトニトリル／移動相A混液(4：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	81 → 68	19 → 32
10 ～ 13	68	32
13 ～ 26	68 → 10	32 → 90
26 ～ 28	10	90

流量：チザニジンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチザニジンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(17：3)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たチザニジンのピーク面積が，標準溶液のピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：本品及び*p*－トルエンスルホン酸一水和物2mgずつを水／アセトニトリル混液(17：3)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，*p*－トルエンスルホン酸，チザニジンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チザニジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)60mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.02mg $C_9H_8ClN_5S$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

窒素

Nitrogen

N_2：28.01

本品は空気液化分離法により製造された窒素である．

本品は定量するとき，窒素(N_2)99.5vol%以上を含む．

性状　本品は室温，大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品1mLは温度20℃，気圧101.3kPaで水65mL又はエタノール(95)9mLに溶ける．

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで1.251gである．

確認試験　本品及び窒素1mLずつを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管又はステンレス製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス

計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピーク及び窒素から得たピークの保持時間は等しい．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

純度試験　酸素　定量法で得た本品の酸素のピーク面積は，標準混合ガスより得られた酸素のピーク面積の1／2より大きくない．

定量法　本品1.0mLを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管又はステンレス製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，酸素のピーク面積A_Tを求める．別に混合ガス調製器に酸素1.0mLを採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に100mLとし，よく混合して標準混合ガスとする．その1.0mLにつき，本品と同様に操作し，酸素のピーク面積A_Sを求める．

窒素(N_2)の量(vol%)＝$100 - A_T / A_S$

試験条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径3mm，長さ3mの管に250～355μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm)を充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：酸素の保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：混合ガス調製器に酸素1.0mLを採取し，本品を加えて100mLとし，よく混合する．その1.0mLにつき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準混合ガス1.0mLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，酸素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

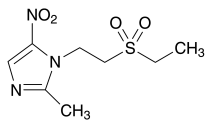
貯法

保存条件　40℃以下で保存する．

容器　耐圧密封容器．

チニダゾール

Tinidazole



$C_8H_{13}N_3O_4S$：247.27

1-[2-(Ethylsulfonyl)ethyl]-2-methyl-5-nitro-1*H*-imidazole

[*19387-91-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　125～129℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gに水100mLを加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液25mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.45mLを加える(0.043%以下)．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品50mgをアセトン2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これを100℃で5分間加熱し，冷後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，無水酢酸50mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.73mg $C_8H_{13}N_3O_4S$

貯法

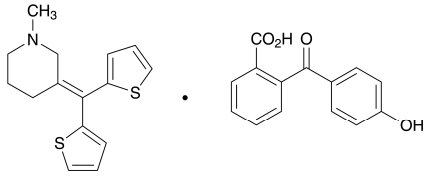
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チペピジンヒベンズ酸塩

Tipepidine Hibenzate

ヒベンズ酸チペピジン



$C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$：517.66

3-(Dithien-2-ylmethylene)-1-methylpiperidine mono[2-(4-hydroxybenzoyl)benzoate]

[*31139-87-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸5mLに溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品0.3gに水酸化ナトリウム試液10mL及び水5mLを加えて溶かし，クロロホルム20mLずつで2回抽出する．クロロホルム抽出液を合し，水10mLで洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に1mol/L塩酸試液0.5mL及び水5mLを加えて溶かす．この液2mLにライネッケ塩試液5mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　189～193℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを酢酸(100)10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.16以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質

（i）　本品10mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(1→100)／テトラヒドロフラン混液(32：13)

流量：チペピジンの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンが溶出するまでの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸プロピル3mgを移動相100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，チペピジンとパラオキシ安息香酸プロピルの分離度は3以上である．

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

（ii）　本品10mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／酢酸アンモニウム溶液(1→500)混液(13：7)

流量：チペピジンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンの保持時間の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品12mg及びキサンテン4mgを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，キサンテンの順に溶出し，チペピジンとキサンテンの分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チペピジンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，60℃，減圧，酸化リン(V)，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.77mg $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

チペピジンヒベンズ酸塩錠

Tipepidine Hibenzate Tablets

ヒベンズ酸チペピジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$：517.66)を含む．

製法 本品は「チペピジンヒベンズ酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ酸塩」44mgに対応する量をとり，水5mLを加えて1分間振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液10mLを加え，クロロホルム20mLずつで2回抽出する．全抽出液を合わせ，水10mLで洗った後，クロロホルム層をろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に1mol/L塩酸試液0.2mL及び水2mLを加えて溶かし，ライネッケ塩試液5mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ酸塩」11mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)30mLを加え，時々振り混ぜながら10分間加温する．冷後，エタノール(99.5)を加えて50mLとし，ろ過する．ろ液1mLにエタノール(99.5)を加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長282～286nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)11mg当たり薄めた酢酸(100)(1→2)5mL及びメタノール15mLを加え，時々振り混ぜながら15分間加温する．冷後，1mL中にチペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)約0.44mgを含む液となるように薄めたメタノール(1→2)を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸ジブカインのメタノール溶液(1→2000)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で3時間乾燥し，その約0.11gを精密に量り，薄めたエタノール(3→4)80mLを加えて，時々加温しながら溶かす．冷後，薄めたエタノール(3→4)を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水を加えて正確に900mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長286nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに360nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1 / C \times 20$

M_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量(mg)

C：1錠中のチペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)約22mgに対応する量を精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→2)10mL及びメタノール30mLを加え，時々振り混ぜながら10分間加温する．冷後，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で3時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→2)10mL及びメタノール30mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件

で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比 Q_T及びQ_Sを求める．

チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

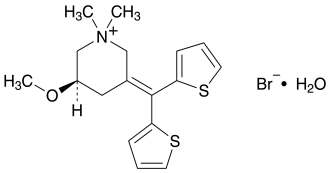
M_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸ジブカインのメタノール溶液(1→2000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液(1→500)／アセトニトリル／2－プロパノール混液(3：2：1)
流量：チペピジンの保持時間が約7分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，チペピジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

チメピジウム臭化物水和物

Timepidium Bromide Hydrate
臭化チメピジウム
チメピジウム臭化物



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$：418.41
(5*RS*)-3-(Dithien-2-ylmethylene)-5-methoxy-1,1-dimethylpiperidinium bromide monohydrate
[*35035-05-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チメピジウム臭化物($C_{17}H_{22}BrNOS_2$：400.40)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは5.3～6.3である．
本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験
（1）　本品の水溶液(1→100)1mLにニンヒドリン・硫酸試液1mLを加えるとき，本品は赤紫色を呈する．
（2）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（4）　本品の水溶液(1→100)は臭化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験
（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．
（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／水／酢酸(100)／酢酸エチル混液(5：4：1：1：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　3.5～5.0%(0.4g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

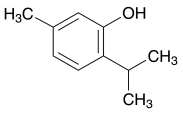
定量法　本品約0.6gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(2：1)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.04mg $C_{17}H_{22}BrNOS_2$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

チモール

Thymol



$C_{10}H_{14}O$：150.22

5-Methyl-2-(1-methylethyl)phenol

[*89-83-8*]

本品は定量するとき，チモール($C_{10}H_{14}O$)98.0％以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の塊で，芳香性のにおいがあり，舌をやくような味がある．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水に入れると沈み，加温すると融解して水面に浮く．

確認試験

（1）　本品の酢酸(100)溶液(1→300)1mLに，硫酸6滴及び硝酸1滴を加えるとき，液は反射光で青緑色，透過光で赤紫色を呈する．

（2）　本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え，水浴中で加熱して溶かし，数分間加熱を続けるとき，液は徐々に淡黄赤色を呈し，これを室温に放置するとき，暗黄褐色となる．この液にクロロホルム2～3滴を加えて振り混ぜるとき，液は次第に紫色を呈する．

（3）　本品に等量のカンフル又はメントールを加えてすり混ぜるとき，液化する．

融点〈*2.60*〉　49～51℃

純度試験

（1）　不揮発性残留物　本品2.0gを水浴上で加熱して揮散し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

（2）　他のフェノール類　本品1.0gに温湯20mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は緑色を呈しても，青色～紫色を呈しない．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水50mL及び希硫酸20mLを加え，氷水中で30分間冷却する．次に0.05mol/L臭素液20mLを正確に加え，直ちに密栓して暗所で時々振り混ぜながら氷水中に30分間放置した後，ヨウ化カリウム試液14mL及びクロロホルム5mLを加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．ただし，滴定の終点近くでは密栓して激しく振り混ぜ，終点はクロロホルム層の青色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝3.756mg $C_{10}H_{14}O$

貯法

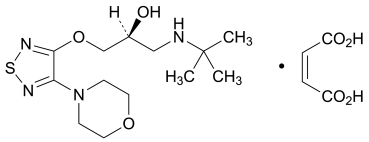
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チモロールマレイン酸塩

Timolol Maleate

マレイン酸チモロール



$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$：432.49

(2*S*)-1-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-3-(4-morpholin-4-yl-1,2,5-thiadiazol-3-yloxy)propan-2-ol monomaleate

[*26921-17-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チモロールマレイン酸塩($C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$)98.0～101.0％を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約197℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－5.7～－6.2°(乾燥後，1.25g，1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.8～4.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長440nmにおける吸光度は0.05以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品30mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク

面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1ーヘキサンスルホン酸ナトリウム1.9gを水1800mLに溶かし，トリエチルアミン6.0mL及びギ酸8.0mLを加え，更にギ酸を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて2000mLとする．この液1400mLにメタノール500mL及びアセトニトリル100mLを加える．

流量：チモロールの保持時間が約18分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチモロールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液25μLから得たチモロールのピーク面積が，標準溶液のチモロールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，チモロールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チモロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，100℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，酢酸(100)90mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

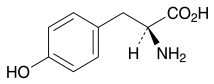
0.1mol/L過塩素酸1mL＝43.25mg $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器.

Lーチロシン

L-Tyrosine

Lーチロジン



$C_9H_{11}NO_3$：181.19

(2*S*)-2-Amino-3-(4-hydroxyphenyl)propanoic acid

[*60-18-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーチロシン($C_9H_{11}NO_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－10.5～－12.5°(乾燥後，2.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm).

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液20mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸12mL及び水20mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに希硝酸12mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gを希塩酸5mLに溶かし，水を加えて45mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸5mL及び水を加えて45mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液5mLずつを加える(0.028%以下).

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

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（6）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（7）　類縁物質　本品0.20gを薄めたアンモニア水(28)(1→2)10mLに溶かし，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1ープロパノール／アンモニア水(28)混液(67：33)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.18gを精密に量り，ギ酸6mL

に溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.12mg $C_9H_{11}NO_3$

貯法　容器　気密容器.

チンク油

Zinc Oxide Oil

本品は定量するとき，酸化亜鉛(ZnO：81.38)45.0～55.0%を含む.

製法

酸化亜鉛	500g
植物油	適量
全量	1000g

以上をとり，研和して製する．ただし，植物油の一部の代わりに「ヒマシ油」又はポリソルベート20適量を用いることができる.

性状　本品は白色～類白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の一部を分離する.

確認試験　本品をよく混和し，その0.5gをるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

定量法　本品をよく混和し，その約0.8gを精密に量り，るつぼに入れ，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水1mL及び塩酸1.5mLを加えて溶かした後，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水80mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→50)を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加えた後，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g).

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝4.069mg ZnO

貯法　容器　気密容器.

ツバキ油

Camellia Oil

OLEUM CAMELLIAE

椿油

本品はヤブツバキ(ツバキ)*Camellia japonica* Linné (*Theaceae*)の種皮を除いた種子から得た脂肪油である.

性状　本品は無色～微黄色澄明の油で，ほとんどにおい及び味がない.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール(95)に溶けにくい.

本品は－10℃で一部分，－15℃で全部凝固する.

比重　d_{25}^{25}：0.910～0.914

確認試験　本品2mLにあらかじめ室温にまで冷却した発煙硝酸／硫酸／水混液(1：1：1)10mLを穏やかに加えるとき，境界面は帯青緑色を呈する.

酸価〈1.13〉　2.8以下.

けん化価〈1.13〉　188～194

不けん化物〈1.13〉　1.0%以下.

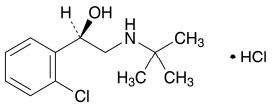
ヨウ素価〈1.13〉　78～83

貯法　容器　気密容器.

ツロブテロール塩酸塩

Tulobuterol Hydrochloride

塩酸ツロブテロール



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{18}ClNO$・HCl：264.19

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-2-(1,1-dimethylethyl)aminoethanol monohydrochloride

[*56776-01-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ツロブテロール塩酸塩($C_{12}H_{18}ClNO$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない.

融点：約163℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（3）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.30gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製し，酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(200：9)の上層を用いて，あらかじめ上端まで展開した後，風乾する．これに試料溶液及び標準溶液5μLずつをスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(200：9)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，60℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

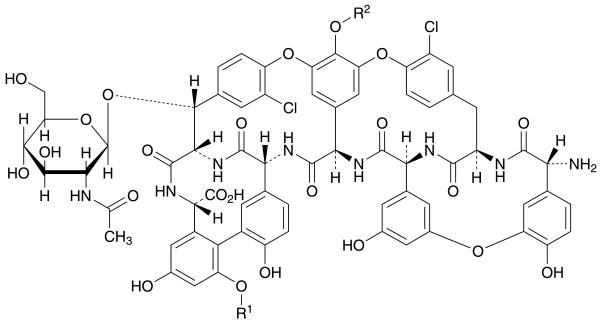
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

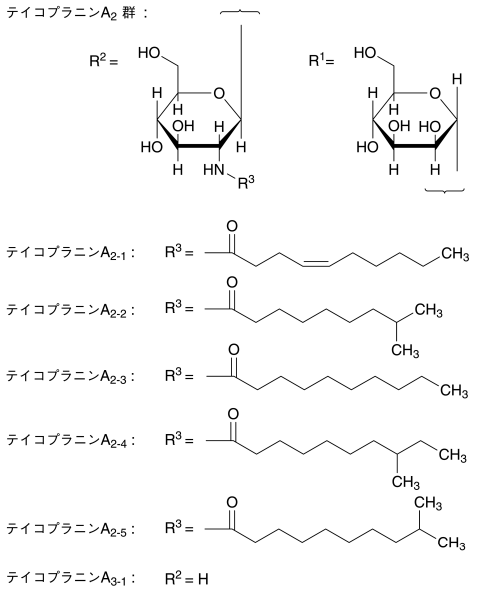
0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.42mg $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

テイコプラニン

Teicoplanin





テイコプラニンA_{2-1}

$C_{88}H_{95}Cl_2N_9O_{33}$：1877.64

(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-56-[2-(4*Z*)-dec-4-enoylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*91032-34-7*]

テイコプラニンA_{2-2}
$C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$：1879.66
(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(8-methylnonanoylamino)-β-D-glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid
[*91032-26-7*]

テイコプラニンA_{2-3}
$C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$：1879.66
(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-56-(2-decanoylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid
[*91032-36-9*]

テイコプラニンA_{2-4}
$C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$：1893.68
(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(8-methyldecanoylamino)-β-D-glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid
[*91032-37-0*]

テイコプラニンA_{2-5}
$C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$：1893.68
(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(9-methyldecanoylamino)-β-D-glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid
[*91032-38-1*]

テイコプラニンA_{3-1}
$C_{72}H_{68}Cl_2N_8O_{28}$：1564.25
(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-6,11,40,44,56-pentahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid
[*93616-27-4*]

[*61036-62-2*，テイコプラニン]

本品は，*Actinoplanes teichomyceticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水，脱塩化ナトリウム及び脱残留溶媒物1mg当たり900～1120μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，テイコプラニン($C_{72\sim89}H_{68\sim99}Cl_2N_{8\sim9}O_{28\sim33}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール(95)，アセトン，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→100)1mLにニンヒドリン試液2mLを加え，5分間加温するとき，液は青紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(3→100)1mLにアントロン試液2mLを徐々に加えて穏やかに振り混ぜるとき，液は暗褐色を呈する．

（３）　本品及びテイコプラニン標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとテイコプラニン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは6.3～7.7である．

成分含量比　本品約20mgを水に溶かして10mLとし，試料溶

液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，自動積分法によりテイコプラニンA_2群のピーク面積の和S_aテイコプラニンA_3群のピーク面積の和S_b及びその他の成分のピーク面積の和S_cを測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，テイコプラニンA_2群は80.0%以上，テイコプラニンA_3群は15.0%以下，及びその他の成分は5.0%以下である．なお，テイコプラニンの各成分の溶出順及びテイコプラニンA_{2-2}に対する各成分の相対保持時間は次のとおりである．

成分名	溶出順	相対保持時間
テイコプラニン A_3 群		≦0.42
テイコプラニン A_{3-1}	1	0.29
テイコプラニン A_2 群		0.42<，≦1.25
テイコプラニン A_{2-1}	2	0.91
テイコプラニン A_{2-2}	3	1.00
テイコプラニン A_{2-3}	4	1.04
テイコプラニン A_{2-4}	5	1.17
テイコプラニン A_{2-5}	6	1.20
その他の成分		1.25<

テイコプラニンA_2群の量(%)$=S_a/(S_a+0.83S_b+S_c)\times 100$

テイコプラニンA_3群の量(%)

$=0.83S_b/(S_a+0.83S_b+S_c)\times 100$

その他の成分の量(%)$=S_c/(S_a+0.83S_b+S_c)\times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水1650mLに溶かし，アセトニトリル300mLを加え，水酸化ナトリウム試液を用いてpH6.0に調整し，更に水を加えて2000mLとする．

移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水550mLに溶かし，アセトニトリル1400mLを加え，水酸化ナトリウム試液を用いてpH6.0に調整し，更に水を加えて2000mLとする．

移動相の送液：試料注入前10分間は移動相Aを送液し，試料注入後は移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 32	100 → 70	0 → 30
32 ～ 40	70 → 50	30 → 50
40 ～ 42	50 → 100	50 → 0

流量：毎分約1.8mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテイコプラニンA_{2-2}の保持時間の約1.7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液から得たテイコプラニンA_{2-2}のピーク高さがフルスケールの約90%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，テイコプラニンA_{3-1}のピークのシンメトリー係数は2.2以下である．

システムの再現性：試料溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，テイコプラニンA_{2-2}のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　塩化ナトリウム　本品約0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉し(指示薬：クロム酸カリウム試液1mL)，塩化ナトリウムの量を求めるとき，5.0%以下である．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

（3）　重金属　別に規定する．

（4）　ヒ素　別に規定する．

（5）　残留溶媒〈2.46〉　本品約0.1gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，メタノール及びアセトン約1gずつを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液4μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，自動積分法により試料溶液のメタノールのピーク面積A_1及びアセトンのピーク面積A_2，標準溶液のメタノールのピーク面積A_{S1}及びアセトンのピーク面積A_{S2}を測定し，次式により本品中のメタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ0.5%以下及び1.0%以下である．

メタノールの量(%)

$=M_{S1}\times A_1/A_{S1}\times 0.001\times 1/M_T\times 100$

アセトンの量(%)

$=M_{S2}\times A_2/A_{S2}\times 0.001\times 1/M_T\times 100$

M_{S1}：メタノールの秤取量(g)

M_{S2}：アセトンの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径2mm，長さ3mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物を150～180μmのガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボンに0.1%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70℃付近の一定温度で注入し，4分間保った後，210℃になるまで1分間に8℃の割合で昇温する．

検出器温度：240℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：メタノールの保持時間が約2分，アセトンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液4μLから得たアセトンのピーク高さが，フルスケール付近になることを確認する．

システムの性能：標準溶液4μLにつき，上記の条件で操作するとき，メタノール，アセトンの順に流出し，そ

の分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液4μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，アセトンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈2.48〉　15.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

エンドトキシン〈4.01〉　0.75EU/mg(力価)未満.

血圧降下物質　別に規定する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の1)のⅰを用いる．

（ⅲ）　標準溶液　テイコプラニン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，14日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に160μg(力価)及び40μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に160μg(力価)及び40μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

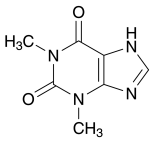
貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器.

テオフィリン

Theophylline



$C_7H_8N_4O_2$：180.16

1,3-Dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)–dione

[*58-55-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい.

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　271～275℃

純度試験

（1）　酸　本品0.5gに水75mL，0.01mol/L水酸化ナトリウム液2.0mL及びメチルレッド試液1滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gを*N,N*－ジメチルホルムアミド3mLに溶かし，メタノール10mLを加え，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／クロロホルム／メタノール／1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(3：3：2：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

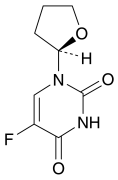
定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水100mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液20mLを正確に加え，振り混ぜた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝18.02mg $C_7H_8N_4O_2$

貯法　容器　密閉容器.

テガフール

Tegafur



及び鏡像異性体

$C_8H_9FN_2O_3$：200.17

5-Fluoro-1-[(2*RS*)-tetrahydrofuran-2-yl]uracil

[*17902-23-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テガフール($C_8H_9FN_2O_3$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく，水又は

エタノール(95)にやや溶けにくい.

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない.

確認試験

（１） 本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

（２） 本品の0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（３） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をメタノール／アセトン混液(1：1)から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき同様の試験を行う.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水50mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である.

融点〈*2.60*〉　166～171℃

純度試験

（１） 溶状　本品0.2gを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２） 塩化物〈*1.03*〉　本品0.8gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下).

（３） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（４） ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，白金るつぼを用い，750～850℃で強熱して灰化する(2ppm以下).

（５） 類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水75mLに溶かし，1／60 mol/L臭素酸カリウム液25mLを正確に加える．次に臭化カリウム1.0g及び塩酸12mLを速やかに加え，直ちに密栓して時々振り混ぜながら30分間放置した後，ヨウ化カリウム1.6gを加え，穏やかに振り混ぜ，正確に5分間放置し，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液2mL)．同様の方法で空試験を行う.

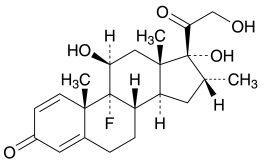
1／60 mol/L臭素酸カリウム液1mL＝10.01mg $C_8H_9FN_2O_3$

貯法　容器　気密容器.

デキサメタゾン

Dexamethasone

デキサメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione

[*50-02-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デキサメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)97.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約245℃(分解).

確認試験

（１） 本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（２） 本品1mgをエタノール(95)10mLに溶かす．この液2mLに塩酸フェニルヒドラジニウム試液10mLを加え，振り混ぜた後，60℃の水浴中で20分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール(95)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデキサメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（３） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したデキサメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びデキサメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋86～＋94°(乾燥後，0.1g，メタノ

ール，10mL，100mm).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（2） 類縁物質 本品0.18gをアセトニトリル100mLに溶かす．この液33mLをとり，ギ酸アンモニウム1.32gを水1000mLに溶かし，ギ酸を加えてpH3.6に調整した液を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデキサメタゾン以外のピークの面積は，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のデキサメタゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム1.32gを水1000mLに溶かし，ギ酸を加えてpH3.6に調整する．この液670mLにアセトニトリル330mLを加える．

流量：デキサメタゾンの保持時間が約13分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデキサメタゾンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たデキサメタゾンのピーク面積が，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デキサメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(0.2g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(0.2g，白金るつぼ).

定量法 本品及びデキサメタゾン標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれを薄めたメタノール(1→2)70mLに溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

デキサメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：デキサメタゾン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(2：1)

流量：デキサメタゾンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

デキストラン40

Dextran 40

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約40000である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン40 98.0～102.0%を含む．

性状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液(1→3000)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下).

（3） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品1.5gをとり，第1法により検液を調

製し，試験を行う(1.3ppm以下).

（５）　窒素　本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉によって試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，0.010%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は10mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする．

（６）　還元性物質　本品を乾燥し，その3.00gを正確に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その0.450gを正確に量り，水に溶かし，正確に500mLとし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ5mLずつを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．それぞれの液5mLを正確に量り，アルカリ銅試液5mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液(1→40)1mL及び希硫酸1.5mLを加え，0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液2mL).

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，105℃，6時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

エンドトキシン〈4.01〉　2.5EU/g未満.

粘度〈2.53〉

（１）　デキストラン40　本品を乾燥し，その0.2～0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25℃で第1法により試験を行うとき，極限粘度は0.16～0.19である．

（２）　高分子分画　本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに7～10%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，80～90mL)を徐々に加える．次に35℃の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1℃で15時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.27以下である．

（３）　低分子分画　本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに90～93%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，115～135mL)を徐々に加える．次に25℃で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.09以上である．

抗原性試験　本品10.0gを生理食塩液に溶かして100mLとし，滅菌し，試料溶液とする．体重250～300gの栄養状態の良い健康なモルモット4匹を用い，第1日目，第3日目及び第5日目に試料溶液1.0mLずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清0.10mLを腹腔内に注射する．第15日目に2匹，第22日目に残りの2匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液0.20mLを静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清0.20mLを静脈内に注射する．注射後30分間及び24時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの4匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3匹以上が死亡する．

定量法　本品を乾燥し，その約3gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

デキストラン40の量(mg)＝α_D×253.8

貯法　容器　気密容器.

デキストラン40注射液

Dextran 40 Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，デキストラン40 9.5～10.5w/v%を含む．

製法

デキストラン40	10g
生理食塩液	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性状　本品は無色澄明の液で，わずかに粘性がある．

確認試験

（１）　本品1mLに水を加えて200mLとし，この液1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても，液の色は変化しない．

（２）　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　4.5～7.0

粘度〈2.53〉　本品2～5mLを量り，生理食塩液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び生理食塩液につき，25℃で第1法により試験を行うとき，極限粘度は0.16～0.19である．ただし，試料溶液の濃度(g/100mL)は，定量法を準用して求める．

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mL未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品30mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

本品100mL中のデキストラン40の量(mg)＝α_D×846.0

貯法

保存条件　温度変化の著しい場所での保存は避ける．

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

デキストラン70

Dextran 70

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem

(*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約70000である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン70 98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品の水溶液(1→3000)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品3.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)．

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（４）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下)．

（５）　窒素　本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉によって試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は0.010%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は10mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする．

（６）　還元性物質　本品を乾燥し，その3.00gを正確に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その0.300gを正確に量り，水に溶かし，正確に500mLとし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ5mLずつを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．それぞれの液5mLを正確に量り，アルカリ銅試液5mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液(1→40)1mL及び希硫酸1.5mLを加え，0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液2mL)．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，105℃，6時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

粘度〈*2.53*〉

（１）　デキストラン70　本品を乾燥し，その0.2～0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25℃で第1法により試験を行うとき，極限粘度は0.21～0.26である．

（２）　高分子分画　本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに7～10%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，75～85mL)を徐々に加える．次に35℃の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1℃で15時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.35以下である．

（３）　低分子分画　本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに90～93%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，110～130mL)を徐々に加える．次に25℃で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.10以上である．

抗原性試験　本品6.0gを生理食塩液に溶かして100mLとし，滅菌し，試料溶液とする．体重250～300gの栄養状態のよい健康なモルモット4匹を用い，第1日目，第3日目及び第5日目に試料溶液1.0mLずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清0.10mLを腹腔内に注射する．第15日目に2匹，第22日目に残りの2匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液0.20mLを静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清0.20mLを静脈内に注射する．注射後30分間及び24時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの4匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3匹以上が死亡する．

発熱性物質〈*4.04*〉　本品6.0gを生理食塩液に溶かして100mLとした液につき，試験を行うとき，適合する．

定量法　本品を乾燥し，その約3gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

デキストラン70の量(mg)＝α_D×253.8

貯法　容器　気密容器．

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ5

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 5

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ5

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品の水溶液(3→50)0.05mLをトルイジンブルー溶液(1→100000)10mLに滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（２）　本品の水溶液(1→1500)1mLにアントロン試液2mLを

加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

（３）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋135.0～＋155.0°(乾燥物に換算したもの1.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品2.5gを水50mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.090以下である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.106%以下).

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.10gを水6mLに溶かし，塩化バリウム試液0.6mLを加え，水浴中で4分間加熱する．冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし，10分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに水6mLを加え，以下同様に操作して製する(0.240%以下).

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（５）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

イオウ含量　本品約1.0gを精密に量り，水5mLに溶かし，塩酸1.5mLを加え，水浴中で1時間加熱する．冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩化バリウム液20mLを正確に加え，メタノール5mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水70mLを加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液(1→20)10mL，塩化アンモニウム試液3mL及びアンモニア水(28)7mLを加えた後，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT試液5滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ(S：32.07)の量は，換算した乾燥物に対し，3.0～6.0%である．

0.02mol/L塩化バリウム液1mL＝0.6414mg S

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

粘度〈*2.53*〉　本品の換算した乾燥物約1.5gに対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液(29→500)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液(29→500)につき，25±0.02℃で試験を行うとき，極限粘度は0.030～0.040である．

貯法　容器　気密容器.

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ18

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 18

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ18

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品の水溶液(3→50)0.05mLをトルイジンブルー溶液(1→100000)10mLに滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（２）　本品の水溶液(1→1500)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

（３）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋90.0～＋110.0°(乾燥物に換算したもの1.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（１）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.106%以下).

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.10gを水6mLに溶かし，塩化バリウム試液0.6mLを加え，水浴中で4分間加熱する．冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし，10分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLに水6mLを加え，以下同様に操作して製する(0.480%以下).

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

イオウ含量　本品約0.5gを精密に量り，水5mLに溶かし，塩酸1.5mLを加え，水浴中で1時間加熱する．冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩化バリウム液20mLを正確に加え，メタノール5mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水70mLを加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液(1→20)10mL，塩化アンモニウム試液3mL及びアンモニア水(28)7mLを加えた後，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT試液5滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡

青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ(S：32.07)の量は，換算した乾燥物に対し，15.0～20.0%である．

0.02mol/L塩化バリウム液1mL＝0.6414mg S

乾燥減量〈2.41〉　10.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

粘度〈2.53〉　本品の換算した乾燥物1.5gに対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液(29→500)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液(29→500)につき，25±0.02℃で試験を行うとき，極限粘度は0.020～0.032である．

貯法　容器　気密容器.

デキストリン

Dextrin

性状　本品は白色～淡黄色の無晶性の粉末又は粒で，わずかに特異なにおいがあり，やや甘味があり，舌上においても刺激がない．

本品は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験　本品0.1gに水100mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液5mLにヨウ素試液1滴を加えるとき，液は淡赤褐色又は淡赤紫色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gをネスラー管にとり，水40mLを加えて加熱して溶かし，冷後，水を加えて50mLとした液は無色～淡黄色で，澄明であるか又は混濁することがあってもその濁度は次の比較液より濃くない．

比較液：0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸1mL，水46mL及び塩化バリウム試液2mLを加えて10分間放置し，振り混ぜて用いる．

（2）　酸　本品1.0gに水5mLを加え，加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　塩化物〈1.03〉　本品2.0gに水80mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.013%以下).

（4）　硫酸塩〈1.14〉　(3)のろ液45mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.019%以下).

（5）　シュウ酸塩　本品1.0gに水20mLを加え，加熱してから溶かし，冷後，酢酸(31)1mLを加えてろ過し，ろ液5mLに塩化カルシウム試液5滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（6）　カルシウム　(5)のろ液5mLにシュウ酸アンモニウム試液5滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（7）　重金属〈1.07〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　10%以下(0.5g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.5g).

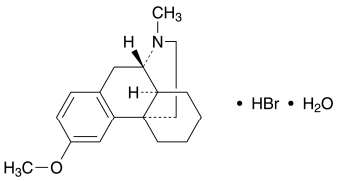
貯法　容器　密閉容器.

デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物

Dextromethorphan Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸デキストロメトルファン

デキストロメトルファン臭化水素酸塩



$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$：370.32

(9*S*,13*S*,14*S*)-3-Methoxy-17-methylmorphinan monohydrobromide monohydrate

[*6700-34-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デキストロメトルファン臭化水素酸塩($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$：352.31) 98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約126℃(116℃の浴液中に挿入し，1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける．)

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)50mLにフェノールフタレイン試液2滴を加え，赤色を呈するまで，水酸化ナトリウム試液を加える．クロロホルム50mLを加えて振り混ぜた後，水層40mLをとり，希硝酸5mLを加えた液は，臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋26～＋30°(脱水物に換算したもの0.34g，水20mL，100mm).

pH〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.2～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　ジメチルアニリン　本品0.50gに水20mLを加え，水

浴上で加熱して溶かし，冷後，希酢酸2mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及び水を加えて25mLとするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N,N*－ジメチルアニリン0.10gに水400mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて500mLとする．この液5mLに水を加えて200mLとする．この液1.0mLに希酢酸2mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及び水を加えて25mLとする．

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４）　フェノール性化合物　本品5mgに希塩酸1滴及び水1mLを加えて溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2滴及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液2滴を加えて振り混ぜ，15分間放置するとき，液は青緑色を呈しない．

（５）　類縁物質　本品0.25gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／酢酸エチル／メタノール／ジクロロメタン／13.5mol/Lアンモニア試液混液(55：20：13：10：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　4.0～5.5%(0.2g，容量滴定法，逆滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

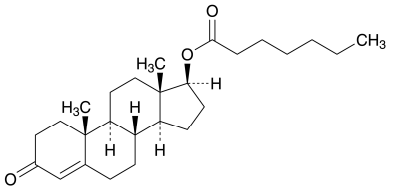
0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.23mg $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$

貯法　容器　密閉容器.

テストステロンエナント酸エステル

Testosterone Enanthate

エナント酸テストステロン



$C_{26}H_{40}O_3$：400.59

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl heptanoate

[*315-37-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)95.0～105.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶若しくは結晶性の粉末又は微黄褐色の粘稠な液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)，1,4－ジオキサン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：約36℃

確認試験　本品25mgに水酸化カリウムのメタノール溶液(1→100)2mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で1時間加熱する．冷後，水10mLを加え，生じた沈殿を吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター(減圧，酸化リン(Ⅴ))で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は151～157℃である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋77～＋88°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

純度試験　酸　本品0.5gにブロモチモールブルー試液に対して中性としたエタノール(95)10mLを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液2滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は淡青色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(Ⅴ)，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．更にこの液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長241nm付近の吸収極大の波長における吸光度*A*を測定する．

テストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)の量(mg)
＝A／426 × 100000

貯法

保存条件　遮光して，30℃以下で保存する．

容器　気密容器.

テストステロンエナント酸エステル注射液

Testosterone Enanthate Injection

エナント酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するテストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$：400.59)を含む．

製法　本品は「テストステロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「テストステロンエナント酸エステル」0.05gに対応する容量をとり，石油エーテル8mLを加え，薄めた酢酸(100)(7→10)10mLずつで3回抽出する．抽出液を合わせ，石油エーテル10mLで洗った後，その0.1mLに薄めた硫酸(7→10)0.5mLを加え，水浴中で5分間加熱する．

冷後，これに塩化鉄(Ⅲ)・酢酸試液0.5mLを加えるとき，液は青色を呈する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のテストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)約25mgに対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に25mLとする．この液3mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品約25mgを精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，イソニアジド試液10mLを正確に加え，メタノールを加えて正確に20mLとし，45分間放置する．これらの液につき，別にクロロホルム5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長380nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

テストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1.163$

M_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法

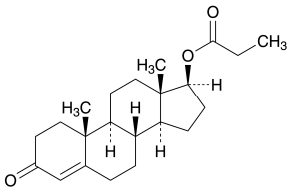
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

テストステロンプロピオン酸エステル

Testosterone Propionate

プロピオン酸テストステロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl propanoate

[*57-85-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋83～＋90°(乾燥後，0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm)．

融点〈2.60〉　118～123℃

純度試験　類縁物質　本品40mgをエタノール(95)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びテストステロンプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

テストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液(9→100000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(7：3)

流量：テストステロンプロピオン酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操

作するとき，内標準物質，テストステロンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

テストステロンプロピオン酸エステル注射液

Testosterone Propionate Injection

プロピオン酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の92.5～107.5%に対応するテストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$：344.49)を含む．

製法　本品は「テストステロンプロピオン酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　定量法の項の操作法に従って得た残留物にメタノール20mLを正確に加えて溶かした液を試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，クロロホルム／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として，約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法

(i)　クロマトグラフィー管　内径約1cm，長さ約18cmのガラス管を用い，下部にはガラスろ過器(G3)を装着する．

(ii)　カラム　液体クロマトグラフィー用シリカゲル約2gをとり，ジクロロメタン5mLを加え，軽く振り混ぜる．これをジクロロメタンを用いてクロマトグラフィー管に洗い込み，液を流出させて充てんし，上部にろ紙を置く．

(iii)　標準溶液　テストステロンプロピオン酸エステル標準品を105℃で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとする．

(iv)　試料原液　本品のテストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)約20mgに対応する容量を正確に量り，ジクロロメタンを加えて，正確に20mLとする．

(v)　操作法　試料原液2mLを正確に量り，準備したカラムに入れ，シリカゲル面まで液を流出させる．次にジクロロメタン15mLでクロマトグラフィー管の壁面を洗いながら，同様にジクロロメタンをシリカゲル面まで流出させた後，流出液は捨てる．ジクロロメタン／メタノール混液(39：1)15mLを流し，最初の流出液5mLを除き，次の流出液を集める．流出が終わったクロマトグラフィー管の下部を少量のジクロロメタンで洗い，洗液は流出液と合わせ，減圧下で溶媒を留去する．残留物にメタノールを加えて溶かし，正確に20mLとした後，この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，以下「テストステロンプロピオン酸エステル」の定量法を準用する．

テストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

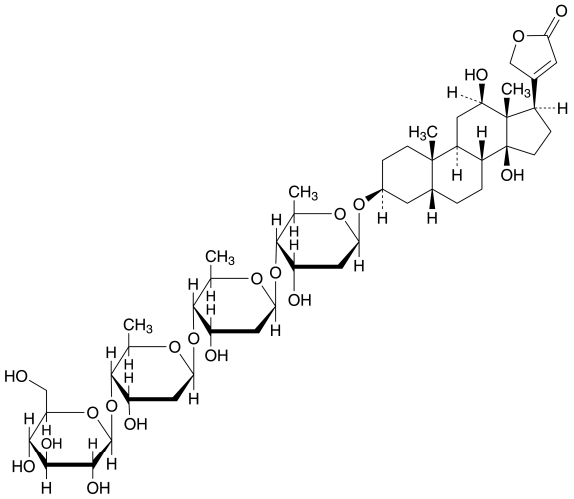
M_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　「プロゲステロン」のメタノール溶液(9→100000)

貯法　容器　密封容器．

デスラノシド

Deslanoside



$C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08

3β-[β-D-Glucopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*17598-65-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)90.0～102.0%を含む．

性状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は無水ピリジンに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLに溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgにエタノール(95)10mL及び水3mLを加え，加温して溶かし，冷後水を加えて100mLとした液は，無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品10mgをとり，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品1.0mgをとり，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋6.5～＋8.5°(乾燥後，0.5g，無水ピリジン，25mL，100mm)．

乾燥減量〈2.41〉　8.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びデスラノシド標準品を乾燥し，その約12mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール20mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれを遮光した25mLのメスフラスコに入れ，2,4,6－トリニトロフェノール試液5mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)0.5mLずつを加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール(1→4)を加えて25mLとし，18～22℃で25分間放置する．これらの液につき，薄めたメタノール(1→5)5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長485nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：デスラノシド標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

デスラノシド注射液

Deslanoside Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するデスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08)を含む．

製法　本品は「デスラノシド」をとり，10vol%エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．本品は「グリセリン」を加えることができる．ただし，本品は10vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「注射用水」又は「注射用水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：5.0～7.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「デスラノシド」2mgに対応する容量を分液漏斗にとり，この液1mLにつき塩化ナトリウムを0.2gの割合で加え，クロロホルム10mLずつで3回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，均一に混和する．この液15mLをとり，減圧でクロロホルムを留去し，残留物につき，「デスラノシド」の確認試験を準用する．

（2）　(1)の残りのクロロホルム抽出液につき，減圧でクロロホルムを留去し，残留物をメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品1mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらのR_f値は等しい．

エンドトキシン〈4.01〉　500EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のデスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)約3mgに対応する容量を正確に量り，メタノール5mL及び水を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下「デスラノシド」の定量法を準用する．

デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：デスラノシド標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

テセロイキン(遺伝子組換え)

Teceleukin (Genetical Recombination)

MAPTSSSTKK TQLQLEHLLL DLQMILNGIN NYKNPKLTRM LTFKFYMPKK
ATELKHLQCL EEELKPLEEV LNLAQSKNFH LRPRDLISNI NVIVLELKGS
ETTFMCEYAD ETATIVEFLN RWITFCQSII STLT

$C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01
[*136279-32-8*]

本品の本質はヒトインターロイキン－2 cDNAの発現により大腸菌で製造される134個のアミノ酸からなるたん白質である．

本品は水溶液である．

本品はT－リンパ球活性化作用を有する．

本品は定量するとき，1mL中7.7×10^6～1.54×10^7単位を含み，たん白質1mg当たり7.7×10^6単位以上を含む．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品適量を正確に量り，1mL中に約200単位を含むようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．テセロイキン用参照抗インターロイキン－2抗体をテセロイキン用力価測定用培地で薄め，約200中和単位/mLの濃度とし，インターロイキン－2中和抗体溶液とする．試料原液にインターロイキン－2中和抗体溶液を正確に等容量加えて振り混ぜた後，二酸化炭素5%を含む空気を充てんした培養器中で，37℃で1時間放置し，試料溶液とする．試料原液にテセロイキン用力価測定用培地を正確に等容量加えて振り混ぜた後，同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，定量法により操作し，それぞれの希釈倍数D_N及びD_Tを求め，次式により中和率を求めるとき，90%以上である．

中和率(%)$=(D_T-D_N)/D_T\times100$

ただし，試料溶液について，最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値が標準曲線に対応しない場合は，中和率は下記の範囲として求める．

中和率(%)$>(D_T-2)/D_T\times100$

（2）　本品のたん白質約50μgに対応する容量を，2本の加水分解用試験管にとり，それぞれ減圧で蒸発乾固し，一方を試料(1)とする．もう一方に，室温で1時間放置したギ酸／過酸化水素(30)混液(9：1)50μLを加え，4時間氷冷した後，水0.5mLを加えて減圧で蒸発乾固し，試料(2)とする．メタンスルホン酸1.3mLに，水3.7mLを加えてよく混和した後，3－(2－アミノエチル)インドール10mgを加えて溶かし，4mol/Lメタンスルホン酸溶液とする．クエン酸三ナトリウム二水和物39.2g，塩酸33mL，チオジグリコール40mL及びラウロマクロゴール溶液(1→4)4mLを水700mLに溶かし，pHを2.2に調整した後，水を加えて1000mLとし，カプリル酸100μLを加えて混和し，希釈用クエン酸ナトリウム溶液とする．試料(1)及び試料(2)に，用時製した4mol/Lメタンスルホン酸溶液50μLをそれぞれ加え，－70℃に冷却した後，減圧で脱気する．これらの試験管を減圧で融封した後，115±2℃で24時間加熱する．冷後，開封し，4mol/L水酸化ナトリウム試液50μLを加えた後，希釈用クエン酸ナトリウム溶液0.4mLを加え，それぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．別にL－アスパラギン酸，L－トレオニン，L－セリン，L－グルタミン酸，L－プロリン，グリシン，L－アラニン，L－バリン，L－メチオニン，L－イソロイシン，L－ロイシン，L－チロジン，L－フェニルアラニン，L－リジン塩酸塩，塩化アンモニウム，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物及びL－アルギニン塩酸塩をそれぞれ0.25mmolに対応する量，並びにL－システイン0.125mmolに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとし，アミノ酸標準原液とする．この液1mLを正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に25mLとし，A液とする．L－トリプトファン約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，B液とする．A液及びB液をそれぞれ10mLずつ正確に量って合わせ，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に50mLとし，アミノ酸標準溶液とする．別にL－システイン酸約17mgを精密に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に100mLとし，システイン酸標準溶液とする．試料溶液(1)及び試料溶液(2)，アミノ酸標準溶液及びシステイン酸標準溶液0.25mLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液(1)から得たクロマトグラムには，構成する18種のアミノ酸のピークを認める．また，試料溶液(1)及びアミノ酸標準溶液の各アミノ酸のピーク面積を測定し，試料溶液(1)のアラニンのモル数を5.0としてアスパラギン酸，グルタミン酸，プロリン，グリシン，メチオニン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，トリプトファン及びアルギニンの濃度を求めて各アミノ酸のモル比を算出する．また，試料溶液(2)及びシステイン酸標準溶液のシステイン酸のピーク面積を測定し，システインの濃度を求め，試料溶液(2)のアラニンのモル数を5.0として，システインのモル比を算出する．それぞれの構成するアミノ酸のモル比を求めるとき，アスパラギン酸は11.4～12.6，グルタミン酸は17.1～18.9，プロリンは4.5～5.5，グリシンは1.8～2.2，システインは2.7～3.3，メチオニンは4.5～5.5，ロイシンは20.9～23.1，チロジンは2.7～3.3，フェニルアラニンは5.4～6.6，リジンは10.5～11.6，ヒスチジンは2.7～3.3，トリプトファンは0.7～1.2及びアルギニンは3.6～4.4である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計[測定波長：440nm(プロリン)及び570nm(プロリン以外のアミノ酸)]

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：試料注入時は50℃付近の一定温度．一定時間後に昇温し，62℃付近の一定温度

反応槽温度：98℃付近の一定温度

発色時間：約2分

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

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	18.70g	10.50g	7.10g
クエン酸三ナトリウム二水和物	7.74g	14.71g	26.67g
塩化ナトリウム	7.07g	2.92g	54.35g
エタノール(99.5)	60mL	－	－
ベンジルアルコール	－	－	10mL
チオジグリコール	5mL	5mL	－
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量
pH	3.2	4.3	4.7
全量	1000mL	1000mL	1000mL

移動相及びカラム温度の切換え：アミノ酸標準溶液0.25mLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，アンモニア，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，シスチンとバリンの分離度が2.0以上，アンモニアとヒスチジンの分離度が1.5以上になるように，移動相A，B，Cを順次切り換える．また，グルタミン酸とプロリンの分離度が2.0以上になるように，一定時間後に昇温する．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物408gを水に溶かし，酢酸(100)100mL及び水を加えて1000mLとする．この液にジメチルスルホキシド1200mL及び2－メトキシエタノール800mLを加えて(Ⅰ)液とする．別にジメチルスルホキシド600mL及び2－メトキシエタノール400mLを混和した後，ニンヒドリン80g及び水素化ホウ素ナトリウム0.15gを加えて(Ⅱ)液とする．(Ⅰ)液3000mLに，20分間窒素を通じた後，(Ⅱ)液1000mLを速やかに加え，10分間窒素を通じ混和する．

移動相流量：毎分約0.275mL

反応試薬流量：毎分約0.3mL

システム適合性

システムの性能：アミノ酸標準溶液0.25mLにつき，上記の条件で操作するとき，トレオニンとセリンの分離度は1.5以上である．

（3） 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール0.242g，ラウリル硫酸ナトリウム5.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物74mgを水60mLに溶かす．1mol/L塩酸試液でpHを8.0とした後，水を加えて100mLとし，分子量測定用緩衝液とする．本品20μLを正確に量り，分子量測定用緩衝液20μL及び2－メルカプトエタノール2μLを正確に加え，水分を蒸発させないようにして90～100℃の水浴上で5分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000)1μLを正確に加え，振り混ぜて試料溶液とする．別にテセロイキン用分子量マーカー5μLを正確に量り，水50μL，分子量測定用緩衝液55μL及び2－メルカプトエタノール5μLをそれぞれ正確に加え，水分を蒸発させないようにして90～100℃の水浴上で5分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000)1μLを正確に加え，よく振り混ぜて分子量標準溶液とする．試料溶液及び分子量標準溶液1μLにつき，SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法により試験を行うとき，主バンドの分子量は14000～16000の範囲である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽，負荷電圧を時間について積算する装置を備え，電流，電圧及び電力の制御を行える直流電源装置．

溶液のスポット：ポリアクリルアミドゲルシートの濃縮ゲル上に，溶液をスポットする．

泳動条件

ポリアクリルアミドゲルシート：幅約43mm，長さ約50mm，厚さ約0.5mmのポリアクリルアミドゲルが密着したポリエステル・シート．ポリアクリルアミドゲルは，ゲル担体濃度7.5%，架橋度3%の濃縮ゲルと，同様にそれぞれ20%，2%の分離ゲルからなり，ゲル中にpH6.5トリス・酢酸緩衝液を含む．

電極用緩衝液：トリシン35.83g，2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール24.23g及びラウリル硫酸ナトリウム5.5gを水に溶かし，1000mLとする．

ゲル支持板の冷却温度：15℃

通電条件

前泳動時及び本泳動時：電圧，電流及び電力について，それぞれ250V，10mA及び3Wを超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

試料添加直後：電圧，電流及び電力について，それぞれ250V，1mA及び3Wを超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

泳動時間

試料添加前：負荷電圧を時間について積分した値が，60V･hに達するまで．

試料添加直後：負荷電圧を時間について積分した値が，1V･hに達するまで．

本泳動：負荷電圧を時間について積分した値が，140V･hに達するまで．

固定及び染色

無水炭酸ナトリウム25g及びホルムアルデヒド液0.8mLを水に溶かし1000mLとし，現像液とする．ポリアクリルアミドゲルシートをエタノール(99.5)／水／酢酸(100)混液(5：4：1)に2分間浸した後，水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(17：2：1)に2分間浸す．液を交換し，更に4分間浸した後，水に2分間浸してポリアクリルアミドゲルシートを洗い，液を交換し2分間浸す．以上の操作は50℃に加温して行う．次に40℃に加温しながら，薄めた硝酸銀試液(1→7)に10～15分浸した後，30℃に加温してポリアクリルアミドゲルシートを軽く水洗する．30℃に加温しながらポリアクリルアミドゲルシートを用時製した現像液に浸し，適当な発色を得た後，薄めた酢酸(100)(1→20)にポリアクリルアミドゲルシートを浸し，発色を停止させる．

分子量の推定

分子量標準溶液から得た各バンドの，濃縮ゲルと分離ゲルの境界からの距離と，各バンドのたん白質の分

子量の対数をグラフにプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，分子量を求める．

（4）　本品3μL及びテセロイキン用等電点マーカー8μLにつき，ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法により試験を行うとき，泳動位置から求められる等電点は7.4～7.9である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽及び定電力制御を行える直流電源装置．

ポリアクリルアミドゲルの調製：アクリルアミド1.62g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド50mgを水に溶かし，25mLとする．この液7.5mL及びグリセリン5gに水を加えて10mLとした液2mL並びにpH3～10用両性担体液0.64mLをそれぞれ正確に量り，よくかき混ぜながら減圧下で脱気する．次に用時製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液(1→50)74μL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン3μL及び用時製したリン酸リボフラビンナトリウム溶液(1→1000)50μLをそれぞれ正確に量り，かき混ぜた後，直ちに幅10cm，長さ11cm，厚さ0.8mmのゲル調製板に注ぎ，蛍光灯を照射して60分間放置し，ゲル化させる．

スポット

あらかじめ，ゲル調製板に幅3.5mm，長さ3.5mm，厚さ0.4mmのプラスチック製テープを貼り付け，ゲル化後形成されたこの大きさのウェルに，泳動開始から30分後に，本品又はテセロイキン用等電点マーカーを加える．

泳動条件

陰極用溶液：水酸化ナトリウム試液

陽極用溶液：DL－アスパラギン酸溶液(133→25000)

ゲル支持板の冷却温度：2±1℃

通電条件：泳動開始後20分間は10W，以後20Wの一定電力，ただし，電圧は3000V以下．

泳動時間：120～140分間．ただし，泳動槽内に窒素を送風する．

固定及び洗浄

トリクロロ酢酸28.75g及び5－スルホサリチル酸二水和物8.65gをメタノール75mL及び水175mLに溶かす．この液にゲルを60分間浸し，たん白質をゲルに固定する．固定した後，水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(67：25：8)に10分間浸す．

染色及び脱色

クーマシーブリリアントブルーG－250 0.11gをエタノール(99.5)25mLに溶かし，酢酸(100)8mL及び水を加えて100mLとし，染色液とする．用時ろ過した染色液に60℃に加温しながらゲルを10分間浸し，染色した後，水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(67：25：8)に浸し，脱色する．

等電点の決定

テセロイキン用等電点マーカーから得た各バンドの陰極からの距離と各たん白質の等電点をプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，等電点を求める．

ｐＨ〈2.54〉　2.7～3.5

純度試験

（1）　大腸菌由来たん白質　本品適量をとり，薄めた酢酸(100)(1→350)を正確に加え，1mL中にたん白質0.68～0.72mgを含む液とし，試料原液とする．2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール塩酸塩1.52g及び2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール10.94gを水に溶かし，200mLとする．ウシ血清アルブミン0.5gをこの液25mLに溶かし，2w/v%ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液とする．試料原液0.5mLを正確に量り，炭酸ナトリウム試液30μLを正確に加えてかき混ぜた後，直ちに2w/v%ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液0.47mLを正確に加えて，試料溶液とする．薄めた酢酸(100)(1→350)10mLを正確にとり，炭酸ナトリウム試液0.6mLを加え，2w/v%ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液で正確に20mLとし，希釈溶液とする．希釈溶液に大腸菌由来たん白質原液を加え，1mL中に大腸菌由来たん白質約15ngを含む液とし，標準溶液(1)とする．この液を希釈溶液で順次正確に2倍希釈し，大腸菌由来たん白質濃度の異なる標準溶液(2)～(8)とする．ウシ血清アルブミン0.5gをpH7.4の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液100mLに溶かし，洗浄溶液とする．試料溶液，標準溶液(1)～(8)及びブランク標準溶液としての希釈溶液0.1mLずつを正確に量り，それぞれ固相化プレートの3つのウェル(希釈溶液については6つのウェル)に入れ，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25℃付近の一定温度で5～16時間静置する．次に各ウェルの液を吸引除去し，洗浄溶液0.25mLを加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液0.25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．ペルオキシダーゼ標識抗体原液を1w/v%ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液で用時薄め，各ウェルに0.1mLずつを正確に加え，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25℃付近の一定温度で16～24時間静置する．次にウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液0.25mLを加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液0.25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．各ウェルにテセロイキン用発色液0.1mLを正確に加えて，穏やかにかき混ぜた後，25℃付近の一定温度で遮光して30分間静置する．次に各ウェルに薄めた硫酸(3→50)0.1mLを正確に加えて水平方向に揺り動かして混ぜる．これらの液につき，波長450nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}並びに波長510nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}を測定する．横軸に，大腸菌由来たん白質の濃度(ng/mL)を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，各標準溶液から得た値($A_{S2}-A_{S1}$)をプロットし，標準曲線を作成する．試料溶液から得た値($A_{T2}-A_{T1}$)を標準曲線に対応させて，試料溶液中の大腸菌由来たん白質濃度Aを求め，平均し，次式により本品中のたん白質1mg当たりの大腸菌由来たん白質の量を求めるとき，大腸菌由来たん白質は5ng以下である．

たん白質1mg当たりの大腸菌由来たん白質の量(ng)＝A/C

C：試料溶液中のたん白質濃度(mg/mL)

なお，希釈溶液から得た吸光度につき，次式から求めた吸光度を標準曲線に対応させて求めた大腸菌由来たん白質濃度が0.3ng/mL以下のとき，試験を有効とする．

検出限界における吸光度

$$=\overline{X}+3.3\times\sqrt{\left\{\sum_{i=1}^{6}(X_i-\overline{X})^2\right\}/(6-1)}$$

X_i：希釈溶液から得た個々の吸光度
$\overline{X}$：希釈溶液から得た吸光度の平均値
6：マイクロプレート中の希釈溶液を入れたウェル数

（2） テトラサイクリン塩酸塩　試験菌*Micrococcus luteus* ATCC 9341をテセロイキン用試験菌移植培地斜面に，2回連続して35～37℃で継代培養したものを，滅菌精製水を加えて100倍に薄め，試験菌液とする．試験菌液は5℃以下に保存し，5日以内に使用する．試験菌液に滅菌精製水を加えて段階的に希釈し，その適量をテセロイキン用普通カンテン培地100mLに加えて予備試験を行い，テトラサイクリン塩酸塩を1mL中に0.5μg(力価)含む標準溶液に対し阻止円を示す量を定めておき，この量を，一度溶かして45～50℃に冷却したテセロイキン用普通カンテン培地100mLに加えて混合する．この液25mLを，135×95mmの角形ペトリ皿に分注し，水平に広げて固化する．このカンテン培地に，直径6mmのウェルを適当数作り，試験用平板とする．テセロイキン用普通カンテン培地100mLに加える試験菌液の量は，0.25～1.0mLとする．テトラサイクリン塩酸塩標準品適量を正確に量り，水で正確に薄め，1mg(力価)/mLの濃度の明らかな液を作る．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，4，2，1及び0.5μg(力価)/mLの濃度の標準溶液とする．別に本品を，必要ならば薄めた酢酸(100)(3→1000)で希釈，又は減圧濃縮し，たん白質濃度0.8～1.2mg/mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び各標準溶液25μLずつを正確に量り，同一の試験用平板のウェルにそれぞれ加える．3枚以上の試験用平板について同様に操作する．各試験用平板を室温で30～60分間放置した後，35～37℃で16～18時間培養し，各阻止円の直径を0.25mmまで測定する．それぞれの液について，試験用平板間の平均値を求める．

横軸に各標準溶液の濃度を対数目盛でとり，縦軸に阻止円の直径をとったグラフにプロットし，標準曲線を作成する．本品の阻止円の直径を標準曲線に対応させて，本品中のテトラサイクリン塩酸塩の濃度Aを求める．次式により本品中のたん白質1mg当たりのテトラサイクリン塩酸塩の量を求めるとき，0.7μg(力価)以下である．ただし，阻止円を認めないか，認めてもその直径が0.5μg(力価)/mLの標準溶液のものより小さい場合，Aを0.5μg(力価)/mL以下とする．

たん白質1mg当たりのテトラサイクリン塩酸塩
($C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl)の量[μg(力価)]
$=A/P$

P：試料溶液のたん白質濃度(mg/mL)

（3） デスメチオニル体　本品適量に水を加え，たん白質濃度約0.17mg/mLとし，試料溶液とする．この液1.2mLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．テセロイキンのピーク面積A_2及びテセロイキンに対する相対保持時間約0.8のデスメチオニル体のピーク面積A_1を自動積分法により測定し，次式によりデスメチオニル体の量を求めるとき，1.0%以下である．

デスメチオニル体の量(%)$=A_1/(A_1+A_2)\times 100$

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径7.5mm，長さ7.5cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんし，そのカラム2本を直列に接続する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相A：ジエタノールアミン0.658gを水400mLに混和し，1mol/L塩酸試液を加えてpH9.0に調整した後，水を加えて500mLとする．
移動相B：pH6～9用両性担体液2.6mL及びpH8～10.5用両性担体液0.5mLに水300mLを加えた後，薄めた塩酸(9→100)を加えてpH7に調整した後，水を加えて400mLとする．
移動相の切換え及び試料注入方法：移動相Aを送液しながら試料溶液を注入する．試料溶液は0.11mLずつ10回繰り返し注入し，更に，100μLを1回注入する．全量注入後，60分間移動相Aを送液した後，移動相Bを送液する．試料溶液を測定した後，カラムの後処理及び洗浄のために，1mol/L塩化ナトリウム試液を10分間送液した後，移動相Aを送液しながら水酸化ナトリウム試液100μLを注入し，55分間後に次の試料溶液の注入を開始する．
流量：テセロイキンの保持時間が45～65分になるように，移動相Bの流量を調整する．ただし，保持時間は，移動相Bに切り換えた時点から測定する．
システム適合性
システムの性能：ウマ心臓由来で等電点が6.76及び7.16の2種ミオグロビンの混合物を水に溶かし，約0.5mg/mLの濃度とする．この液50μL，本品50μL及び水1.47mLを混和する．この液1.2mLにつき，上記の条件で操作するとき，ミオグロビン，テセロイキンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離する．

（4） 二量体　本品20μLに0.2%ラウリル硫酸ナトリウム試液20μLを加えて試料溶液とする．この液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．テセロイキンのピーク面積A_2及びテセロイキンに対する相対保持時間0.8～0.9の二量体のピーク面積A_1を自動積分法により測定し，次式により二量体の量を求めるとき，1.0%以下である．

二量体の量(%)$=A_1/(A_1+A_2)\times 100$

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)
カラム：内径7.5mm，長さ60cmのステンレス管に粒径10μmの液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸ナトリウム緩衝液に溶かし，1000mLとする．

流量：テセロイキンの保持時間が30～40分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：炭酸脱水酵素5mg及びα－ラクトアルブミン5mgを水100mLに溶かした液20μLに，0.2%ラウリル硫酸ナトリウム試液20μLを加える．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，炭酸脱水酵素，α－ラクトアルブミンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとした液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，テセロイキンのピーク面積の相対標準偏差は7%以下である．

（５）　その他の異種たん白質　本品5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テセロイキン及び溶媒のピーク以外のピークの合計量は，1.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸の水／アセトニトリル混液(19：1)溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル溶液(7→10000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 12	60 → 50	40 → 50
12 ～ 25	50	50
25 ～ 45	50 → 0	50 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：1.0mL/分

面積測定範囲：テセロイキンの保持時間の約1.2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品83.6μLに水3.8μL及びポリソルベート80溶液(1→100)16.6μLを加え，1時間以上静置する．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，テセロイキンのピークに対する相対保持時間約0.98のピークとテセロイキンのピークは完全に分離する．

（６）　酢酸　本品0.25mLを正確に量り，内標準溶液0.25mLを正確に加え，試料溶液とする．別に酢酸(100)3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求め，次式により本品1mL中の酢酸($C_2H_4O_2$)の量を求めるとき，2.85～3.15mgである．

本品1mL中の酢酸($C_2H_4O_2$)の量(mg)

$= Q_T / Q_S \times 1.5 \times 1.049 \times 2$

1.5：標準溶液の酢酸(100)濃度(μL/mL)

1.049：25℃における酢酸(100)の密度(mg/μL)

2：希釈倍率

内標準溶液　薄めたプロピオン酸(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径1.2mm，長さ40mのガラス管の内面に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを化学結合させて被覆し，厚さ1.0μmとしたもの．

カラム温度：110℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：酢酸の保持時間が約8分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は5%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　たん白質1mg当たり5EU未満．

比活性　本品適量を正確に量り，1mL中に約0.1mgを含むように正確に水を加え，試料溶液とする．別に定量用ヒト血清アルブミン約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，0.05，0.10及び0.15mg/mLの濃度の標準溶液とする．試料溶液，各標準溶液及び水それぞれ1mLずつを正確に量り，アルカリ性銅溶液2.5mLを加えて振り混ぜ，10分以上放置して溶かし，水2.5mL及び薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加え，直ちに激しく振り混ぜ，37℃で30分間放置する．これらの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．標準溶液の濃度をx，吸光度をyとし，それぞれの逆数を用いて直線回帰を行い，本品のたん白質量を求める．

定量法により求めた力価とたん白質量の比を求める．

定量法　本品適量を正確に量り，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10～50単位／mLの一定濃度(推定値)とし，試料溶液とする．別にインターロイキン－2標準品に滅菌精製水1mLを正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10～50単位/mLの一定濃度とし，標準溶液とする．テセロイキン用力価測定用培地を，マイクロプレートの8個のウェルを除く全ウェルに正確に50μLずつ加える．試料溶液及び標準溶液を正確に50μLずつ，それぞれについてテセロイキン用力価測定用培地を入れた2個のウェルに加え

る．それら4個のウェルから正確に50μLずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな4個のウェルに加える．更に，それら4個のウェルから正確に50μLずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな4個のウェルに加える操作を繰り返し，試料溶液及び標準溶液のそれぞれ1／2，1／4，1／8，1／16，1／32，1／64，1／128及び1／256の希釈液を2ウェルずつ作る．空の8個のウェルに標準溶液50μLずつを加え，最大取込み対照液とする．テセロイキン用力価測定用培地のみを加えたウェル8個を最小取込み対照液とする．テセロイキン用細胞懸濁液をマイクロプレートの全ウェルに正確に50μLずつを加えた後，二酸化炭素5%を含む空気を充てんした培養器中で，37℃で15～17時間放置する．MTT試液をマイクロプレートの全ウェルに正確に25μLずつ加えた後，二酸化炭素5%を含む空気を充てんした培養器中で，37℃で4時間放置する．マイクロプレートの各ウェルの培養液を，それぞれ空のマイクロプレートに移す．培養液を除去して空になったマイクロプレートの各ウェルに，塩酸・2－プロパノール試液100μLずつを加え，マイクロプレートを5分間水平方向に揺り動かして混ぜ，色素を溶出させる．移しかえた培養液を元の各ウェルに戻した後，各ウェルの液について，波長560nmにおける吸光度と波長690nmにおける吸光度の差を測定し，それぞれ同一の溶液2ウェル(試料溶液及び標準溶液の希釈液)又は8ウェル(最大取込み対照液及び最小取込み対照液)の平均値を求める．横軸に試料溶液のマイクロプレート上での希釈倍数を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，試料溶液の各希釈液から得た値をプロットし，標準曲線を作成する．最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値を求め，この値を標準曲線に対応させて，その希釈倍数D_Tを求める．標準溶液の希釈液についても同様のプロットを行い，希釈倍数D_Sを求め，次式により，1mL中の力価を求める．

本品1mL中のテセロイキンの力価(単位)＝$S \times D_T / D_S \times d$

S：標準溶液の濃度(単位/mL)
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数

貯法
保存条件　－70℃以下で保存する．
容器　気密容器．

注射用テセロイキン(遺伝子組換え)
Teceleukin for Injection (Genetical Recombination)

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の70.0～150.0%に対応するテセロイキン(遺伝子組換え)($C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01)を含む．

製法　本品は「テセロイキン(遺伝子組換え)」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品1個の内容物を滅菌精製水1mLに溶かし，表示量に従い1mL中に「テセロイキン(遺伝子組換え)」約200単位を含む液となるようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．以下「テセロイキン(遺伝子組換え)」の確認試験(1)を準用する．

（2）　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール0.242g，ラウリル硫酸ナトリウム5.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物74mgを水60mLに溶かす．1mol/L塩酸試液でpHを8.0とした後，水を加えて100mLとし，分子量測定用緩衝液とする．本品1個の内容物を水1mLで正確に溶かし，その100μLを正確に量り，分子量測定用緩衝液100μL及び2－メルカプトエタノール10μLを正確に加え，水分を蒸発させないようにして水浴上で5分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000)1μLを正確に加え，試料溶液とする．以下「テセロイキン(遺伝子組換え)」の確認試験(3)を準用して試験するとき，分子量14000～16000の範囲にバンドを認める．

ｐＨ〈2.54〉　本品1個の内容物を水1mLに溶かした液のpHは7.0～7.7である．

純度試験　溶状　本品1個の内容物を水1mLに溶かした液は，無色澄明である．

乾燥減量　生物学的製剤基準　一般試験法　含湿度測定法により試験を行うとき，含湿度は5%以下である．ただし，相対湿度10%以下の空気中で検体をはかり瓶に入れる．

エンドトキシン〈4.01〉　5EU/35万単位未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，$|M-A|=0$とする．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品1個の内容物に滅菌精製水1mLを正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地で正確に薄め，10～50単位／mLの一定濃度(推定値)として試料溶液とする．以下「テセロイキン(遺伝子組換え)」の定量法を準用する．ただし，本品1個中のテセロイキンの含量(単位)は次式により求める．

1個中のテセロイキンの量(単位)＝$S \times D_T / D_S \times d \times 1$

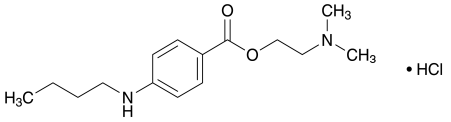
S：標準溶液の濃度(単位／mL)
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数
1：試料溶液の液量(mL)

貯法
保存条件　遮光して凍結を避けて，10℃以下で保存する．
容器　密封容器．

テトラカイン塩酸塩

Tetracaine Hydrochloride

塩酸テトラカイン



$C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl：300.82

2-(Dimethylamino)ethyl 4-(butylamino)benzoate monohydrochloride

[*136-47-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テトラカイン塩酸塩($C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦く，舌を麻痺する．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)は中性である．

融点：約148℃

確認試験

（1）　本品0.5gを水50mLに溶かし，アンモニア試液5mLを加えて振り混ぜた後，冷所に放置後，析出した結晶をろ取し，ろ液が中性となるまで水で洗い，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は42～44℃である．

（2）　本品0.1gを水8mLに溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液3mLを加えるとき，結晶性の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，80℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は130～132℃である．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，30℃の水浴中で15分間放置し，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

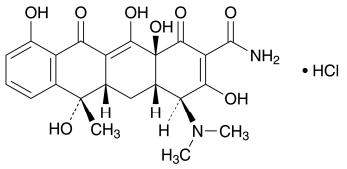
0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.08mg $C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器．

テトラサイクリン塩酸塩

Tetracycline Hydrochloride

塩酸テトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl：480.90

(4*S*,4a*S*,5a*S*,6*S*,12a*S*)-4-Dimethylamino-3,6,10,12,12a-pentahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride

[*64-75-5*]

本品は，*Streptomyces aureofaciens*の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，テトラサイクリン塩酸塩($C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は，黄色～帯微褐黄色の結晶性の粉末である．

本品は，水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは1.8～2.8である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品25mgをとり，0.01mol/L塩酸試液50mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．

それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．また，テトラサイクリン以外の各々のピークの合計面積は，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテトラサイクリンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の1～5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.3%以下(1.0g).

定量法 本品及びテトラサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のテトラサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テトラサイクリン塩酸塩($C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(孔径0.01μm)を充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム3.5g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム2.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.4gを水300mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH9.0に調整する．この液に*t*－ブチルアルコール90.0gを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：テトラサイクリンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：テトラサイクリン塩酸塩標準品0.05gをとり，水に溶かして25mLとする．この液5mLを水浴上で60分間加熱したのち，水を加えて25mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－エピテトラサイクリンの保持時間は約3分であり，4－エピテトラサイクリン，テトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

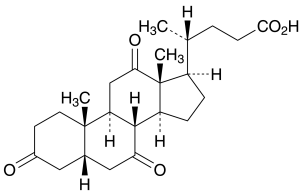
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

デヒドロコール酸

Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid

[*81-23-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品5gに硫酸1mL及びホルムアルデヒド液1滴を加えて溶かし，5分間放置する．これに水5mLを加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2） 本品0.02gにエタノール(95)1mLを加えて振り混ぜ，これに1,3－ジニトロベンゼン試液5滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→8)0.5mLを加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋29～＋32°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉 233～242℃

純度試験

（1） におい 本品2.0gに水100mLを加え，2分間煮沸するとき，においはない．

（2） 溶状 本品を乳鉢で粉末とし，その0.10gをエタノール(95)30mLに10分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品2.0gに水100mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液25mLに希硝酸6mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液と

し，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（４） 硫酸塩〈*1.14*〉 (3)の試料溶液25mLに希塩酸1mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（５） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（６） バリウム (1)の液に塩酸2mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が100mLとなるまで水で洗う．この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない.

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(1g).

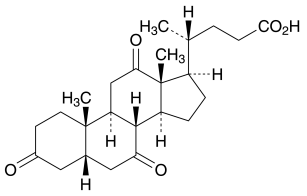
定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定〈*2.50*〉する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法 容器 密閉容器.

精製デヒドロコール酸

Purified Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid

[*81-23-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（１） 本品5mgに硫酸1mL及びホルムアルデヒド液1滴を加えて溶かし，5分間放置する．これに水5mLを加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する.

（２） 本品0.02gにエタノール(95)1mLを加えて振り混ぜ，これに1,3－ジニトロベンゼン試液5滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→8)0.5mLを加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋29～＋32°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉 237～242℃

純度試験

（１） におい 本品2.0gに水100mLを加え，2分間煮沸するとき，においはない.

（２） 溶状 本品を乳鉢で粉末とし，その0.10gをエタノール(95)30mLに10分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である.

（３） 塩化物〈*1.03*〉 本品2.0gに水100mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液25mLに希硝酸6mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（４） 硫酸塩〈*1.14*〉 (3)の試料溶液25mLに希塩酸1mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（５） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（６） バリウム (1)の液に塩酸2mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が100mLとなるまで水で洗う．この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない.

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定〈*2.50*〉する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法 容器 密閉容器.

デヒドロコール酸注射液

Dehydrocholic Acid Injection

デヒドロコール酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するデヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$：402.52)を含む.

製法 本品は「精製デヒドロコール酸」をとり，「水酸化ナトリウム」の溶液を加えて溶かし，注射剤の製法により製する.

性状 本品は無色～淡黄色澄明の液で，味は苦い.

pH：9～11

確認試験 本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」0.1gに対応する容量を分液漏斗にとり，水10mL及び希塩酸1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム

15mLずつで3回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は235～242℃である．

純度試験　重金属〈1.07〉　本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」1.0gに対応する容量をとり，水浴上で，ほとんど蒸発乾固し，残留物につき，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

エンドトキシン〈4.01〉　0.30EU/mg未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のデヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$)約0.5gに対応する容量を正確に量り，100mLの分液漏斗に入れ，必要ならば水を加えて25mLとし，塩酸2mLを加え，クロロホルム25mL，20mL及び15mLで抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで冷水で洗い，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物に中和エタノール40mL及び水20mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法

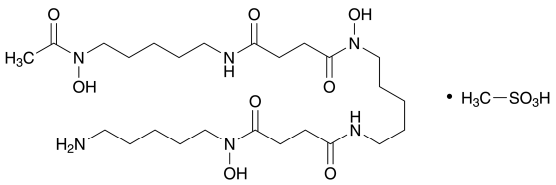
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

デフェロキサミンメシル酸塩

Deferoxamine Mesilate

メシル酸デフェロキサミン



$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$：656.79

N-[5-(Acetylhydroxyamino)pentyl]-*N′*-(5-{3-[(5-aminopentyl)hydroxycarbamoyl]propanoylamino}pentyl)-*N′*-hydroxysuccinamide monomethanesulfonate

[*138-14-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デフェロキサミンメシル酸塩($C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$)98.0～102.0％を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)，2－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約147℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品50mgはメシル酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデフェロキサミンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.90mLを加える(0.032％以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.040％以下).

（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)を用いる(2ppm以下).

（6）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデフェロキサミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4mm，長さ20cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム1.32g，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.37g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.08gを水950mLに溶かす．この液にリン酸を加えてpH2.8に調整した液800mLをとり，2－プロパノール100mLを加える．

流量：デフェロキサミンの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデフェロキサミンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たデフェロキサミンのピーク面積が，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積の1.5～2.5％になることを確認する．

システムの性能：本品16mg及びパラオキシ安息香酸メチル4mgを移動相50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，デフェロキサミン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デフェロキサミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びデフェロキサミンメシル酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約60mgずつを精密に量り，それぞれを水20mLに溶かし，0.05mol/L硫酸試液10mLを正確に加え，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.2mLを正確に加え，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，塩化鉄(Ⅲ)試液0.2mLに0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長430nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

デフェロキサミンメシル酸塩($C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$)の量(mg)

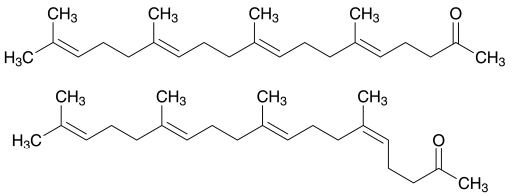
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したデフェロキサミンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

テプレノン

Teprenone



$C_{23}H_{38}O$：330.55

(5*E*,9*E*,13*E*)-6,10,14,18-Tetramethylnonadeca-5,9,13,17-tetraen-2-one

(5*Z*,9*E*,13*E*)-6,10,14,18-Tetramethylnonadeca-5,9,13,17-tetraen-2-one

[*6809-52-5*]

本品は定量するとき，テプレノン($C_{23}H_{38}O$)97.0～101.0%を含む．

本品はモノシス体及びオールトランス体からなり，その比は約2：3である．

性状　本品は無色～微黄色澄明の油状の液で，わずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(99.5)，酢酸エチル又はヘキサンと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は空気によって酸化され，徐々に黄色となる．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)2mLにリンモリブデン酸*n*水和物の酢酸(100)溶液(1→100)1mLを加え，水浴中で5分間加熱した後，硫酸5～6滴を加えて加熱を続けるとき，液は青～青緑色を呈する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)2mLに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液2mLを加えて振り混ぜるとき，黄～橙黄色の沈殿を生じる．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテプレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.485～1.491

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.882～0.890

純度試験

（1）　溶状　本品1.0mLにエタノール(99.5)9mLを加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.02以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品30mgをヘキサン6mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テプレノンのオールトランス体のピークに対する相対保持時間約0.8のジシス体のピーク面積は0.5%以下であり，モノシス体，オールトランス体及び上記のピーク以外のピークの面積はそれぞれ0.2%以下である．また，モノシス体，オールトランス体及びジシス体以外のピークの合計面積は1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテプレノンのオールトランス体の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLにヘキサンを加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に10mLとする．この液3μLから得たテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和が，システム適合性試験用溶液のテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，テプレノンのモノシス体，

オールトランス体の順に流出し，その分離度は1.1以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の相対標準偏差は3.0%以下である．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

異性体比 本品30mgをヘキサン6mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，保持時間18分付近に近接して現れる2つの主ピークのうち保持時間の小さい方のモノシス体のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のオールトランス体のピーク面積A_bを測定するとき，A_a／A_bは0.60～0.70である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

定量法 本品及びテプレノン標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えて溶かした後，酢酸エチルを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテプレノンのピーク面積(モノシス体とオールトランス体のピーク面積和)の比Q_T及びQ_Sを求める．

テプレノン($C_{23}H_{38}O$)の量(mg)＝M_S × Q_T／Q_S

M_S：テプレノン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フタル酸ジ－*n*－ブチルの酢酸エチル溶液(1→200)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径4mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール2－ニトロテレフタレートを149～177μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：保持時間18分付近に近接して現れる2つの主ピークのうち保持時間の大きい方のテプレノンのオールトランス体の保持時間が約19分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を行うとき，内標準物質，テプレノンのモノシス体，オールトランス体の順に流出し，モノシス体とオールトランス体の分離度は1.1以上である．

システムの再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

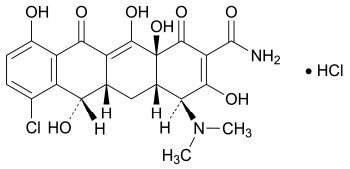
保存条件 空気を「窒素」で置換し，2～8℃に保存する．

容器 気密容器．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩

Demethylchlortetracycline Hydrochloride

塩酸デメチルクロルテトラサイクリン



$C_{21}H_{21}ClN_2O_8$・HCl：501.31

(4*S*,4a*S*,5a*S*,6*S*,12a*S*)-7-Chloro-4-dimethylamino-3,6,10,12,12a-pentahydroxy-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride

[*64-73-3*]

本品は，*Streptomyces aureofaciens*の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩($C_{21}H_{21}ClN_2O_8$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品40mgを水250mLに溶かす．この液10mLに水85mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)5mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－248～－263°(乾燥物に換算したもの0.25g，0.1mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは2.0～3.0である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，

試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（３）　類縁物質　本品25mgを0.01mol/L塩酸試液50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の1.2倍より大きくない．また，試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルクロルテトラサイクリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，この液20μLから得たデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品及びデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩($C_{21}H_{21}ClN_2O_8$・HCl)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.1mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする.

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム3.5g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム1.5g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.4gを水300mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.5に調整する．この液に*t*－ブチルアルコール75.0gを加え，更に水を加えて1000mLとする.

流量：デメチルクロルテトラサイクリンの保持時間が約8分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10mLを水浴上で60分間加温し，この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－エピデメチルクロルテトラサイクリン，デメチルクロルテトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は3以上である．なお，4－エピデメチルクロルテトラサイクリンのデメチルクロルテトラサイクリンに対する相対保持時間は約0.7である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

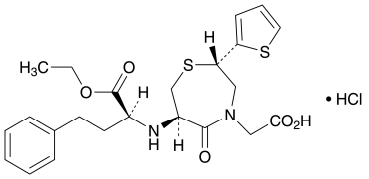
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

テモカプリル塩酸塩

Temocapril Hydrochloride

塩酸テモカプリル



$C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl：513.07

2-[(2*S*,6*R*)-6-{[(1*S*)-1-(Ethoxycarbonyl)-3-phenylpropyl]amino}-5-oxo-2-(thiophen-2-yl)-2,3,6,7-tetrahydro-1,4-thiazepin-4(5*H*)-yl]acetic acid monohydrochloride

[*110221-44-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい.

確認試験

（１）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，

両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：＋60～＋64°(脱水物に換算したもの0.2g，エタノール(99.5)，20mL，100mm).

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２） 類縁物質 本品50mgを薄めたアセトニトリル(1→2)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテモカプリル以外のピークの面積は，標準溶液のテモカプリルのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のテモカプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のテモカプリルのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)／アセトニトリル混液(63：37)

流量：テモカプリルの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテモカプリルの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たテモカプリルのピーク面積が，標準溶液のテモカプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テモカプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（３） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈2.48〉 1.0%以下(0.3g，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.8gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.31mg $C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl

貯法 容器 密閉容器.

テモカプリル塩酸塩錠

Temocapril Hydrochloride Tablets

塩酸テモカプリル錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl：513.07)を含む．

製法 本品は「テモカプリル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「テモカプリル塩酸塩」2.5mgに対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)25mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLに薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長232～236nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLを正確に加えた後，10分間超音波処理する．更に10分間振り混ぜた後，遠心分離する．テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)約0.8mgに対応する上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用テモカプリル塩酸塩(別途「テモカプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約40mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 2 / 5$

M_S：脱水物に換算した定量用テモカプリル塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→3000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)約1.1μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用テモカプリル塩酸塩(別途「テモカプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のテモカプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：脱水物に換算した定量用テモカプリル塩酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：薄めたリン酸(1→500)／アセトニトリル混液(43：32)

流量：テモカプリルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ9000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テモカプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加えた後，10分間超音波処理する．この液を10分間振り混ぜ，遠心分離した後，上澄液2mLに薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用テモカプリル塩酸塩(別途「テモカプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：脱水物に換算した定量用テモカプリル塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→3000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)／アセトニトリル混液(63：37)

流量：テモカプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

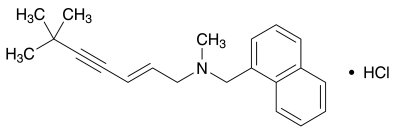
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

テルビナフィン塩酸塩

Terbinafine Hydrochloride

塩酸テルビナフィン



$C_{21}H_{25}N$・HCl：327.89

(2*E*)-*N*,6,6-Trimethyl-*N*-(naphthalen-1-ylmethyl)hept-2-en-4-yn-1-amine monohydrochloride

[*78628-80-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品1.0gを水1000mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．
融点：約205℃(分解).

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） 類縁物質 本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品50mgを水／アセトニトリル混液(1：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテルビナフィンに対する相対保持時間約1.7の二量体のピーク面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のテルビナフィン及び二量体以外のピークの面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のテルビナフィン以外のピークの合計面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径3mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：メタノール／アセトニトリル混液(3：2) 700mLに希酢酸を加えてpH7.5に調整したトリエチルアミン溶液(1→500)300mLを加える．

移動相B：メタノール／アセトニトリル混液(3：2) 950mLに希酢酸を加えてpH7.5に調整したトリエチルアミン溶液(1→500)50mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 4	100	0
4 ～ 25	100 → 0	0 → 100
25 ～ 30	0	100

流量：テルビナフィンの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテルビナフィンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たテルビナフィンのピーク面積が，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgを水／アセトニトリル混液(1：1)20mLに溶かす．この液に短波長ランプ(主波長254nm)を用いて1時間紫外線を照射する．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルビナフィンに対する相対保持時間約0.94のシスーテルビナフィンとテルビナフィンの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.26gを精密に量り，酢酸(100)5mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.79mg $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器.

テルビナフィン塩酸塩液

Terbinafine Hydrochloride Solution
塩酸テルビナフィン液

本品は外用の液剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$：327.89)を含む．

製法 本品は「テルビナフィン塩酸塩」をとり，外用液剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「テルビナフィン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノールを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩10mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン80容量に酢酸エチル20容量及びアンモニア水(28)1容量を加えて振り混ぜ，上層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ　別に規定する．

定量法　本品のテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩を105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のテルビナフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用テルビナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)
カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸(1→25)を加えてpH8.0に調整したテトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液(9→2000)／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(2：2：1)
流量：テルビナフィンの保持時間が約8.5分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：定量用テルビナフィン塩酸塩40mg及びテルフェニル3.5mgをメタノール200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

テルビナフィン塩酸塩クリーム

Terbinafine Hydrochloride Cream
塩酸テルビナフィンクリーム

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl：327.89)を含む．

製法　本品は「テルビナフィン塩酸塩」をとり，クリーム剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「テルビナフィン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，2－プロパノール20mLに溶かし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩10mgを2－プロパノール20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン80容量に酢酸エチル20容量及びアンモニア水(28)1容量を加えて振り混ぜ，上層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

定量法　本品のテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，2－プロパノールに溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩を105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，2－プロパノールに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のテルビナフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用テルビナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)
カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸(1→25)を加えてpH8.0に調整したテトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液(9→2000)／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(2：2：1)
流量：テルビナフィンの保持時間が約8.5分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：定量用テルビナフィン塩酸塩40mg及びテルフェニル3.5mgをメタノール200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

テルビナフィン塩酸塩スプレー

Terbinafine Hydrochloride Spray
塩酸テルビナフィンスプレー

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl：327.89)を含む．

製法　本品は「テルビナフィン塩酸塩」をとり，ポンプスプレー剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「テルビナフィン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノールを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩10mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液に

つき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン80容量に酢酸エチル20容量及びアンモニア水(28)1容量を加えて振り混ぜ，上層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ　別に規定する．

定量法　本品のテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩を105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のテルビナフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用テルビナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)
カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸(1→25)を加えてpH8.0に調整したテトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液(9→2000)／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(2：2：1)
流量：テルビナフィンの保持時間が約8.5分になるように調整する．

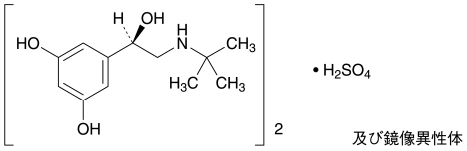
システム適合性
システムの性能：定量用テルビナフィン塩酸塩40mg及びテルフェニル3.5mgをメタノール200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

テルブタリン硫酸塩

Terbutaline Sulfate

硫酸テルブタリン



$(C_{12}H_{19}NO_3)_2$・H_2SO_4：548.65

5-[(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethylamino)-1-hydroxyethyl]benzene-1,3-diol hemisulfate

[*23031-32-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テルブタリン硫酸塩[$(C_{12}H_{19}NO_3)_2$・H_2SO_4]98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯褐白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水に溶けやすく，アセトニトリル，エタノール(95)，酢酸(100)，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光又は空気によって徐々に着色する．

融点：約255℃(分解)．

確認試験

（１）　本品1mgを水1mLに溶かし，pH9.5のトリス緩衝液5mL，4－アミノアンチピリン溶液(1→50)0.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(2→25)2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（２）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．極大は2つに分かれることがある．

（３）　本品の水溶液(1→50)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～4.8である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.004%以下)．

（３）　酢酸　本品0.50gをとり，リン酸溶液(59→1000)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に酢酸(100)1.50gをとり，リン酸溶液(59→1000)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，リン酸溶液(59→1000)を加え，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の酢酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール6000を180～250μmのガスクロマトグラフィー用テレフタル酸に10%の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：120℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：酢酸の保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：酢酸(100)及びプロピオン酸0.05gずつをリン酸溶液(59→1000)100mLに加えて混和する．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に流出し，その分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，酢酸のピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

（4）　3,5－ジヒドロキシ－ω－*tert*－ブチルアミノアセトフェノン硫酸塩　本品0.50gをとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長330nmにおける吸光度は0.47以下である．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，アセトニトリル／酢酸(100)混液(1：1)50mLを加え，かき混ぜながら加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法．ただし，内部液は塩化カリウムの飽和メタノール溶液に代える)．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝54.87mg $(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

テレビン油

Turpentine Oil

OLEUM TEREBINTHINAE

本品は*pinus*属諸種植物(*Pinaceae*)の材又はバルサムを水蒸気蒸留して得た精油である．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は苦く刺激性である．

本品1mLはエタノール(95)5mLに混和し，その液は中性である．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.465～1.478

比重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.860～0.875

純度試験

（1）　異物　本品は悪臭がない．また，本品5mLに水酸化カリウム溶液(1→6)5mLを加えて振り混ぜるとき，水層は黄褐色～暗褐色を呈しない．

（2）　塩酸呈色物　本品5mLに塩酸5mLを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，塩酸層は淡黄色を呈し，褐色を呈しない．

（3）　鉱油　本品5.0mLをカシアフラスコにとり，15℃以下に冷却し，振り混ぜながら発煙硫酸25mLを徐々に加え，更に60～65℃で10分間加温した後，目盛りまで硫酸を加えるとき，0.1mL以上の油分を析出しない．

蒸留試験〈*2.57*〉　150～170℃，90vol%以上．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

コムギデンプン

Wheat Starch

AMYLUM TRITICI

小麦澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はコムギ*Triticum aestivum* Linné (*Gramineae*)のえい果から得たでんぷんである．

◆**性状**　本品は白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈*5.01*〉するとき，大小の粒，非常にまれに中程度の大きさの粒を認める．通例，直径10～60μmの大きな粒の上面は円盤状，極めてまれに腎臓形であり，中心性のへそ及び層紋は明らかでないかほとんど明らかでなく，時々粒のへりに裂け目を認める．側面は長円形又は紡錘形であり，へそは長軸方向に沿った裂け目として観察される．直径2～10μmの小さな粒は円形又は多面形である．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2）　本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3）　(2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈*2.54*〉　本品5.0gを非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水25.0mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し，15分間放置した液のpHは4.5～7.0である．

純度試験

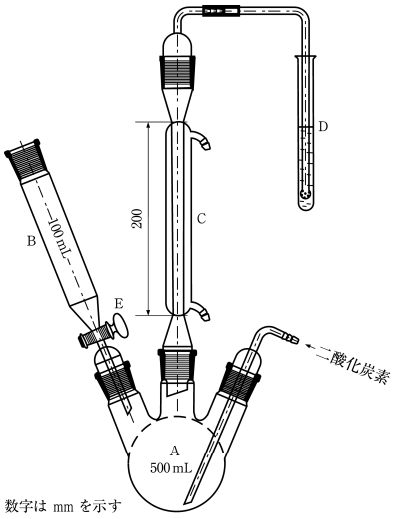
（1）　鉄　本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を

加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLを試験管にとり，クエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLを試験管にとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下).

（２） 酸化性物質　本品4.0gに水50.0mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液30.0mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間放置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下).

（３） 二酸化イオウ

（ｉ） 装置　図に示すものを用いる．



数字は mm を示す

A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

（ⅱ） 操作法　水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

二酸化イオウの量(ppm)＝V／M × 1000 × 3.203

M：本品の秤取量(g)
V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(1g，130℃，90分間).

強熱残分〈2.44〉　0.6%以下(1g).

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

コメデンプン

Rice Starch

AMYLUM ORYZAE

米澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はイネ*Oryza sativa* Linné (*Gramineae*)のえい果から得たでんぷんである．

◆**性状**　本品は白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（１） 本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈5.01〉するとき，通例，大きさ1～10μm，主に4～6μmの多面体の分粒を認める．これらの分粒は，しばしば直径50～100μmのだ円形の複粒に凝集している．粒の中心性のへそはほとんど認められず，層紋を認めない．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（２） 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（３） (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，だいだい赤色から暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

ｐＨ〈2.54〉　本品5.0gに新たに煮沸して冷却した水25mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し，15分間放置した液のpHは5.0～8.0である．

純度試験

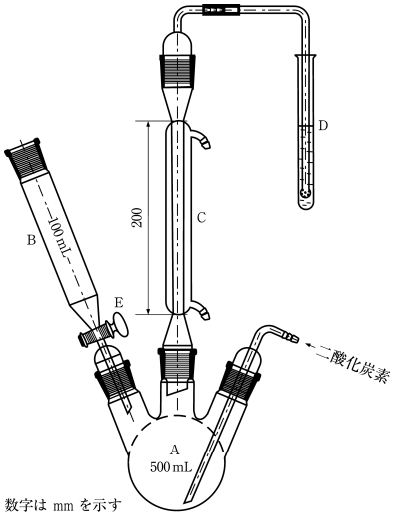
（１） 鉄　本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLずつをとり，それぞれクエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液に赤色リトマス紙を青変させるまでアンモニア水(28)を加えた後，水

を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLずつをとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下).

（２） 酸化性物質　本品4.0gに水50mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液30mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間放置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下).

（３） 二酸化イオウ

（ｉ） 装置　図に示すものを用いる．



数字は mm を示す

A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管

（ⅱ） 操作法　水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から青紫色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

二酸化イオウの量(ppm)＝V／M × 1000 × 3.203

M：本品の秤取量(g)
V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(1g，130℃，90分間).

強熱残分〈2.44〉　0.6%以下(1g).

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

トウモロコシデンプン

Corn Starch

AMYLUM MAYDIS

トウモロコシ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は成熟したトウモロコシ *Zea mays* Linné (*Gramineae*)の種子から得たでんぷんである．

◆**性状**　本品は白色～微黄白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（１） 本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈5.01〉するとき，通例，直径2～23μmの不規則な多面角の粒又は25～35μmの不規則な円形又は球形の粒を認める．へそは明瞭な空洞又は2～5つの放射状の裂け目となり，同心性の筋はない．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（２） 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（３） (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

ｐＨ〈2.54〉　本品5.0gを非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水25.0mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し，15分間放置した液のpHは4.0～7.0である．

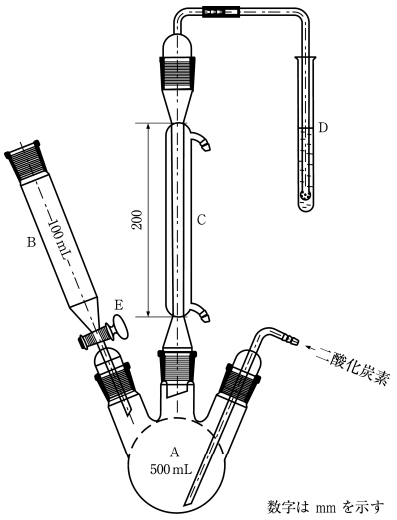
純度試験

（１） 鉄　本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLを試験管にとり，クエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLを試験管にとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下).

（2） 酸化性物質　本品4.0gに水50.0mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液30.0mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間放置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下).

（3） 二酸化イオウ

（i） 装置　図に示すものを用いる．



A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

（ii） 操作法　水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

二酸化イオウの量(ppm)＝$V / M \times 1000 \times 3.203$

M：本品の秤取量(g)
V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(1g，130℃，90分間).

強熱残分〈2.44〉　0.6%以下(1g).

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

バレイショデンプン

Potato Starch

AMYLUM SOLANI

バレイショ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はジャガイモ *Solanum tuberosum* Linné (*Solanaceae*)の塊茎から得たでんぷんである．

◆**性状**　本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈5.01〉するとき，通例，直径30～100μm，ときに100μm以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は10～35μmの大きさの円形の粒を認める．ときに2～4個の粒からなる複粒を認める．卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり，円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある．すべての粒子は顕著な層紋を認める．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈2.54〉　本品5.0gを非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水25.0mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜ，懸濁液とした後，15分間静置したときのpHは5.0～8.0である．

純度試験

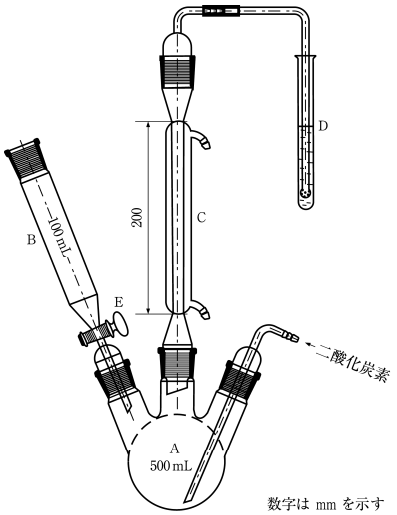
（1） 鉄　本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLを試験管にとり，クエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLを試験管にとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下).

（2） 酸化性物質　本品4.0gに水50.0mLを加え，5分間振り

混ぜた後，遠心分離する．澄明な上澄液30.0mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間静置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下).

（3）　二酸化イオウ

（i）　装置　図に示すものを用いる．



A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

（ii）　操作法　水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

二酸化イオウの量(ppm)＝V／M × 1000 × 3.203

M：本品の秤取量(g)
V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈2.41〉　20.0%以下(1g，130℃，90分間).

強熱残分〈2.44〉　0.6%以下(1g).

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

デンプングリコール酸ナトリウム

Sodium Starch Glycolate

カルボキシメチルスターチナトリウム

[*9063-38-1*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はデンプンのカルボキシメチルエーテル又はその架橋物のナトリウム塩である．

本品にはA及びBの中和度タイプがあり，エタノール(99.5)／水混液(8：2)不溶物を乾燥したものはそれぞれ定量するとき，ナトリウム(Na：22.99)2.8～4.2%及び2.0～3.4%を含む．

◆本品はその中和度タイプを表示する．◆

◆**性状**　本品は白色の粉末で，特異な塩味がある．

本品はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は水を加えるとき，膨潤し，粘稠性のあるのり状の液となる．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに希塩酸を加えて酸性とし，ヨウ素試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色～紫色を呈する．

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

（3）　純度試験(2)の試料溶液はナトリウム塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．ただし，試料溶液2mL及びヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液4mLを用いる．

ｐＨ〈2.54〉　本品1gに水30mLを加え，振り混ぜて得た懸濁液のpHはタイプA 5.5～7.5及びタイプB 3.0～5.0である．

純度試験

◆（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．◆

（2）　鉄

（i）　試料溶液　本品2.5gをシリカ製又は白金製のるつぼに正確に量り，5mol/L硫酸試液2mLを加える．水浴上で加熱した後，注意してバーナーで強熱した後，できれば電気炉に入れ，600±25℃で強熱し，残留物を完全に灰化する．放冷後，1mol/L硫酸試液数滴を加え，再び同様に加熱及び強熱

する．放冷後，炭酸アンモニウム試液数滴を加え，水浴上で蒸発乾固した後，更に同様に強熱する．冷後，残留物に水50mLを加えて溶かす．

(ⅱ) 標準溶液　硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物863.4mgを正確に量り，水に溶かし，1mol/L硫酸試液25mLを加え，更に水を加えて正確に500mLとする．この液10mLを正確にとり，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLは鉄(Fe)1.0μgを含む．

(ⅲ) 操作法　試料溶液及び標準溶液につき，その10mLずつを正確に量り，それぞれにクエン酸溶液(1→5)2mL及びチオグリコール酸0.1mLを加える．次にアンモニア水(28)を滴加し，赤色リトマス紙を用いて液をアルカリ性とした後，水を加えて20mLとする．5分間放置後，白色の背景を用いてこれらの液の色を比較するとき，試料溶液の呈する色は，標準溶液の呈する色より濃くない(20ppm以下)．

(3) グリコール酸ナトリウム　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．

(ⅰ) 試料溶液　本品0.200gをビーカーに正確に量り，6mol/L酢酸試液4mL及び水5mLを加え，かき混ぜて溶かす．アセトン50mL及び塩化ナトリウム1gを加え，かき混ぜた後，アセトンに浸したろ紙を用いてろ過し，ビーカーとろ紙をアセトンで洗い，ろ液と洗液を合わせ，更にアセトンを加えて正確に100mLとする．24時間静置し，上澄液を試料溶液とする．

(ⅱ) 標準溶液　グリコール酸をデシケーター(シリカゲル)で18時間乾燥し，その0.310gを正確に量り，水を加えて溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，6mol/L酢酸試液4mLを加え，30分間放置する．アセトン50mL及び塩化ナトリウム1gを加え，(ⅰ)と同様に操作し，上澄液を標準溶液とする．

(ⅲ) 操作法　試料溶液及び標準溶液2.0mLずつを25mL栓付試験管に正確に量り，水浴上で20分間加熱し，アセトンを留去する．冷後，残留物に2,7－ジヒドロキシナフタレン試液20.0mLを加え，栓をして溶かした後，水浴上で20分間加熱する．流水中で冷却し，全量を25mLメスフラスコに移す．メスフラスコを流水中で冷却しながら，硫酸を加えて25mLとする．これらの液につき，10分以内に水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長540nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(2.0%以下)．

(4) 塩化ナトリウム　本品約0.5gをビーカーに精密に量り，水100mLに分散させた後，硝酸1mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．塩化ナトリウム(NaCl：58.44)の量は7.0%以下である．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

乾燥減量〈2.41〉　10.0%以下(1g，130℃，90分)．

定量法　本品約1gにエタノール(99.5)／水混液(8：2)20mLを加え，10分間かき混ぜ，ろ過する．この操作を繰り返し，ろ液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙上の残留物を105℃で恒量になるまで乾燥する．残留物約0.7gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱する．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．

ナトリウム(Na)の量(%)＝V×2.299×100／M

V：0.1mol/L過塩素酸の消費量(mL)
M：乾燥残留物の量(mg)

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

乾燥痘そうワクチン

Freeze-dried Smallpox Vaccine
乾燥痘苗

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥痘そうワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，白色～灰色の懸濁した液となる．

乾燥細胞培養痘そうワクチン

Freeze-dried Smallpox Vaccine Prepared in Cell Culture

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥細胞培養痘そうワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，帯赤色の澄明な液となる．

トウモロコシ油

Corn Oil
OLEUM MAYDIS

本品はトウモロコシ*Zea mays* Linné (*Gramineae*)の胚芽から得た脂肪油である．

性状　本品は淡黄色澄明の油で，においはないか又はわずかにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は－7℃で軟膏様に凝固する．

比重　d_{25}^{25}：0.915～0.921

酸価〈1.13〉　0.2以下．

けん化価〈1.13〉　187～195

不けん化物〈1.13〉　1.5%以下．

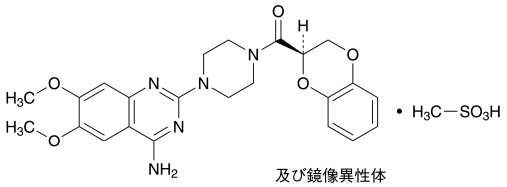
ヨウ素価〈1.13〉　103～130

貯法　容器　気密容器．

ドキサゾシンメシル酸塩

Doxazosin Mesilate

メシル酸ドキサゾシン



$C_{23}H_{25}N_5O_5$・CH_4O_3S：547.58

1-(4-Amino-6,7-dimethoxyquinazolin-2-yl)-4-{[(2*RS*)-2,3-dihydro-1,4-benzodioxin-2-yl]carbonyl}piperazine monomethansulfonate

[*77883-43-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドキサゾシンメシル酸塩($C_{23}H_{25}N_5O_5$・CH_4O_3S)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品のジメチルスルホキシド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約272℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキサゾシンメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキサゾシンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品30mgはメシル酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品20mgをメタノール／酢酸(100)混液(1：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／酢酸(100)混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／酢酸(100)混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に4－メチル－2－ペンタノン2容量に水1容量及び酢酸(100)1容量を加えて振り混ぜ，上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値約0.15のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，試料溶液には主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びドキサゾシンメシル酸塩標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．これらの液3mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のドキサゾシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドキサゾシンメシル酸塩($C_{23}H_{25}N_5O_5$・CH_4O_3S)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

カラム：内径3.9mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール／アセトニトリル混液(12：8：3)

流量：ドキサゾシンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキサゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキサゾシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ドキサゾシンメシル酸塩錠

Doxazosin Mesilate Tablets

メシル酸ドキサゾシン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$：451.48)を含む．

製法　本品は「ドキサゾシンメシル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)5mgに対応する量をとり，0.01mol/L塩酸・メタノール試液100mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液4mLに0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉に

より吸収スペクトルを測定するとき，波長244～248nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水1mLを加え，振り混ぜて崩壊させた後，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，30分間かき混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)約5μgを含む液となるように0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50 \times 0.825$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)約0.56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約21mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドキサゾシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 72/25 \times 0.825$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.4gを水500mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する．この液450mLにメタノール550mLを加える．

流量：ドキサゾシンの保持時間が約5分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキサゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキサゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)約5mgに対応する量を精密に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，30分間かき混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約24mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長246nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の量(mg)

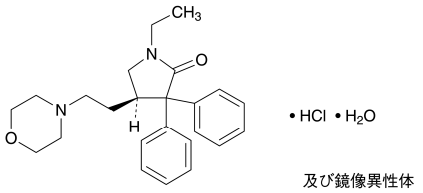
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4 \times 0.825$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

ドキサプラム塩酸塩水和物

Doxapram Hydrochloride Hydrate
塩酸ドキサプラム
ドキサプラム塩酸塩



$C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$：432.98
(4*RS*)-1-Ethyl-4-[2-(morpholin-4-yl)ethyl]-3,3-diphenylpyrrolidin-2-one monohydrochloride monohydrate
[*7081-53-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ドキサプラム塩酸塩($C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl$：414.97)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水，エタノール(95)又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.5～5.0である．

融点〈2.60〉　218～222℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.5gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液6μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ギ酸／ギ酸エチル／メタノール混液(8：3：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　3.5～4.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(1g)．

定量法　本品約0.8gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.50mg $C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl

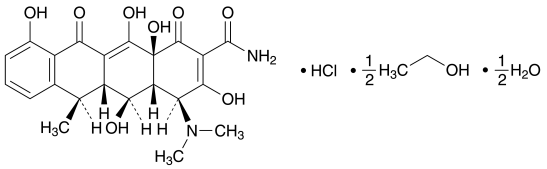
貯法　容器　気密容器．

ドキシサイクリン塩酸塩水和物

Doxycycline Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキシサイクリン

ドキシサイクリン塩酸塩



$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl・½C_2H_6O・½H_2O：512.94

(4*S*,4a*R*,5*S*,5a*R*,6*R*,12a*S*)-4-Dimethylamino-3,5,10,12,12a-pentahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride hemiethanolate hemihydrate

[*564-25-0*, ドキシサイクリン]

本品は，オキシテトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物1mg当たり880～943μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ドキシサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_8$：444.43)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキシサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品10mgを水10mLに溶かし，硝酸銀試液を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(349nm)：285～315(10mg，0.01mol/L塩酸・メタノール試液，500mL)．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－105～－120°(脱水及び脱エタノール物に換算したもの0.25g，0.01mol/L塩酸・メタノール試液，25mL，100mm)．ただし，試料溶液を調製した後，5分以内に測定する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液5.0mLを加える(50ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，試料溶液とする．別に塩酸6－エピドキシサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，塩酸6－エピドキシサイクリン原液とする．別に塩酸メタサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，塩酸メタサイクリン原液とする．塩酸6－エピドキシサイクリン原液及び塩酸メタサイクリン原液2mLずつを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液

20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメタサイクリン及び6－エピドキシサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の溶媒ピークとメタサイクリンのピークの間にあるピーク及びドキシサイクリンのピークの後にあるピークのピーク面積は，それぞれ標準溶液の6－エピドキシサイクリンのピーク面積の1／4より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に8μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液125mL及び0.2mol/L水酸化ナトリウム試液117mLをとり，水を加えて500mLとする．この液400mLに硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1→100)50mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→25)10mL，*t*－ブチルアルコール60g及び水200mLを加え，2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整し，更に水を加えて1000mLとする．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約19分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドキシサイクリンの保持時間の約2.4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得た6－エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積が，それぞれ標準溶液の6－エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液8mL，塩酸6－エピドキシサイクリン原液3mL及び塩酸メタサイクリン原液2mLに0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，メタサイクリン，6－エピドキシサイクリン，ドキシサイクリンの順に溶出し，メタサイクリンと6－エピドキシサイクリン及び6－エピドキシサイクリンとドキシサイクリンの分離度は1.3以上及び2.0以上であり，ドキシサイクリンのピークのシンメトリー係数は1.3以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メタサイクリン及び6－エピドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下及び2.0%以下である．

エタノール　本品約0.1gを精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)約0.4gを精密に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．次式によりエタノールの量を求めるとき，4.3～6.0%である．

エタノールの量(%)＝M_S／M_T × Q_T／Q_S

M_S：エタノール(99.5)の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　1－プロパノール溶液(1→2000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3.2mm，長さ1.5mの管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0075μm，比表面積500～600m^2/g)を充てんする．

カラム温度：135℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.4～2.8%(0.6g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(1g)．

定量法　本品及びドキシサイクリン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドキシサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドキシサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_8$)の量[μg(力価)]

＝M_S × A_T／A_S × 1000

M_S：ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.0gを水450mLに溶かす．この液にメタノール／*N,N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン混液(550：3)553mLを加えた後，水酸化ナトリウム溶液(43→200)を加えてpH8.0に調整する．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で

操作するとき，ドキシサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

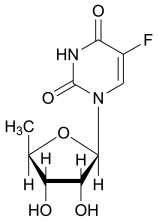
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ドキシフルリジン

Doxifluridine



$C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19

5′-Deoxy-5-fluorouridine

[*3094-09-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液又は0.01mol/L水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約191℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{365}$：＋160～＋174°(乾燥後，0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

純度試験

（1）　フッ化物　本品0.10gを薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)10.0mLに溶かす．この液5.0mLを20mLのメスフラスコにとり，アセトン／ランタン－アリザリンコンプレキソン試液混液(2：1)5mLを加え，更に水を加えて20mLとした後，1時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液1.0mLを20mLのメスフラスコにとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え，アセトン／ランタン－アリザリンコンプレキソン試液混液(2：1)5mLを加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長620nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.30gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.035%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品20mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)／水混液(17：2：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，3個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLを加えて溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝24.62mg $C_9H_{11}FN_2O_5$

貯法　容器　気密容器．

ドキシフルリジンカプセル

Doxifluridine Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19)を含む．

製法　本品は「ドキシフルリジン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドキシフルリジン」20mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液に溶かし100mLとした後，ろ過する．ろ液1mLをとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて20mLとした液につき，0.1mol/L塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267～271nmに吸収の

極大を示す.

（2）　本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「ドキシフルリジン」20mgに対応する量をとり，メタノール2mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドキシフルリジン20mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)／水混液(17：2：1)を展開溶媒として，約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し，それらのR_f値は等しい.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する.

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中にドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)約13μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを105℃で4時間乾燥し，その約26mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長269nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量(mg)
C：1カプセル中のドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従いドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，水40mLを加え，10分間振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水／メタノール混液(5：3)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水／メタノール混液(5：3)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める.

ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量(mg)

内標準溶液　無水カフェイン溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(13：7)

流量：ドキシフルリジンの保持時間が約2.5分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキシフルリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である.

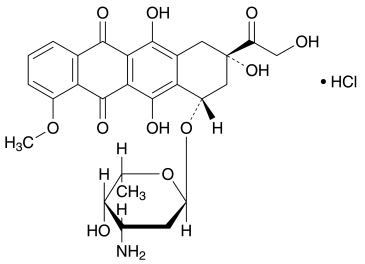
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比の相対標準偏差は，1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride

塩酸ドキソルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98

(2*S*,4*S*)-4-(3-Amino-2,3,6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

[*25316-40-9*]

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である.

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり980～1080μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である.

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視

吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋240～＋290°(脱水物に換算したもの20mg，メタノール，20mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品50mgを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品50mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（２）　類縁物質　本品25mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドキソルビシン以外のピークの面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のドキソルビシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム3gを薄めたリン酸(7→5000)1000mLに溶かす．この液にアセトニトリル1000mLを加える．

流量：ドキソルビシンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：ドキソルビシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たドキソルビシンのピーク面積が，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：本品5mgを水20mLに溶かし，リン酸1.5mLを加えて，室温で30分間放置する．この液に2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.5に調整した液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキソルビシンに対する相対保持時間約0.6のドキソルビシノン，ドキソルビシンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキソルビシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　3.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びドキソルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に25mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長495nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：ドキソルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

注射用ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸ドキソルビシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98)を含む．

製法　本品は「ドキソルビシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は赤だいだい色の粉末又は塊である．

確認試験　本品の表示量に従い「ドキソルビシン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノールに溶かし，100mLとする．この液5mLにメタノールを加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長231～235nm，250～254nm，477～481nm及び493～497nmに吸収の極大を示し，528～538nmに吸収の肩を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「ドキソルビシン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，水2mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ドキソルビシン塩酸塩」50mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.25g，容量滴定法，直接滴定).

エンドトキシン〈4.01〉　2.50EU/mg(力価)未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ドキソルビシン塩酸塩」約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相に溶かし，100mLとし，試料溶液とする．別にドキソルビシン

塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドキソルビシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ドキソルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム3gを薄めたリン酸(7→5000)1000mLに溶かす．この液にアセトニトリル1000mLを加える．

流量：ドキソルビシンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキソルビシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上であり，ドキソルビシンのピークのシンメトリー係数は，0.8～1.2である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドキソルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

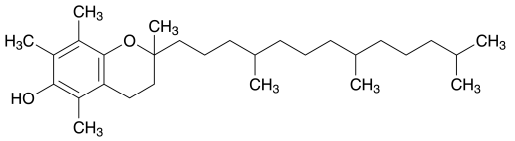
貯法　容器　密封容器．

トコフェロール

Tocopherol

dl－α－トコフェロール

ビタミンE



$C_{29}H_{50}O_2$：430.71

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-ol

[*10191-41-0*]

本品は定量するとき，*dl*－α－トコフェロール($C_{29}H_{50}O_2$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色～赤褐色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール(99.5)，アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル又は植物油と混和する．

本品はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって酸化されて，暗赤色となる．

確認試験

（1）　本品0.01gをエタノール(99.5)10mLに溶かし，硝酸2mLを加え，75℃で15分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(292nm)：71.0～76.0(10mg，エタノール(99.5)，200mL)．

屈折率〈2.45〉　n^{20}_{D}：1.503～1.507

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：0.947～0.955

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(99.5)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液Cより濃くない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

定量法　本品及びトコフェロール標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールのピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

トコフェロール($C_{29}H_{50}O_2$)の量(mg)$= M_S \times H_T / H_S$

M_S：トコフェロール標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：292nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(49：1)

流量：トコフェロールの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び酢酸トコフェロール0.05gずつをエタノール(99.5)50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，酢酸トコフェロールの順に溶出し，その分離度は2.6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

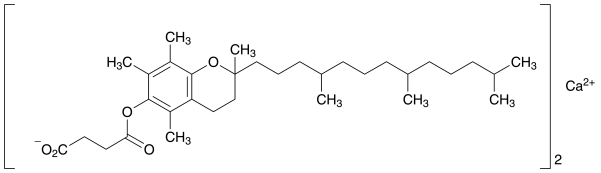
容器　気密容器．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム

Tocopherol Calcium Succinate

コハク酸トコフェロールカルシウム

ビタミンEコハク酸エステルカルシウム



$C_{66}H_{106}CaO_{10}$：1099.62

Monocalcium bis{3-[2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yloxycarbonyl]propanoate}

[*14638-18-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*－α－トコフェロールコハク酸エステルカルシウム($C_{66}H_{106}CaO_{10}$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく，水，エタノール(95)又はアセトンにほとんど溶けない．

本品1gに酢酸(100)7mLを加えて振り混ぜるとき，溶け，しばらく放置すると濁りを生じる．

本品は酢酸(100)に溶ける．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品0.05gを酢酸(100)1mLに溶かし，エタノール(99.5)9mLを混和する．これに発煙硝酸2mLを加え，75℃で15分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（２）　本品を乾燥し，その0.08gを四塩化炭素0.2mLに溶かす．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品5gをクロロホルム30mLに溶かし，塩酸10mLを加え，10分間振り混ぜた後，水層を分取し，これをアンモニア試液で中和した液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(286nm)：36.0～40.0(10mg，クロロホルム，100mL)．

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5mLに0.5mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．

（２）　アルカリ　本品0.20gにジエチルエーテル10mL，水2mL，フェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L塩酸0.10mLを加えて振り混ぜるとき，水層は赤色を呈しない．

（３）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.10gを酢酸(100)4mLに溶かし，水20mL及びジエチルエーテル50mLを加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層に水10mLを加え，振り混ぜ，水層を分取する．水層を合わせ，これに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は本品の代わりに0.01mol/L塩酸0.60mLを用い，同様に操作して製する(0.212%以下)．

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを用いる(20ppm以下)．

（５）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（６）　α－トコフェロール　本品0.10gをとり，クロロホルム10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品50mgをとり，クロロホルムに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／酢酸(100)混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)六水和物のエタノール(99.5)溶液(1→500)を均等に噴霧した後，更に2,2′－ビピリジルのエタノール(99.5)溶液(1→200)を均等に噴霧して2～3分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，24時間)．

定量法　本品及びトコフェロールコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)／薄めた酢酸(100)(1→5)混液(9：1)に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のトコフェロールコハク酸エステルのピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム($C_{66}H_{106}CaO_{10}$)の量(mg)

$= M_S \times H_T / H_S \times 1.036$

M_S：トコフェロールコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：284nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(97：2：1)

流量：トコフェロールコハク酸エステルの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：コハク酸トコフェロール及びトコフェロール0.05gずつをエタノール(99.5)／薄めた酢酸(100)(1→5)混液(9：1)50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロールコハク酸エステル，トコフェロールの順に溶出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，トコフェロールコハク酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

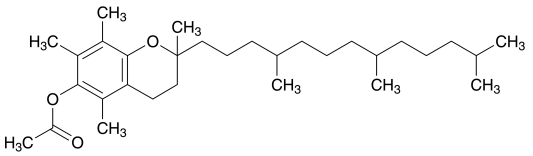
トコフェロール酢酸エステル

Tocopherol Acetate

酢酸トコフェロール

酢酸*dl*－α－トコフェロール

ビタミンE酢酸エステル



$C_{31}H_{52}O_3$：472.74

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl acetate

[*7695-91-2*]

本品は定量するとき，*dl*－α－トコフェロール酢酸エステル($C_{31}H_{52}O_3$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は無色～黄色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール(99.5)，アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル，ヘキサン又は植物油と混和する．

本品はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって変化する．

確認試験

（1）　本品0.05gをエタノール(99.5)10mLに溶かし，硝酸2mLを加え，75℃で15分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロール酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(284nm)：41.0～45.0(10mg，エタノール(99.5)，100mL)．

屈折率〈2.45〉　n^{20}_{D}：1.494～1.499

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：0.952～0.966

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(99.5)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5mLに0.5mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　α－トコフェロール　本品0.10gをとり，ヘキサン10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品50mgをとり，ヘキサンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／酢酸(100)混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)六水和物のエタノール(99.5)溶液(1→500)を均等に噴霧した後，更に2,2′－ビピリジルのエタノール(99.5)溶液(1→200)を均等に噴霧して2～3分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

定量法　本品及びトコフェロール酢酸エステル標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロール酢酸エステルのピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

トコフェロール酢酸エステル($C_{31}H_{52}O_3$)の量(mg)

$= M_S \times H_T / H_S$

M_S：トコフェロール酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：284nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(49：1)

流量：トコフェロール酢酸エステルの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びトコフェロール0.05gずつをエタノール(99.5)50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，トコフェロール酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は2.6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件

で試験を5回繰り返すとき，トコフェロール酢酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

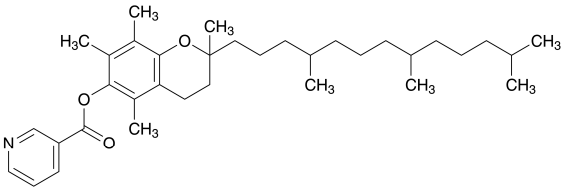
トコフェロールニコチン酸エステル

Tocopherol Nicotinate

ニコチン酸トコフェロール

ニコチン酸*dl*－α－トコフェロール

ビタミンEニコチン酸エステル



$C_{35}H_{53}NO_3$：535.80

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl nicotinate

[*51898-34-1*]

本品は定量するとき，*dl*－α－トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)96.0%以上を含む．

性状　本品は黄色～だいだい黄色の液体又は固体である．

本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール(99.5)溶液(1→10)は旋光性を示さない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，必要ならば加温して溶かし，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.05gをエタノール(99.5)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液7mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の0.8～0.9倍の保持時間のピーク面積は，標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の4／7より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：メタノール／水混液(19：1)

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品0.05g及びトコフェロール0.25gをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品及びトコフェロールニコチン酸エステル標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が

約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.05g及びトコフェロール0.25gをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

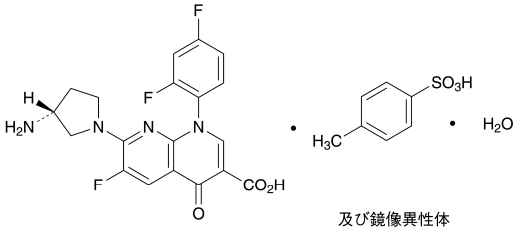
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トスフロキサシントシル酸塩水和物

Tosufloxacin Tosilate Hydrate

トシル酸トスフロキサシン



$C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O：594.56

7-[(3*RS*)-3-Aminopyrrolidin-1-yl]-1-(2,4-difluorophenyl)-6-fluoro-4-oxo-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid mono-4-toluenesulfonate monohydrate

[*115964-29-9*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トスフロキサシントシル酸塩($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$：576.54)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

融点：約254℃(分解)．

確認試験

（1）　本品は紫外線(主波長254nm)を照射するとき，淡青白色の蛍光を発する．

（2）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品のメタノール／水酸化ナトリウム試液混液(49：1)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトスフロキサシントシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトスフロキサシントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.20mLに希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.007%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，強熱温度は750～850℃とし，残留物には希塩酸10mLを加える(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品10mgを量り，移動相B 12mLに溶かし，水を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトシル酸及びトスフロキサシン以外のピークの面積は，標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の3／4より大きくない．また，試料溶液のトシル酸及びトスフロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径3.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：水300～500mLにメタンスルホン酸100mLを氷冷しながら徐々に加え，更に氷冷しながらトリエチルアミン100mLを徐々に加え，水を加えて1000mLとする．この液10mLに水143mL，アセトニトリル40mL及び緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液7mLを加える．

移動相B：水300～500mLにメタンスルホン酸100mLを氷冷しながら徐々に加え，更に氷冷しながらトリエチルアミン100mLを徐々に加え，水を加えて1000mLとする．この液10mLにアセトニトリル100mL，水83mL及び緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液7mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 1	100	0
1 ～ 16	100 → 0	0 → 100
16 ～ 35	0	100

流量：毎分0.5mL

面積測定範囲：トスフロキサシンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たトスフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トスフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トスフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　2.5～3.5%(30mg，電量滴定法).

定量法　本品及びトスフロキサシントシル酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液20mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトスフロキサシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トスフロキサシントシル酸塩($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／ジブチルアミンのメタノール溶液(1→2500)混液(3：1)に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する．

流量：トスフロキサシンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トスフロキサシンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトスフロキサシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

トスフロキサシントシル酸塩錠

Tosufloxacin Tosilate Tablets

トシル酸トスフロキサシン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O：594.56)を含む．

製法　本品は「トスフロキサシントシル酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トスフロキサシントシル酸塩水和物」75mgに対応する量をとり，メタノール／水酸化ナトリウム試液混液(49：1)200mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，メタノール／水酸化ナトリウム試液混液(49：1)100mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nm，341～345nm及び356～360nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水V／10mLを加えて崩壊するまで振り混ぜた後，1mL中にトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)約1.5mgを含む液になるようにメタノールを加えて正確にV mLとする．この液を10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20 \times 1.031$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→800)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は65%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)約17μgを含む液となるようにpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトスフロキサシントシル酸塩標準品(別途「トスフロキサシン

トシル酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約21mgを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長346nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72 \times 1.031$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)約0.15gに対応する量を精密に量り，水10mLを加えた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にトスフロキサシントシル酸塩標準品(別途「トスフロキサシントシル酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，水2mLを加えた後，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトスフロキサシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.031$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→800)

試験条件

「トスフロキサシントシル酸塩水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

「トスフロキサシントシル酸塩水和物」の定量法のシステム適合性を準用する．

貯法　容器　密閉容器．

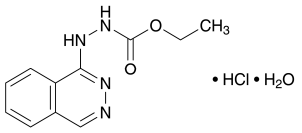
トドララジン塩酸塩水和物

Todralazine Hydrochloride Hydrate

塩酸エカラジン

塩酸トドララジン

トドララジン塩酸塩



$C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl・H_2O：286.71

Ethyl 2-(phthalazin-1-yl)hydrazinecarboxylate monohydrochloride monohydrate

[*3778-76-5*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トドララジン塩酸塩($C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl：268.70)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200)2mLに硝酸銀・アンモニア試液5mLを加えるとき，液は混濁し，黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.30gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.012%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトドララ

ジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトドララジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.10gを薄めたメタノール(2→5)1000mLに溶かす．この液に酢酸(100)を加えてpH3.0～3.5に調整する．

流量：トドララジンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトドララジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たトドララジンのピーク面積が，標準溶液のトドララジンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品及びフタル酸水素カリウム5mgずつを移動相100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フタル酸，トドララジンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トドララジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0～7.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，無水酢酸70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

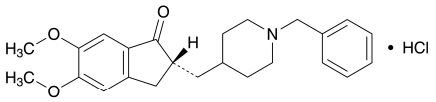
0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.87mg $C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器.

ドネペジル塩酸塩

Donepezil Hydrochloride

塩酸ドネペジル



及び鏡像異性体

$C_{24}H_{29}NO_3$・HCl：415.95

(2*RS*)-2-[(1-Benzylpiperidin-4-yl)methyl]-5,6-dimethoxy-2,3-dihydro-1*H*-inden-1-one monohydrochloride

[*120011-70-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドネペジル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと参照スペクトル又はドネペジル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，別に規定する方法により再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを磁製又は白金製るつぼにとり，硫酸5mLを加えて混和し，徐々に加熱して灰化した後，500～600℃で強熱する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び500～600℃で強熱して灰化する．冷後，残留物を塩酸3mLに溶かし，水浴又はホットプレート上で蒸発乾固し，残留物に水10mLを加え，加温して溶かす．以下第4法と同様に操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相25mLに溶かす．この液10mLをとり，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドネペジル以外のピークの面積は，標準溶液のドネペジルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドネペジルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　0.2%以下(0.2g，電量滴定法).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びドネペジル塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：271nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：1－デカンスルホン酸ナトリウム2.5gを水650mLに溶かした液に，アセトニトリル350mL及び過塩素酸1mLを加える．
流量：ドネペジルの保持時間が約11分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ドネペジル塩酸塩細粒

Donepezil Hydrochloride Fine Granules
塩酸ドネペジル細粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl：415.95)を含む．

製法　本品は「ドネペジル塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液2.5mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm，269～273nm及び313～317nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，1mL中にドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約0.2mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液V mLを正確に加え，時々振り混ぜながら超音波処理により粒子を小さく分散させた後，更に10分間超音波処理する．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件
「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従いドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約3mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約55mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとする．更にこの液3mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 27 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件
検出器，カラム及びカラム温度は「ドネペジル塩酸塩」

の定量法の試験条件を準用する．

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液(650：350：1)

流量：ドネペジルの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液30mLを加え，時々振り混ぜながら超音波処理により粒子を小さく分散させた後，更に15分間超音波処理する．0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ドネペジル塩酸塩錠

Donepezil Hydrochloride Tablets

塩酸ドネペジル錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl：415.95)を含む．

製法　本品は「ドネペジル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液2.5mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm，269～273nm及び313～317nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約0.2mgを含む液となるようにメタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)V mLを正確に加え，超音波処理を行いながら，崩壊するまで振り混ぜる．更に10分間超音波処理する．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約3.3μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約55mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとする．更にこの液3mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準

溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液(650：350：1)

流量：ドネペジルの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)30mLを加え，超音波処理した後，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

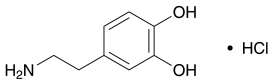
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ドパミン塩酸塩

Dopamine Hydrochloride

塩酸ドパミン



$C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64

4-(2-Aminoethyl)benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*62-31-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

融点：約248℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.8gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.021%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.1gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパ

ノール／水／酢酸(100)混液(16：8：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，90℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で15分間加熱する．冷後，酢酸(100)50mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.96mg $C_8H_{11}NO_2$・HCl

貯法　容器　気密容器．

ドパミン塩酸塩注射液

Dopamine Hydrochloride Injection

塩酸ドパミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の97.0～103.0%に対応するドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64)を含む．

製法　本品は「ドパミン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ドパミン塩酸塩」0.04gに対応する容量をとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液5mLをとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　3.0～5.0

エンドトキシン〈4.01〉　4.2EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl)約30mgに対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，内標準溶液2.5mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ドパミンを105℃で3時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，内標準溶液2.5mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸ドパミンの秤取量(mg)

内標準溶液　ウラシルの移動相溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液

流量：ドパミンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

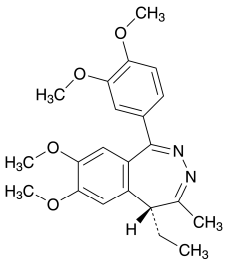
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ドパミンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

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

トフィソパム

Tofisopam



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{26}N_2O_4$：382.45

(5*RS*)-1-(3,4-Dimethoxyphenyl)-5-ethyl-7,8-dimethoxy-4-methyl-5*H*-2,3-benzodiazepine

[*22345-47-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール(95)溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

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

認める．

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

融点〈2.60〉　155～159℃

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.05gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／メタノール／ギ酸混液(24：12：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.25mg $C_{22}H_{26}N_2O_4$

貯法

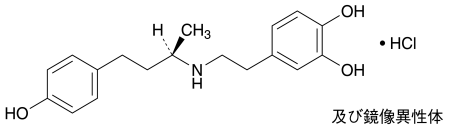
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ドブタミン塩酸塩

Dobutamine Hydrochloride

塩酸ドブタミン



$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl：337.84

4-{2-[(1*RS*)-3-(4-Hydroxyphenyl)-1-methylpropylamino]ethyl}benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*49745-95-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドブタミン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～ごくうすいだいだい色の結晶性の粉末又は粒である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したドブタミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

融点〈2.60〉　188～191℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水30mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／ギ酸混液(78：22：5)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に5分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びドブタミン塩酸塩標準品を乾燥し，その約0.1gずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ドブタミン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ドブタミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチルアミドの薄めたメタノール(1→2)溶液(1→125)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

リカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の酒石酸緩衝液／メタノール混液(7：3)

流量：ドブタミンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

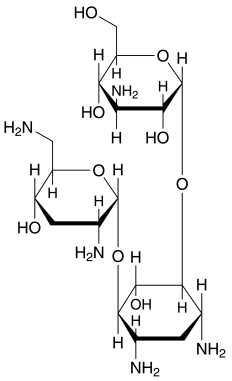
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドブタミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トブラマイシン

Tobramycin



$C_{18}H_{37}N_5O_9$：467.51

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,6-trideoxy-α-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine

[*32986-56-4*]

本品は，*Streptomyces tenebrarius*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1060μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，トブラマイシン($C_{18}H_{37}N_5O_9$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，ホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ5.1ppm付近に二重線のシグナルAを，δ2.6～4.0ppm付近に多重線のシグナルBを，δ1.0～2.1ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ1：8：2である．

（2）　本品及びトブラマイシン標準品10mgずつを水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液／1－ブタノール／メタノール混液(5：5：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，100℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋138～＋148°(脱水物に換算したもの1g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは9.5～11.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品80mgを薄めたアンモニア水(28)(1→250)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたアンモニア水(28)(1→250)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水(28)／エタノール(95)／2－ブタノン混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に110℃で10分間乾燥する．直ちに，これに水／次亜塩素酸ナトリウム試液混液(4：1)を噴霧した後，風乾し，更にヨウ化カリウムデンプン試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　11.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(0.5g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．

(iii)　標準溶液　トブラマイシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃で保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/L

リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

トブラマイシン注射液

Tobramycin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するトブラマイシン($C_{18}H_{37}N_5O_9$：467.51)を含む．

製法　本品は「トブラマイシン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～ごくうすい黄色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「トブラマイシン」10mg(力価)に対応する容量をとり，水を加えて1mLとし，試料溶液とする．別にトブラマイシン標準品10mg(力価)に対応する量を水1mLに溶かし，標準溶液とする．以下「トブラマイシン」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　5.0～7.0

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mg(力価)未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

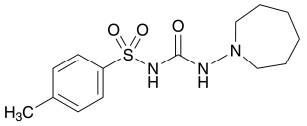
(ｉ)　試験菌，培地及び標準溶液は，「トブラマイシン」の定量法を準用する．

(ii)　試料溶液　本品5mLを正確に量り，1mL中に「トブラマイシン」1mg(力価)を含む液となるようにpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加える．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

トラザミド

Tolazamide



$C_{14}H_{21}N_3O_3S$：311.40

N-(Azepan-1-ylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide

[*1156-19-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラザミド($C_{14}H_{21}N_3O_3S$)97.5～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)又は*n*－ブチルアミンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約168℃(分解)．

確認試験

(１)　本品0.02gに水5mL及び*n*－ブチルアミン1mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2～3滴を加えてよく振り混ぜた後，クロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

(２)　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラザミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

(３)　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトラザミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

(１)　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

(２)　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

(３)　類縁物質　本品0.20gをアセトンに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．別に*p*－トルエンスルホンアミド20mgをアセトンに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／シクロヘキサン／薄めたアンモニア水(28)(10→11)混液(200：100：60：23)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これを110℃で10分間加熱し，直ちに塩素に2分間さらした後，薄層板の原線より下の部分にヨウ化カリウムデンプン試液1滴を滴加したとき極めて薄い青色を呈するまで冷風を当てる．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．

(４)　*N*－アミノヘキサメチレンイミン　本品0.50gにアセトン2.0mLを加え，密栓して15分間激しく振り混ぜた後，pH5.4のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液8.0mLを加えて振り混ぜ，15分間放置した後，ろ過する．ろ液に三ナトリウム五シアノアミン鉄(Ⅱ)試液1.0mLを加えて振り混ぜ，30分以内に現れる液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*－アミノヘキサメチレンイミン0.125gをアセト

ンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液2.0mLをとり，pH5.4のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液8.0mLを加えて振り混ぜ，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品及びトラザミド標準品を乾燥し，その約30mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トラザミド($C_{14}H_{21}N_3O_3S$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トラザミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　トルブタミドのエタノール不含クロロホルム溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／水飽和ヘキサン／テトラヒドロフラン／エタノール(95)／酢酸(100)混液(475：475：20：15：9)

流量：トラザミドの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

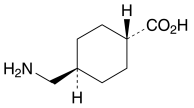
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トラザミドの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

トラネキサム酸

Tranexamic Acid



$C_8H_{15}NO_2$：157.21

trans-4-(Aminomethyl)cyclohexanecarboxylic acid

[*1197-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラネキサム酸標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.0～8.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（３）　重金属　本品2.0gを水に溶かして20mLとし，試料原液とする．試料原液12mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液2mLを加え，振り混ぜる．この液にチオアセトアミド試液1.2mLを加えて直ちに振り混ぜ，試料溶液とする．別に鉛標準液1mL，試料原液2mL及び水9mLの混液を用いて同様に操作し，標準溶液とする．また，水10mL及び試料原液2mLの混液を用いて同様に操作し，対照溶液とする．標準溶液の呈する色は，対照溶液よりわずかに濃いことを確認する．各溶液を調製した2分後に試料溶液及び標準溶液を比較するとき，試料溶液の呈する色は標準溶液より濃くない(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを水10mLに溶かして検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（５）　類縁物質　本品0.20gを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，トラネキサム酸に対する相対保持時間約1.5の試料溶液から得たピークの面積に1.2の感度係数を乗じた面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の2／5より大きくなく，トラネキサム酸に対する相対保持時間約2.1の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の1／5より大きくない．また，これらのピーク及びトラネキサム酸以外の試料溶液の各々のピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の1／5より大きくない．ただし，トラネキサム酸に対する相対保持時間約1.1のピークの面積には0.005の感度係数を乗じ，相対保持時間約1.3のピークの面積には0.006の感度係数を乗じる．また，試料溶液から得たトラネキサム酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラネキサム酸の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たトラネキサム酸のピーク面積が，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は7%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びトラネキサム酸標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径6.0mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム11.0gを水500mLに溶かし，トリエチルアミン5mL及びラウリル硫酸ナトリウム1.4gを加える．リン酸又はリン酸溶液(1→10)でpH2.5に調整した後，水を加えて600mLとする．この液にメタノール400mLを加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は0.6%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

トラネキサム酸カプセル

Tranexamic Acid Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$：157.21)を含む．

製法 本品は「トラネキサム酸」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「トラネキサム酸」0.5gに対応する量をとり，水50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，3分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約0.28mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 900$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

C：1カプセル中のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム11.0gを水500mLに溶かし，トリエチルアミン10mL及びラウリル硫酸ナトリウム1.4gを加える．この液にリン酸を加え，pH2.5に調整し，水を加えて600mLとする．この液にメタノール400mLを加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約0.1gに対応する量を精密に量り，水30mLを加え，よく振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，

標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約16分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トラネキサム酸錠

Tranexamic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$：157.21)を含む．

製法　本品は「トラネキサム酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トラネキサム酸」0.5gに対応する量をとり，水50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，3分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約5gに対応する量を精密に量り，水150mLを加え，超音波を用いて完全に崩壊させた後，水を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 100$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約16分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トラネキサム酸注射液

Tranexamic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$：157.21)を含む．

製法　本品は「トラネキサム酸」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「トラネキサム酸」50mgに対応する容量をとり，水を加えて5mLとし，ニンヒドリン試液1mLを加え，加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　7.0～8.0

エンドトキシン〈4.01〉　0.12EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約16分になるように調整する．

システム適合性

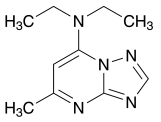
システムの性能：標準溶液5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

トラピジル

Trapidil



$C_{10}H_{15}N_5$：205.26

7-Diethylamino-5-methyl[1,2,4]triazolo[1,5-*a*]pyrimidine

[*15421-84-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラピジル($C_{10}H_{15}N_5$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又は酢酸(100)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)5mLにドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(307nm)：860～892(乾燥後，20mg，水，2500mL)．

融点〈*2.60*〉　101～105℃

純度試験

（1）　溶状　本品2.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.018%以下)．

（3）　アンモニウム　本品0.05gをとり，共栓三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液10滴を加えてよく湿潤させ，栓をする．これを37℃で15分間放置するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを水40mLに溶かし，希塩酸1.5mL，希酢酸2mL及び水を加え50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（6）　類縁物質　本品0.10gをメタノール4mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)／酢酸(100)混液(85：13：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に60分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

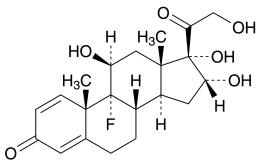
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.53mg $C_{10}H_{15}N_5$

貯法　容器　気密容器．

トリアムシノロン

Triamcinolone



$C_{21}H_{27}FO_6$：394.43

9-Fluoro-11β,16α,17,21-tetrahydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

[*124-94-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロン($C_{21}H_{27}FO_6$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はアセトンに溶けにくく，水，2－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約264℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1mgをエタノール(95)6mLに溶かし，2,6－ジー*t*－ブチルクレゾール試液5mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品0.01gに水5mL及びフェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトリアムシノロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロン標準品のそれぞれ0.1gずつに2－プロパノール／水混液(2：1)7mLを加え，加温して溶かす．これを氷冷し，析出した結晶をろ取し，水10mLで2回洗った後，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋65～＋71°(乾燥後，0.1g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，10mL，100mm)．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(0.5g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びトリアムシノロン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをL－アスコルビン酸のメタノール溶液(1→1000)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，L－アスコルビン酸のメタノール溶液(1→1000)を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

トリアムシノロン($C_{21}H_{27}FO_6$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トリアムシノロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチル15mgを，L－アスコルビン酸のメタノール溶液(1→1000)に溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリアムシノロンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比の相対標準偏差は1.5%以下である．

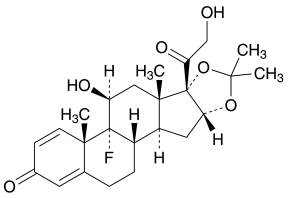
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トリアムシノロンアセトニド

Triamcinolone Acetonide



$C_{24}H_{31}FO_6$：434.50

9-Fluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione

[*76-25-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロンアセトニド($C_{24}H_{31}FO_6$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール(99.5)，アセトン又は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約290℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgをエタノール(95)40mLに溶かし，2,6－ジー*t*－ブチルクレゾール試液5mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で20分間加熱するとき，液は緑色を呈する．

（2）　本品0.01gに水5mL及びフェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリアムシノロンアセトニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトリアムシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品のそれぞれ0.1gずつにエタノール(95)20mLを加えて溶かした後，エタノールを蒸発し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：＋100～＋107°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下).

（2）　類縁物質　本品40mgをアセトン4mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(93：7)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g，白金るつぼ).

定量法　本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

トリアムシノロンアセトニド($C_{24}H_{31}FO_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トリアムシノロンアセトニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プレドニゾロンのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリアムシノロンアセトニドの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリアムシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比の相対標準偏差は1.0%以下である．

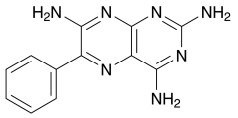
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トリアムテレン

Triamterene



$C_{12}H_{11}N_7$：253.26

6-Phenylpteridine-2,4,7-triamine

[*396-01-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)98.5%以上を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は，硝酸又は硫酸に溶けるが，希硝酸，希硫酸又は希塩酸に溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gに水10mLを加えて加熱し，冷後，ろ過するとき，ろ液は紫色の蛍光を発する．この液2mLに塩酸0.5mLを加えるとき，液の蛍光は消える．

（2）　(1)のろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品0.01gを酢酸(100)100mLに溶かす．この液10mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをジメチルスルホキシド20mLに溶かす．この液2mLにメタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸

エチル／アンモニア水(28)／メタノール混液(9：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，酢酸(100)100mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝12.66mg $C_{12}H_{11}N_7$

貯法　容器　密閉容器.

歯科用トリオジンクパスタ

Dental Triozinc Paste

本品は「パラホルムアルデヒド」，「チモール」，無水硫酸亜鉛及び「酸化亜鉛」を含む散剤と，「クレゾール」，「カリ石ケン」及び「グリセリン」を含む液剤とからなる．用時両者の適量を研和して使用する．

製法

（1）　散剤

パラホルムアルデヒド，細末	10g
チモール，細末	3g
硫酸亜鉛水和物	9g
酸化亜鉛	82g
全量	約100g

「硫酸亜鉛水和物」をあらかじめ約250℃で加熱して無水硫酸亜鉛とし，冷後，細末としてこれに「チモール」，「パラホルムアルデヒド」及び「酸化亜鉛」を均等に混和して製する．

（2）　液剤

クレゾール	40g
カリ石ケン	40g
グリセリン	20g
全量	100g

「カリ石ケン」を「クレゾール」及び「グリセリン」の混液に溶かして製する．

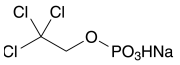
性状　散剤は白色微細の粉末で，特異なにおいがあり，液剤は黄褐色～赤褐色澄明濃稠の液で，クレゾールのにおいがある．

貯法　容器　気密容器.

トリクロホスナトリウム

Triclofos Sodium

リン酸トリクロルエチルナトリウム



$C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37

Monosodium 2,2,2-trichloroethyl monohydrogenphosphate

[*7246-20-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロホスナトリウム($C_2H_3Cl_3NaO_4P$)97.0～102.0%を含み，また，塩素(Cl：35.45)41.0～43.2%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

（2）　本品0.5gに硝酸10mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，更に直火で強熱する．残留物を水5mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品0.1gに無水炭酸ナトリウム1gを加え，10分間加熱する．冷後，残留物を水40mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.0～4.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.178%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　遊離リン酸　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液5mLずつを正確に量り，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLずつを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に25mLとし，20℃で30分間放置する．これらの液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長740nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン

酸の量は，1.0%以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の含量(%)＝1／M × A_T／A_S × 258.0

M：本品の秤取量(mg)

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，減圧，100℃，3時間).

定量法

（1） トリクロホスナトリウム　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，硫酸2mL及び硝酸2.5mLを加え，褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する．冷後，硝酸1mLを加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．この液を水150mLを用いてフラスコに移し，酸化モリブデン(Ⅲ)・クエン酸試液50mLを加え，穏やかに沸点まで加熱した後，かき混ぜながらキノリン試液25mLを徐々に加え，水浴上で5分間加熱する．冷後，沈殿をろ過し，更に洗液が酸性を呈しなくなるまで水洗した後，この沈殿を水100mLを用いてフラスコに移し，0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加えて溶かし，0.5mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン・チモールブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝4.834mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

（2） 塩素　本品を乾燥し，その約10mgを精密に量り，水酸化ナトリウム試液1mL及び水20mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉の塩素の定量操作法により試験を行う．

貯法　容器　気密容器.

トリクロホスナトリウムシロップ

Triclofos Sodium Syrup

リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するトリクロホスナトリウム($C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37)を含む．

製法　本品は「トリクロホスナトリウム」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.25gに対応する量をとり，水40mLを加え，よく振り混ぜた後，薄めた硫酸(3→50)5mLを加え，3－メチル－1－ブタノール25mLで抽出する．3－メチル－1－ブタノール抽出液5mLをとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物に薄めた硫酸(1→2)1mL及び過マンガン酸カリウム溶液(1→20)1mLを加え，水浴中で5分間加熱し，水7mLを加えた後，シュウ酸二水和物溶液(1→20)を液の色が消えるまで加える．この液1mLにピリジン1mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加え，水浴中で振り混ぜながら1分間加熱するとき，ピリジン層はうすい赤色を呈する．

（2） (1)で得た3－メチル－1－ブタノール抽出液10mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水炭酸ナトリウム1gを加え，10分間加熱する．冷後，残留物を水40mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　6.0～6.5

定量法　本品の「トリクロホスナトリウム」0.13gに対応する量を精密に量り，水15mL，水酸化ナトリウム試液1mL及びジエチルエーテル15mLを加えて，1分間振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層は水1mLで洗い，洗液は先の水層に合わせる．この液に薄めた硫酸(3→50)2.5mLを加え，3－メチル－1－ブタノール10mLずつで4回抽出する．全3－メチル－1－ブタノール抽出液を合わせ，3－メチル－1－ブタノールを加えて正確に50mLとする．この液10mL及び希水酸化カリウム・エタノール試液10mLを正確に量り，ガラスアンプルに入れ，融封した後混和する．これを高圧蒸気滅菌器を用いて120℃で2時間加熱する．冷後，内容物をフラスコに移し，薄めた硝酸(63→500)20mLを加える．次に0.02mol/L硝酸銀液25mLを正確に加えた後，よく振り混ぜ，過量の硝酸銀を0.02mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2～3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.02mol/L硝酸銀液1mL＝1.676mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

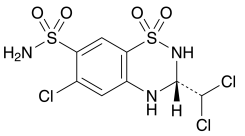
貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器.

トリクロルメチアジド

Trichlormethiazide



$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66

(3*RS*)-6-Chloro-3-dichloromethyl-3,4-dihydro-2*H*-1,2,4-benzothiadiazine-7-sulfonamide1,1-dioxide

[*133-67-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)97.5～102.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のアセトン溶液(1→50)は旋光性を示さない．

融点：約270℃(分解).

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(3→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同

様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.036%以下).

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLにアセトン30mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品0.6gをとり，第5法により検液を調製し，試験を行う．ただし，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを用いる(3.3ppm以下).

（5）　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間約0.3の4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの量は2.0%以下であり，類縁物質の総量は2.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めたリン酸(1→1000)混液(3：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5mLに水5mLを加え，60℃の水浴中で30分間加温する．冷後，この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの相対保持時間は，約0.3であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びトリクロルメチアジド標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液20mLずつを正確に加えて溶かす．この液1mLずつにアセトニトリルを加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　3－ニトロフェノールのアセトニトリル溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジドの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

トリクロルメチアジド錠

Trichlormethiazide Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66)を含む.

製法 本品は「トリクロルメチアジド」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」4mgに対応する量をとり，アセトン10mLを加え，5分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品4mgをアセトン10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール混液(10：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい.

純度試験 類縁物質 本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」10mgに対応する量をとり，アセトニトリル20mLを加え，15分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約0.3の4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの量は4.0%以下であり，トリクロルメチアジド以外のピークの合計量は5.0%以下である.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めたリン酸(1→1000)混液(3：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：「トリクロルメチアジド」25mgをアセトニトリル50mLに溶かす．この液1mLを量り，アセトニトリルを加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する.

システムの性能：システム適合性試験用溶液5mLに水5mLを加え，60℃の水浴中で30分間加温する．冷後，この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの相対保持時間は，約0.3であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.2以下である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，崩壊させる．トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)2mg当たり内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて25mLとし，15分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，1mL中にトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)約40μgを含む液となるように移動相を加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，アセトニトリル10mL及び薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times C \times 1/20$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の表示量(mg)

内標準溶液 3－ニトロフェノールのアセトニトリル溶液(1→5000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は75%

以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)約1.1μgを含む液となるように薄めたリン酸(1→50)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→50)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトリクロルメチアジドのピーク面積A_{Ta}及びA_{Sa}並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約0.3のピーク面積A_{Tb}を測定する．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times (A_{Ta} + 0.95A_{Tb}) / A_{Sa} \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：「トリクロルメチアジド」25mgをアセトニトリル50mLに溶かす．この液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとする．この液5mLに水5mLを加え，60℃の水浴中で30分間加温する．冷後，この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの相対保持時間は，約0.3であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)約2mgに対応する量を精密に量り，薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリル10mLを加え，15分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，移動相2mLを加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，アセトニトリル10mL及び薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 20$$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　3－ニトロフェノールのアセトニトリル溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジドの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

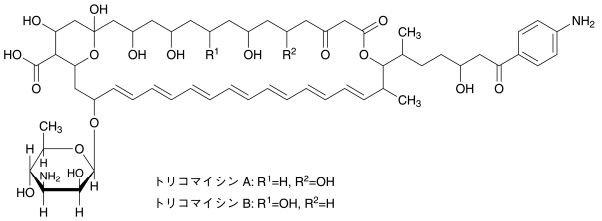
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トリコマイシン

Trichomycin

ハチマイシン



トリコマイシンA

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,9,11,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*12698-99-6*]

トリコマイシンB

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,7,9,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*12699-00-2*]

[*1394-02-1*，トリコマイシン]

本品は，*Streptomyces hachijoensis*の培養によって得られる抗真菌活性及び抗原虫活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり7000単位以上を含む．ただし，本品の力価は，トリコマイシンとしての量を単位で示し，その1単位はトリコマイシン0.05μgに対応する．

性状　本品は黄色～黄褐色の粉末である．

本品は水，エタノール(99.5)又はテトラヒドロフランにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は青色を呈し，放置するとき，液は青紫色に変わる．

（２）　本品1mgを水酸化ナトリウム溶液(1→200)50mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長359～365nm，378～384nm及び400～406nmに吸収の極大を示す．

成分含量比　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品10mgを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりトリコマイシンA及びトリコマイシンBのピーク面積を測定するとき，それぞれ20～40%及び15～25%である．ただし，トリコマイシンAに対するトリコマイシンBの相対保持時間は約1.2である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを水600mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル400mLに溶かす．

流量：トリコマイシンAの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：トリコマイシンAの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)を加えて正確に30mLとする．この液5μLから得たトリコマイシンAのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリコマイシンAのピーク面積の12～22%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリコマイシンA，トリコマイシンBの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリコマイシンAのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びトリコマイシン標準品約150000単位に対応する量を精密に量り，それぞれを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトリコマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トリコマイシンの量(単位)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：トリコマイシン標準品の秤取量(単位)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム15gを水120mLに溶かし，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1000mL及び

メタノール700mLを加える．

流量：トリコマイシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5mg及び塩化ベルベリン1mgを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，トリコマイシンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

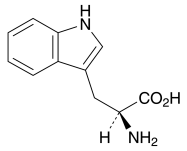
貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

L－トリプトファン

L-Tryptophan



$C_{11}H_{12}N_2O_2$：204.23

(2*S*)-2-Amino-3-(indol-3-yl)propanoic acid

[*73-22-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－トリプトファン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－30.0～－33.0°　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水20mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に25mLとし，層長100mmで測定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは5.4～6.4である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.20gを2mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸6mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)．

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gを水40mL及び希塩酸1mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)．

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

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（６）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに1mol/L塩酸試液3mL及び水2mLを加え，加熱して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（７）　類縁物質　本品0.30gを1mol/L塩酸試液1mLに溶かし，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.42mg $C_{11}H_{12}N_2O_2$

貯法

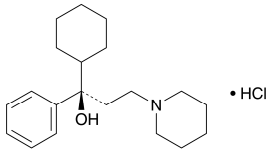
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩

Trihexyphenidyl Hydrochloride

塩酸トリヘキシフェニジル



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{31}NO$・HCl：337.93

(1*RS*)-1-Cyclohexyl-1-phenyl-3-(piperidin-1-yl)propan-1-ol monohydrochloride

[*52-49-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール(95)にやや溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約250℃(分解)．

確認試験

（1） 本品1gに水100mLを加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液5mLに2,4,6－トリニトロフェノールのクロロホルム溶液(1→50)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2） (1)の試料溶液20mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，少量の水で洗い，メタノールから再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は113～117℃である．

（3） (1)の試料溶液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは5.0～6.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水100mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.5gに水60mLを加え，80℃の水浴中で加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液40mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3） ピペリジルプロピオフェノン 本品0.10gをとり，水40mL及び1mol/L塩酸試液1mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長247nmにおける吸光度は0.50以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(1：1)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝33.79mg $C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩錠

Trihexyphenidyl Hydrochloride Tablets

塩酸トリヘキシフェニジル錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$：337.93)を含む．

製法 本品は「トリヘキシフェニジル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.1gに対応する量をとり，クロロホルム30mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に水10mLを加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液5mLにつき，「トリヘキシフェニジル塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.01gに対応する量をとり，クロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品0.02gをクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3） (1)の試料溶液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，希塩酸2mL及び水60mLを加え，10分間激しく振り混ぜて崩壊させた後，水浴上で時々振り混ぜながら，10分間加温する．冷後，メタノール2mLを加えた後，1mL中にトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)約20μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，必要ならば遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品(別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，希塩酸2mL及び水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液10mL及びクロロホルム15mLを正確に加え，密栓してよく振り混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層10mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長408nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 1000$

M_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液30mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正

確に量り，表示量に従い1 mL中にトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl)約2.2μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液20mLずつを正確に量り，それぞれに薄めた酢酸(31)(1→10)1mLを正確に加え，直ちにブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液5mLを加えて振り混ぜる．次にジクロロメタン10mLを正確に加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，水層を除き，ジクロロメタン層をとる．これらの液につき，ジクロロメタンを対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長415nmにおける吸光度A_T，A_S及びA_Bを測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times (A_T - A_B)/(A_S - A_B) \times V'/V \times 1/C \times 18$$

M_S：トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl)約5mgに対応する量を精密に量り，希塩酸2mL及び水60mLを加え，水浴上で時々振り混ぜながら10分間加温して溶かす．冷後，メタノール2mL及び水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品(別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，希塩酸2mL及び水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液10mL及びクロロホルム15mLを正確に加え，密栓してよく振り混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層10mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長408nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl)の量(mg)

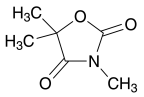
$$= M_S \times A_T/A_S \times 1/10$$

M_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

トリメタジオン

Trimethadione



$C_6H_9NO_3$：143.14
3,5,5-Trimethyl-1,3-oxazolidine-2,4-dione
[*127-48-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，カンフルようのにおいがある．

本品はエタノール(95)又はクロロホルムに極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)5mLに水酸化バリウム試液2mLを加えるとき，直ちに沈殿を生じる．

（2）　本品のクロロホルム溶液(1→50)を試料溶液とし，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により層長0.1mmの塩化ナトリウム製固定セルを用いて試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　45～47℃

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，6時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，エタノール(95)5mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，密栓して，時々振り混ぜながら15分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クレゾールレッド試液4滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝14.31mg $C_6H_9NO_3$

貯法

保存条件　30℃以下で保存する．
容器　気密容器．

トリメタジオン錠

Trimethadione Tablets

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するトリメタジオン($C_6H_9NO_3$：143.14)を含む．

製法　本品は「トリメタジオン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジオン」

1gに対応する量をとり，石油ベンジン10mLを加え，15分間しばしば振り混ぜた後，傾斜して石油ベンジンを除き，更に石油ベンジン10mLを加えて同じ操作を繰り返す．残留物にジエチルエーテル25mLを加えて20分間時々振り混ぜた後，ろ過し，室温でろ液を蒸発し，残留物をデシケーター(シリカゲル)で6時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は44～47℃である．また，このものにつき，「トリメタジオン」の確認試験(1)を準用する．

（２） (1)の残留物を乾燥させたもののクロロホルム溶液(1→50)を調製する．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の溶液法により，層長0.1mmの塩化ナトリウム製固定セルを用いて測定するとき，波数2960cm^{-1}，1814cm^{-1}，1735cm^{-1}，1445cm^{-1}，1394cm^{-1}，1290cm^{-1}，1100cm^{-1}及び1055cm^{-1}付近に吸収を認める．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)約1gに対応する量を精密に量り，エタノール(95)50mLを加え，還流冷却器を付け，15分間穏やかに煮沸し，温時ガラスろ過器(G4)を用いて100mLのメスフラスコにろ過する．残留物は温エタノール(95)10mLずつで3回洗い，洗液はメスフラスコに合わせ，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水25mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液30mLを正確に加え，密栓して，時々振り混ぜて15分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クレゾールレッド試液4滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝14.31mg $C_6H_9NO_3$

貯法

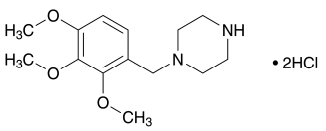
保存条件 30℃以下で保存する．

容器 気密容器．

トリメタジジン塩酸塩

Trimetazidine Hydrochloride

塩酸トリメタジジン



$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26

1-(2,3,4-Trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride

[*13171-25-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)98.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは2.3～3.3である．

融点：約227℃(分解)．

確認試験

（１） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→6250)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３） 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２） 類縁物質 本品0.2gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトリメタジジン以外のピークの面積は，標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のトリメタジジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.87gを水に溶かし1000mLとした液に，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整した液／メタノール混液(3：2)

移動相B：メタノール

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 50	95 → 75	5 → 25

流量：トリメタジジンの保持時間が約25分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメタジジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たトリメタジジンのピーク面積が，標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジンのピークの理論段数及

びシンメトリー係数は，それぞれ15000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.5%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.12gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，90～100℃で30分間加熱する．冷後，酢酸(100)45mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.96mg $C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl

貯法　容器　気密容器.

トリメタジジン塩酸塩錠

Trimetazidine Hydrochloride Tablets

塩酸トリメタジジン錠

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するトリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26)を含む．

製法　本品は「トリメタジジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジジン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，エタノール(95)／水混液(3：1)10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，水浴上で溶媒を留去し，残留物に水2mLを加えて振り混ぜる．この液1mLに*p*－ベンゾキノン試液1mLを加え，2～3分間穏やかに煮沸し，冷却するとき，液は赤色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)15mLを加え崩壊させた後，10分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液を遠心分離した後，トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)約0.75mgに対応する上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン(別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2V$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(7→40000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)約3.3μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする．この液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液3mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン(別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約17mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液3mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトリメタジジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量(mg)

C：1錠中のトリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)約3mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)15mLを加え，10分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン(別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，

0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(7→40000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール混液(17：3)

流量：トリメタジジンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

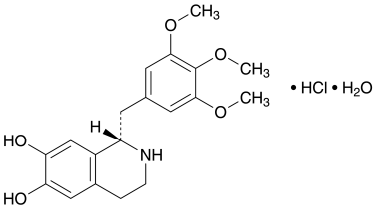
トリメトキノール塩酸塩水和物

Trimetoquinol Hydrochloride Hydrate

塩酸トリメトキノール

塩酸トレトキノール

トリメトキノール塩酸塩



$C_{19}H_{23}NO_5$・HCl・H_2O：399.87

(1*S*)-1-(3,4,5-Trimethoxybenzyl)-1,2,3,4-tetrahydroisoquinoline-6,7-diol monohydrochloride monohydrate

[*18559-59-6*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメトキノール塩酸塩($C_{19}H_{23}NO_5$・HCl：381.85)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

融点：約151℃(分解，ただし105℃で4時間減圧乾燥後)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16～－19°(脱水物に換算したもの0.25g，水，加温，冷後，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは4.5～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトリメトキノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のトリメトキノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2g及び1－ペンタンスルホン酸ナトリウム2gを水1000mLに溶かす．この液にリン酸を加えてpH2.8～3.2に調整した後，孔径0.4μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．ろ液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：トリメトキノールの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメトキノールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たトリメトキノールのピーク面積が，標準溶液のトリメトキノールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及び塩酸プロカイン1mgを移動相50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，トリメトキノールの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメトキノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.5～5.5%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，0.1mol/L塩酸2mL及びエタノール(99.5)70mLを加え，よくかき混ぜて溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．ただし，第一変曲点と第二変曲点の間の0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝38.19mg $C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$

貯法

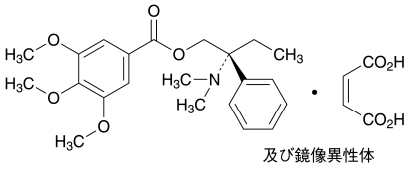
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

トリメブチンマレイン酸塩

Trimebutine Maleate

マレイン酸トリメブチン



$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$：503.54

(2*RS*)-2-Dimethylamino-2-phenylbutyl 3,4,5-trimethoxybenzoate monomaleate

[*34140-59-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメブチンマレイン酸塩($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又は酢酸(100)に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　131～135℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gを0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びトリメブチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の1／2より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸(17→20000)に酢酸アンモニウム溶液(1→1000)を加えてpH3.0に調整した液650mLに1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1gを加えて溶かす．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：トリメブチンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からトリメブチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たトリメブチンのピーク面積が，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の20～30%になることを確認する．

システムの性能：本品40mg及び塩酸イミプラミン20mgを0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメブチン，イミプラミンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメブチンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴). ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする. 同様の方法で空試験を行い，補正する.

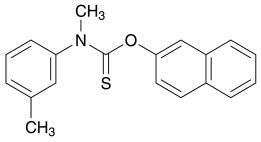
0.1mol/L過塩素酸1mL＝50.35mg $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　密閉容器.

トルナフタート

Tolnaftate

トルナフテート



$C_{19}H_{17}NOS$：307.41

O-Naphthalen-2-yl *N*-methyl-*N*-(3-methylphenyl)thiocarbamate

[*2398-96-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，においはない.

本品はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化カリウム・エタノール試液20mL及び水5mLを加え，還流冷却器を付け，3時間加熱する. 冷後，その10mLをとり，これに酢酸(100)2mLを加えた後，酢酸鉛(Ⅱ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，黒色の沈殿を生じる.

（2）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトルナフタート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトルナフタート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈2.60〉　111～114℃(乾燥後).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する. 冷後，硝酸5mL及び硫酸1mLを加え，白煙が生じるまで加熱する. 冷後，更に硝酸2mLを加え，白煙が生じるまで加熱する. 冷後，硝酸2mL及び過塩素酸0.5mLを加え，徐々に加熱し，白煙を生じさせる操作を2回行った後，白煙が生じなくなるまで加熱する. これを500～600℃で1時間強熱し，灰化する. 以下第2法により操作し，50mLの検液とし，試験を行う. 比較液は硝酸11mL，硫酸1mL，過塩素酸1mL及び塩酸2mLを加えて検液と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.50gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする. この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする. この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする. これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にトルエンを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する. これをヨウ素蒸気中に5分間放置した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，65℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　本品約2gを精密に量り，徐々に加熱して炭化させる. 次に硫酸1mLで潤し，白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し，更に450～550℃で約2時間強熱して恒量とするとき，残分は0.1%以下である.

定量法　本品及びトルナフタート標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれにメタノール200mLを加え，水浴中で加温して溶かし，冷後，メタノールを加えて正確に250mLとする. これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長257nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

トルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：トルナフタート標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

トルナフタート液

Tolnaftate Solution

トルナフテート液

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するトルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$：307.41)を含む.

製法　本品は「トルナフタート」をとり，液剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品1滴をろ紙にスポットする. これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を噴霧するとき，スポットは淡黄色を呈する.

（2）　本品の表示量に従い「トルナフタート」0.02gに対応

する容量をとり，クロロホルムを加えて10mLとし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品0.02gをクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

定量法　本品のトルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)約20mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更にクロロホルムを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品を65℃で3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約0.4gを精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更にクロロホルムを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトルナフタートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/20$

M_S：トルナフタート標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジフェニルのクロロホルム溶液(3→200)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(7：3)

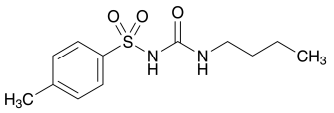
流量：トルナフタートの保持時間が約14分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トルナフタートの順に溶出し，その分離度が5以上のものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

トルブタミド

Tolbutamide



$C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35

N-(Butylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide

[*64-77-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.2gに薄めた硫酸(1→3)8mLを加え，還流冷却装置を付け，30分間煮沸する．この液を氷水中で冷却し，析出した結晶をろ取し，水から再結晶し，105℃で3時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は135～139℃である．

（2）　(1)のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→5)約20mLを加えてアルカリ性とし，加熱するとき，アンモニアようのにおいを発する．

融点〈2.60〉　126～132℃

純度試験

（1）　酸　本品3.0gに水150mLを加え，70℃で5分間加温した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　塩化物〈1.03〉　(1)のろ液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下)．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　(1)のろ液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.021%以下)．

（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール30mLに溶かし，水20mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝27.04mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

貯法　容器　密閉容器．

トルブタミド錠

Tolbutamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35)を含む．

製法　本品は「トルブタミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トルブタミド」0.5gに対応する量をとり，クロロホルム50mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物につき，「トルブタミド」の確認試験を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液にpH7.4のリン酸塩緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品

の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトルブタミド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノール10mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長226nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：トルブタミド標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)約0.5gに対応する量を精密に量り，中和エタノール50mLに溶かし，水25mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴).

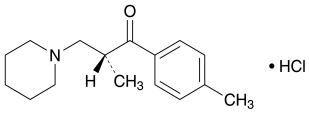
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝27.04mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

貯法　容器　密閉容器.

トルペリゾン塩酸塩

Tolperisone Hydrochloride

塩酸トルペリゾン



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$：281.82

(2*RS*)-2-Methyl-1-(4-methylphenyl)-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride

[*3644-61-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルペリゾン塩酸塩($C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある.

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である.

本品は吸湿性である.

融点：167～174℃

確認試験

（1）　本品0.2gをエタノール(95)2mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液2mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて加熱するとき，液は赤色を呈する.

（2）　本品の水溶液(1→20)5mLにヨウ素試液2～3滴を加えるとき，赤褐色の沈殿を生じる.

（3）　本品0.5gを水5mLに溶かし，アンモニア試液2mLを加えた後，ろ過する．ろ液5mLをとり，希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(257nm)：555～585(乾燥後，5mg，エタノール(95)，500mL).

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品4.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.005%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　塩酸ピペリジン　本品0.20gをとり，水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン20mgをとり，水に溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5.0mLずつを別々の分液漏斗にとり，それぞれに硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→20)0.1mLを加え，次にアンモニア水(28)0.1mLを加え，更にイソオクタン／二硫化炭素混液(3：1)10mLを正確に加えた後，30分間激しく振り混ぜる．静置後，直ちにイソオクタン／二硫化炭素混液層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水する．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長438nmにおける試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

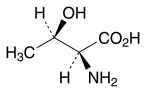
0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.18mg $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器.

L－トレオニン

L-Threonine

L－スレオニン



$C_4H_9NO_3$：119.12

(2*S*,3*R*)-2-Amino-3-hydroxybutanoic acid

[*72-19-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－トレオニン($C_4H_9NO_3$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－26.0～－29.0°(乾燥後，1.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは5.2～6.2である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

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

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

（５）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（６）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（７）　類縁物質　本品0.30gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.20%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.12gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

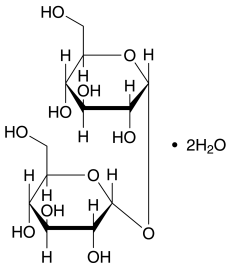
0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.91mg $C_4H_9NO_3$

貯法　容器　気密容器．

トレハロース水和物

Trehalose Hydrate

トレハロース



$C_{12}H_{22}O_{11}$・$2H_2O$：378.33

α-D-Glucopyranosyl α-D-glucopyranoside dihydrate

[*6138-23-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トレハロース($C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品の水溶液(2→5)1mLをとり，1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→20)5～6滴を加え，よく振り混ぜる．これに，硫酸2mLを穏やかに加えるとき，境界面は，紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→25)2mLをとり，希塩酸1mLを加え，室温で20分間放置する．この液に，水酸化ナトリウム試液4mL及びグリシン溶液(1→25)2mLを加え，水浴中で10分間加熱するとき，液は褐色を呈さない．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋197～＋201°(脱水物に換算したもの10g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品1gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)．

（２）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（３）　重金属〈1.07〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（４）　類縁物質　本品0.5gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトレハロースより前に

溶出する物質のピークの合計面積及び試料溶液のトレハロースより後に溶出する物質のピークの合計面積は，いずれも標準溶液のトレハロースのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：トレハロースの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確にとり，水を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たトレハロースのピーク面積が，標準溶液のトレハロースのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液5mLに水を加えて10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トレハロースのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（5）　デキストリン，溶性デンプン及び亜硫酸塩　本品1.0gを水10mLに溶かし，ヨウ素試液1滴を加えるとき，液は黄色を呈し，更にデンプン試液1滴を加えるとき，液は青色を呈する．

（6）　窒素　本品約5gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，0.005%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は30mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする．

水分〈*2.48*〉　9.0～11.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g).

定量法　本品及びトレハロース標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約0.2gを精密に量り，それぞれを水6mLに溶かし，内標準溶液2mLずつを正確に加えた後，水を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトレハロースのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トレハロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したトレハロース標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　グリセリン溶液(1→10)

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径8mm，長さ30cmのステンレス管に6μmのスチレン－ジビニルベンゼン共重合体にスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：80℃付近の一定温度

移動相：水

流量：トレハロースの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

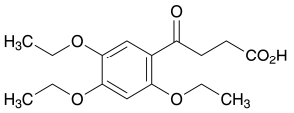
システムの性能：マルトトリオース及びブドウ糖0.1gずつを標準溶液10mLに溶かし，内標準溶液1mL及び水を加えて20mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，マルトトリオース，トレハロース，ブドウ糖，内標準物質の順に溶出し，マルトトリオースとトレハロースの分離度は1.5以上，トレハロースとブドウ糖の分離度は4以上，ブドウ糖と内標準物質の分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトレハロースのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

トレピブトン

Trepibutone



$C_{16}H_{22}O_6$：310.34

4-Oxo-4-(2,4,5-triethoxyphenyl)butanoic acid

[*41826-92-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はないか，又はわずかに特異なあと味がある．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→10)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.5ppm付近に鋭い多重線のシグナルAを，δ2.7ppm付近に三重線のシグナルBを，δ3.3ppm付近に三重線のシグナルCを，δ4.2ppm付近に多重線のシグナルDを，δ6.4ppm付近に鋭い単一線のシグナルEを，δ7.4ppm付近に鋭い単一線のシグナルFを，また，δ10.5ppm付近に単一線のシグナルGを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：D：E：F：Gはほぼ9：2：2：6：1：1：1である．

融点〈*2.60*〉　146～150℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン

30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下).

（2） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル／アセトン／水／ギ酸混液(100：30：3：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，水50mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝31.03mg $C_{16}H_{22}O_6$

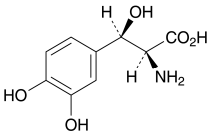
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ドロキシドパ

Droxidopa



$C_9H_{11}NO_5$：213.19

(2*S*,3*R*)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-3-hydroxypropanoic acid

[*23651-95-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける.

確認試験

（1） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－38～－43°(乾燥後，0.1g，0.1mol/L塩酸試液，20mL，100mm).

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品0.40gを希硝酸6mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下).

（2） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質　本品0.10gに0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，氷冷しながらかき混ぜて溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドロキシドパ以外のピークの面積は，標準溶液のドロキシドパのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0g及びリン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整する．この液930mLにアセトニトリル70mLを加える.

流量：ドロキシドパの保持時間が約5分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドロキシドパの保持時間の約12倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドロキシドパのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドロキシドパのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（5） 残留溶媒　別に規定する.

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，0.1mol/L過塩素酸20mLを正確に加えて溶かした後，酢酸(100)50mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定

〈2.50〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.32mg $C_9H_{11}NO_5$

貯法 容器 密閉容器.

ドロキシドパカプセル

Droxidopa Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$：213.19)を含む.

製法 本品は「ドロキシドパ」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，水50mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液は青紫色を呈する.

（2） 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドロキシドパ」20mgに対応する量をとり，薄めた酢酸(100)(1→500)20mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に淡褐色に変わる.

（3） 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，内容物を取り出し，0.1mol/L塩酸試液100mLを加え，よく振り混ぜた後，1mL中にドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約0.5mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する.

ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)
C：1カプセル中のドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，均一に混和する．ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

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

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器.

ドロキシドパ細粒

Droxidopa Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$：213.19)を含む.

製法 本品は「ドロキシドパ」をとり，顆粒剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，水50mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液は青紫色を呈する.

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「ドロキシドパ」20mgに対応する量をとり，薄めた酢酸(100)(1→500)20mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に淡褐色に変わる.

（３）　本品を粉末とし，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本品の表示量に従いドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約0.1gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品20g以上をとり，粉末とする．ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

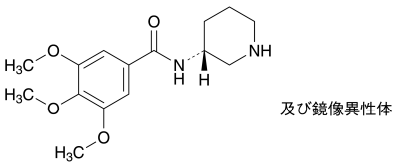
ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

トロキシピド

Troxipide



$C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35
3,4,5-Trimethoxy-*N*-[(3*RS*)-piperidin-3-yl]benzamide
[*30751-05-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→5)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトロキシピド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　177～181℃

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gをメタノール30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLにメタノール30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.009%以下)．

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，硫酸1mLで潤し，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，以下第2法により操作し，試験を行う．比較液は硫酸1mL，硝酸2mL及び塩酸2mLを水浴上で蒸発し，更に砂浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，以下検液の調製と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸エチル／水／ヘキサン

／アンモニア水(28)混液(20：20：5：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは3個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

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

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.44mg $C_{15}H_{22}N_2O_4$

貯法 容器 気密容器．

トロキシピド細粒

Troxipide Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35)を含む．

製法 本品は「トロキシピド」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「トロキシピド」20mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えてかき混ぜた後，ろ過する．ろ液4mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長256～260nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，0.1mol/L塩酸試液80mLを加えて10分間かき混ぜた後，1mL中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従いトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉 試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法 本品のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約0.5gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液200mLを加えて10分間かき混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に250mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)にジエチルアミンを加えてpH3.0に調整する．この液1500mLにメタノール100mL及びテトラヒドロフラン50mLを加える．

流量：トロキシピドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トロキシピド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

トロキシピド錠

Troxipide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35)を含む.

製法　本品は「トロキシピド」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トロキシピド」0.1gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液250mLを加え，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液4mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長256～260nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液90mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，更に10分間振り混ぜ，1mL中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約22μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液150mLを加え，30分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に250mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 40$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)1500mLにジエチルアミンを加えてpH3.0に調整した液1500mLに，メタノール100mL及びテトラヒドロフラン50mLを加える.

流量：トロキシピドの保持時間が約7分になるように調整する.

システム適合性

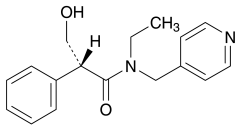
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トロキシピド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

トロピカミド

Tropicamide



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}N_2O_2$：284.35
(2*RS*)-*N*-Ethyl-3-hydroxy-2-phenyl-*N*-(pyridin-4-ylmethyl)propanamide
[*1508-75-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トロピカミド($C_{17}H_{20}N_2O_2$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品はエタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくく，石油エーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品1.0gを水500mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である．

確認試験

（1） 本品5mgにバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液(1→200)0.5mLを加え加熱するとき，青紫色を呈する．

（2） 本品5mgをエタノール(95)1mL及び水1mLに溶かし，1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.1gを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)2～3滴及びエタノール(95)3mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$(255nm)：166～180(乾燥後，5mg，2mol/L塩酸試液，200mL).

融点〈*2.60*〉 96～99℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品1.0gをエタノール(95)30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.45mLにエタノール(95)30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.016%以下).

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをエタノール(95)30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにエタノール(95)30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（3） *N*－エチル－γ－ピコリルアミン 本品0.10gに水5mLを加え，加熱して溶かし，アセトアルデヒド溶液(1→20)1mLを加えてよく振り混ぜ，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1～2滴及び炭酸水素ナトリウム試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈しない．

（4） トロパ酸 本品10mgに四ホウ酸ナトリウム十水和物5mg及び4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液7滴を加え，水浴中で3分間加熱し，氷水中で冷却した後，無水酢酸5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30%以下(1g，減圧，シリカゲル，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.44mg $C_{17}H_{20}N_2O_2$

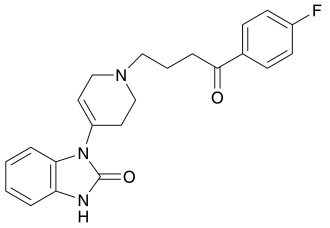
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ドロペリドール

Droperidol



$C_{22}H_{22}FN_3O_2$：379.43

1-{1-[4-(4-Fluorophenyl)-4-oxobutyl]-1,2,3,6-tetrahydropyridin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one

[*548-73-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドロペリドール($C_{22}H_{22}FN_3O_2$)98.0%以上を含む．

性状 本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品30mgを褐色のメスフラスコにとり，0.1mol/L塩酸試液10mL及びエタノール(95)に溶かし，100mLとする．この液5mLを褐色のメスフラスコにとり，0.1mol/L塩酸試液10mL及びエタノール(95)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときには，本品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物をデシケーター(減圧，シリカゲル，70℃)で4時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） 類縁物質 本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品50mgをジクロロメタン5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／クロロホルム／メタノール／pH4.7の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(54：23：18：5)を展開

溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　3.0%以下(0.5g，減圧，シリカゲル，70℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝37.94mg $C_{22}H_{22}FN_3O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トロンビン

Thrombin

本品はヒト又はウシの血液から製したプロトロンビンに，カルシウムイオンの存在で，トロンボプラスチンを作用させて製し，滅菌して凍結乾燥したものである．

本品は定量するとき，表示されたトロンビン単位の80～150%を含む．

本品1mgは10単位以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の無晶形の物質である．

本品500単位当たりの量を生理食塩液1.0mLに溶かすとき，1分間以内に澄明又はわずかに混濁して溶ける．

乾燥減量〈2.41〉　3%以下(50mg，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

無菌〈4.06〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

(i)　フィブリノーゲン溶液　フィブリノーゲン約30mgを精密に量り，生理食塩液3mLに溶かし，トロンビン約3単位を加えて，時々振り混ぜながら十分に凝固させ，析出した凝固物質を分取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水でよく洗い，105℃で3時間乾燥し，質量を量り，凝固物質のパーセント(%)を計算する．ここに得たパーセント(%)から別にフィブリノーゲンを凝固物質の量が0.20%になるように生理食塩液に溶かし，0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液(必要ならば，0.5mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を用いる)でpHを7.0～7.4に調整した後，0.10%となるように生理食塩液を加える．

(ii)　操作法　トロンビン標準品を生理食塩液に溶かし，この液1mL中に4.0，5.0，6.2及び7.5単位を含む4種の標準溶液を製する．あらかじめ20～30℃の間の任意の温度で±1℃に保った標準溶液0.10mLを内径10mm，長さ100mmの小試験管に正確に量り，これにあらかじめ同じ温度に保ったフィブリノーゲン溶液0.90mLをピペットを用いて吹き込み，同時に秒時計を動かし，穏やかに振り混ぜながら，最初にフィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する．4種の標準溶液につき，それぞれ5回ずつ測定を行い平均値を求める．ただし，5回の測定で，最大と最小との差が平均値の10%以上のときは，実験をやり直す．標準溶液の濃度は，凝固時間が14～60秒の範囲内で適当に変えてよい．測定は前記と同じ温度で行う．次に本品1容器中の全内容物の質量を精密に量り，これを生理食塩液に溶かし，1mLにつき，約5単位を含む液を製し，その0.10mLを用いて前記の操作を5回行い，凝固時間を測定し，平均値を求める．両対数グラフの横軸に単位を，縦軸に凝固時間をとり，4種の標準溶液による凝固時間の平均値をグラフ上にとり，検量線を作成する．この検量線を用いて試料溶液の凝固時間の平均値から単位数Uを読みとる．

本品1容器中の単位数＝$U \times 10 \times V$

V：本品1容器中の内容物を溶かしたmL数

別に内容物1mg当たりの単位数を算出する．

貯法

保存条件　10℃以下で保存する．

容器　密封容器．

有効期限　製造後36箇月．

豚脂

Lard

ADEPS SUILLUS

本品はブタ *Sus scrofa* Linné var. *domesticus* Gray (*Suidae*)の脂肪である．

性状　本品は白色の柔らかいなめらかな塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：36～42℃

脂肪酸の凝固点：36～42℃

酸価〈1.13〉　2.0以下．

けん化価〈1.13〉　195～203

ヨウ素価〈1.13〉　46～70

純度試験

(1)　水分及び着色度　本品5gを水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水分を分離析出しない．また，この液を10mmの層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

(2)　アルカリ　本品2.0gに水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．

(3)　塩化物　本品1.5gにエタノール(95)30mLを加え，還流冷却器を付け，10分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液20mLに硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸1.0mLにエタノール(95)を加えて20mLとし，硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加える．

(4)　牛脂　本品5gをジエチルエーテル20mLに溶かし，脱脂綿でゆるく栓をして20℃で18時間放置し，析出した結晶をとり，エタノール(95)に浸し，200倍で鏡検したとき，ひ

し形板状の結晶が不規則に集まったものを認めても，柱状又は針状の結晶が扇形に集まったものを認めない．

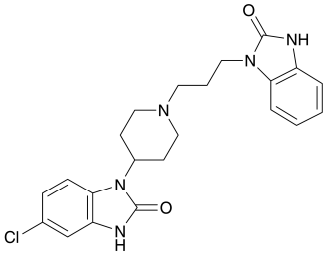
貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　密閉容器．

ドンペリドン

Domperidone



$C_{22}H_{24}ClN_5O_2$：425.91

5-Chloro-1-{1-[3-(2-oxo-2,3-dihydro-1*H*-benzoimidazol-1-yl)propyl]piperidin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one

[*57808-66-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドンペリドン($C_{22}H_{24}ClN_5O_2$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末又は粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，2－プロパノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約243℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の2－プロパノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品30mgをメタノール100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドンペリドン以外のピークの面積は，標準溶液のドンペリドンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のドンペリドン以外のピークの合計面積は，標準溶液のドンペリドンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：287nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水に溶かし，1000mLとした液に，リン酸2.31gを水に溶かし，1000mLとした液を加えてpH3.5に調整する．この液500mLにメタノール500mLを加える．

流量：ドンペリドンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドンペリドンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に5mLとする．この液10μLから得られたドンペリドンのピーク面積が，標準溶液のドンペリドンのピーク面積の30～50%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸エチル20mgをメタノール100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドンペリドン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドンペリドンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝42.59mg $C_{22}H_{24}ClN_5O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ナイスタチン

Nystatin

本品は，*Streptomyces noursei*の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり4600単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ナイスタチン($C_{47}H_{75}NO_{17}$：926.09)としての量を単位で示し，その1単位はナイスタチン($C_{47}H_{75}NO_{17}$)0.27μgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末である．

本品はホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールにやや

溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品1mgをとり，水5mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，2分間加熱した後，冷却する．この液に4－アミノアセトフェノンのメタノール溶液(1→200)3mL及び塩酸1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品10mgをとり，薄めたメタノール(4→5)／水酸化ナトリウム試液混液(200：1)50.25mLを加え，50℃以下で加温して溶かし，更に薄めたメタノール(4→5)を加えて500 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナイスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.3g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の2)を用いる．

（iii）　標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．ナイスタチン標準品を40℃で2時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約60000単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1mL中に3000単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に300単位及び150単位を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約60000単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1mL中に3000単位を含む液を調製し，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に300単位及び150単位を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

ナタネ油

Rape Seed Oil

OLEUM RAPAE

菜種油

本品はナタネ*Brassica campestris* Linné subsp. *napus* Hooker filius et Anderson var. *nippo-oleifera* Makino (*Cruciferae*)の種子から得た脂肪油である．

性状　本品は微黄色澄明のやや粘性の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくい．

比重　d_{25}^{25}：0.906～0.920

酸価〈*1.13*〉　0.2以下．

けん化価〈*1.13*〉　169～195

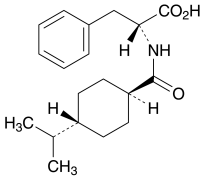
不けん化物〈*1.13*〉　1.5%以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　95～127

貯法　容器　気密容器．

ナテグリニド

Nateglinide



$C_{19}H_{27}NO_3$：317.42

N-[*trans*-4-(1-Methylethyl)cyclohexanecarbonyl]-D-phenylalanine

[*105816-04-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナテグリニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナテグリニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，別に規定する方法により再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－36.5～－40.0°(乾燥後，0.2g，希水酸化ナトリウム試液，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.25gをアセトニトリル20mLに溶かす．この液4mLに移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に

50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のナテグリニド以外のピークの面積は，標準溶液のナテグリニドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナテグリニドの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナテグリニドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナテグリニドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.2%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に20mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液550mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLを加える．

流量：ナテグリニドの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナテグリニドの順に溶出し，その分離度は19以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

ナテグリニド錠

Nateglinide Tablets

本品は定量するとき，表示量の96.0～104.0%に対応するナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$：317.42)を含む.

製法 本品は「ナテグリニド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ナテグリニド」20mgに対応する量をとり，メタノール20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長246～250nm，251～255nm，257～261nm及び262～266nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整した液10mLを加え，振り混ぜて崩壊させ，超音波処理により粒子を小さく分散させる．内標準溶液$3V/50$ mLを正確に加え，アセトニトリル$3V/5$ mLを加えて10分間振り混ぜ，1mL中にナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)約0.6mgを含む液となるようにアセトニトリルを加えてV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液8mLに移動相を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に10mLとする．この液6mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとする．この液8mLに移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 3V/250$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→250)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナテグリニドの順に溶出し，その分離度は19以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，30mg錠の45分間及び90mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)約33μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約33mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のナテグリニドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナテグリニドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナテグリニドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個をとり，0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整した液V／5 mLを加え，振り混ぜて崩壊させ，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，アセトニトリルV／2 mL及び内標準溶液V／10 mLを正確に加え，10分間振り混ぜる．1mL中にナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)約6mgを含む液となるようにアセトニトリルを加えてV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液4mLに移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約60mgを精密に量り，内標準溶液1mLを正確に加えた後，アセトニトリルに溶かし，10mLとする．この液4mLに移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$

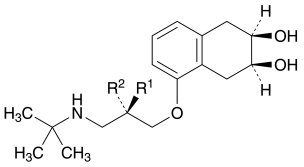
M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(3→125)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える．
流量：ナテグリニドの保持時間が約10分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナテグリニドの順に溶出し，その分離度は19以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ナドロール

Nadolol



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{27}NO_4$：309.40
R^1＝OH，R^2＝H
(2*RS*,3*SR*)-5-{(2*RS*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1,2,3,4-tetrahydronaphthalene-2,3-diol
R^1＝H，R^2＝OH
(2*RS*,3*SR*)-5-{(2*SR*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1,2,3,4-tetrahydronaphthalene-2,3-diol
[*42200-33-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナドロール($C_{17}H_{27}NO_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄褐白色の結晶性の粉末である．
本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水又はクロロホルムに溶けにくい．
本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．
融点：約137℃

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1585cm^{-1}，1460cm^{-1}，1092cm^{-1}，935cm^{-1}及び770cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2） 類縁物質 本品0.5gをメタノール／クロロホルム混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び対照液としてメタノール／クロロホルム混液(1：1)100μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した厚さ0.25mmの薄層板に，原線に沿って約10mmの間隔で，それぞれ長さ25mmにスポットする．次にアセトン／クロロホルム／薄めたアンモニア試液(1→3)混液(8：1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射し，試料溶液の主スポット及び主スポット以外のスポットの位置を確認する．次に試料溶液の主スポット部分及び主スポット以外のスポット部分のシリカゲルをかきとり，主スポット部分にはエタノール(95)30mL，主スポット以外のスポット部分にはエタノール(95)10mLを正確に加えて60分間振り混ぜた後，遠心分離する．これらの上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，波長278nmにおける吸光度を測定する．別に対照液の試料溶液の主スポットに対応する部分及び主スポット以外のスポット部分に対応する部分をそれぞれかきとり，以下同様に操作し空試験を行い，補正する．次式により類縁物質の量を計算するとき，その量は2.0%以下である．

類縁物質の量(%)＝A_b／(A_b＋3A_a) × 100

A_a：補正した主スポット部分から得られた吸光度
A_b：補正した主スポット以外のスポット部分から得られた吸光度

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

異性体比 本品0.01gをとり，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により，波数1585cm^{-1}付近の吸収帯の透過率が25～30%の範囲になるように調製し，1600～1100cm^{-1}における赤外吸収スペクトルを測定する．得られた赤外吸収スペクトルから波数1265cm^{-1}付近(ラセミ体A)及び1250cm^{-1}付近(ラセミ体B)における透過率T_{1265}及びT_{1250}を読み取り，それぞれの吸光度A_{1265}及びA_{1250}を求めるとき，A_{1265}／A_{1250}は0.72～1.08である．

定量法 本品を乾燥し，その約0.28gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

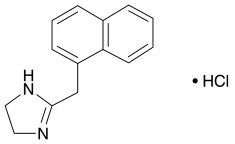
0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.94mg $C_{17}H_{27}NO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

ナファゾリン塩酸塩

Naphazoline Hydrochloride
塩酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2$・HCl：246.74
2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monohydrochloride
[*550-99-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン塩酸塩($C_{14}H_{14}N_2$・HCl)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：255～260℃(分解)．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)10mLに臭素試液5mLを加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液(1→100)30mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，ジエチルエーテル25mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を80℃で1時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は117～120℃である．

（3） (2)の残留物0.02gに希塩酸2～3滴及び水5mLを加えて溶かし，ライネッケ塩試液2mLを加えるとき，赤紫色の結晶性の沈殿を生じる．

（4） 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉 本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／

酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.67mg $C_{14}H_{14}N_2$・HCl

貯法

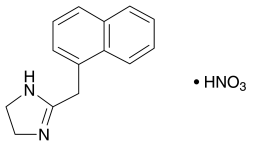
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ナファゾリン硝酸塩

Naphazoline Nitrate

硝酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3：273.29

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole mononitrate

[*5144-52-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに臭素試液5mLを加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→100)20mLに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ジエチルエーテル25mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を80℃で1時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は117～120℃である．

（3）　本品の水溶液(1→20)は硝酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.1gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

融点〈2.60〉　167～170℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.33mg $C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ナファゾリン・クロルフェニラミン液

Naphazoline and Chlorpheniramine Solution

本品は定量するとき，ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3：273.29)0.045～0.055w/v%及びクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$：390.86)0.09～0.11w/v%を含む．

製法

ナファゾリン硝酸塩	0.5g
クロルフェニラミンマレイン酸塩	1g
クロロブタノール	2g
グリセリン	50mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品20mLに水酸化カリウム溶液(7→10)2mL及びピリジン5mLを加え，100℃で5分間加熱するとき，液は赤色を呈する(クロロブタノール)．

（2）　本品10mLを共栓試験管にとり，エタノール(95)10mL，水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化銅(Ⅱ)二水和物のエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加え，振り混ぜるとき，液は青色を呈する(グリセリン)．

（3）　本品20mLに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，ジエチルエーテル層を分取する．この液5mLをとり，溶媒を留去し，残留物をメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別に硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品0.01gずつをそれぞれメタノール10mL及び5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アセトン／アンモニア水(28)混液(73：15：10：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポット並びにそれらに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定量法　本品4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に

105℃で2時間乾燥した定量用硝酸ナファゾリン約50mg及び105℃で3時間乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品約0.1gをそれぞれ精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に水を加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク高さに対するナファゾリン及びクロルフェニラミンのピーク高さの比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するナファゾリン及びクロルフェニラミンのピーク高さの比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$)の量(mg)
$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/25$
クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/25$

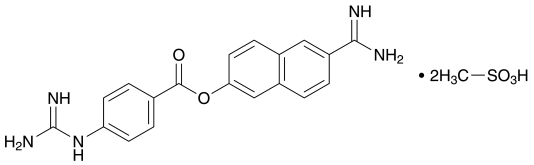
M_{Sa}：定量用硝酸ナファゾリンの秤取量(mg)
M_{Sb}：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　エテンザミドのメタノール溶液(1→1000)
操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：アセトニトリル／ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液(1→500)混液(1：1)
流量：クロルフェニラミンの保持時間が約10分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナファゾリン，クロルフェニラミンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ナファモスタットメシル酸塩

Nafamostat Mesilate
メシル酸ナファモスタット



$C_{19}H_{17}N_5O_2 \cdot 2CH_4O_3S$：539.58
6-Amidinonaphthalen-2-yl 4-guanidinobenzoate bis(methanesulfonate)
[*82956-11-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファモスタットメシル酸塩($C_{19}H_{17}N_5O_2 \cdot 2CH_4O_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．
本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．
融点：約262℃(分解)．

確認試験
（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品0.1gはメシル酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．
ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.7～5.7である．

純度試験
（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（3）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のナファモスタット以外のピークの面積は，標準溶液のナファモスタットのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のナファモスタット以外のピークの合計面積は，標準溶液のナファモスタットのピーク面積より大きくない．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム6.07gを薄めた酢酸(100)(3→500)1000mLに溶かす．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．
流量：ナファモスタットの保持時間が約7分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からナファモスタットの保持時間の約4倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液15mLを正確に量り，

移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たナファモスタットのピーク面積が，標準溶液のナファモスタットのピーク面積の1.1～1.9%になることを確認する．

システムの性能：本品0.1gを移動相に溶かし，100mLとする．この液10mLを量り，移動相を加えて100mLとする．この液5mLに6－アミジノ－2－ナフトールメタンスルホン酸塩の移動相溶液(1→20000)5mLを加えた液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，6－アミジノ－2－ナフトール，ナファモスタットの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナファモスタットのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

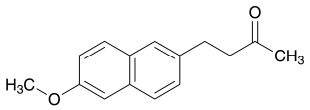
定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，ギ酸4mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.98mg $C_{19}H_{17}N_5O_2 \cdot 2CH_4O_3S$

貯法　容器　気密容器.

ナブメトン

Nabumetone



$C_{15}H_{16}O_2$：228.29

4-(6-Methoxynaphthalen-2-yl)butan-2-one

[*42924-53-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→30000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナブメトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　79～84℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品20mgをアセトニトリル20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の類縁物質Gのピーク面積は，標準溶液のナブメトンのピーク面積の3／5倍より大きくなく，ナブメトン及び類縁物質G以外のピークの面積は，標準溶液のナブメトンのピーク面積の1／5倍より大きくない．また，試料溶液のナブメトン以外のピークの合計面積は，標準溶液のナブメトンのピーク面積の1.6倍より大きくない．ただし，ナブメトンのピークに対する相対保持時間約0.73，0.85，0.93，1.2，1.9，2.6及び2.7の類縁物質A，B，C，D，E，F及びGのピーク面積はそれぞれ感度係数0.12，0.94，0.25，0.42，1.02，0.91及び0.1を乗じて補正する．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相A：水／酢酸(100)混液(999：1)

移動相B：アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(7：3)

移動相の送液：移動相A及びBの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 12	60	40
12 ～ 28	60 → 20	40 → 80

流量：毎分1.3mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナブメトンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たナブメトンのピーク面積が，標準溶液のナブメトンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナブメトンのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　0.2%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びナブメトン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉

により試験を行い，それぞれの液のナブメトンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したナブメトン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／酢酸(100)混液(999：1)600mLにアセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(7：3)400mLを加える．

流量：ナブメトンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナブメトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナブメトンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ナブメトン錠

Nabumetone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$：228.29)を含む．

製法 本品は「ナブメトン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ナブメトン」80mgに対応する量をとり，メタノール50mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液1mLをとり，メタノールを加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長259～263nm，268～272nm，316～320nm及び330～334nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉 試験液にポリソルベート80 3gに水を加えて100mLとした液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)約89μgを含む液となるように，エタノール(99.5)20mLに試験液を加えて50mLとした液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にナブメトン標準品(別途「ナブメトン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール(99.5)20mLに試験液を加えて50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長331nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 360$

M_S：脱水物に換算したナブメトン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)約0.2gに対応する量を精密に量り，水10mLを加えて振り混ぜ，メタノール40mLを加えて30分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にナブメトン標準品(別途「ナブメトン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約40mgを精密に量り，メタノール50mL及び内標準溶液を正確に20mL加えて溶かした後，メタノールを加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナブメトンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したナブメトン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.12gをメタノールに溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(550：450：1)

流量：ナブメトンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

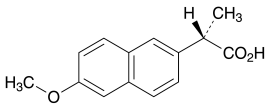
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナブメトン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は13以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するナブメトンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

ナプロキセン

Naproxen



$C_{14}H_{14}O_3$：230.26

(2*S*)-2-(6-Methoxynaphthalen-2-yl)propanoic acid

[*22204-53-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナプロキセン($C_{14}H_{14}O_3$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はクロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gをメタノール5mLに溶かし，水5mLを加えた後，ヨウ化カリウム試液2mL及びヨウ素酸カリウム溶液(1→100)5mLを加えて振り混ぜるとき，液は黄色～黄褐色を呈する．これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→300)1mLに過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液4mL及び*N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液1mLを加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に20分間放置する．冷後，過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋63.0～＋68.5°(乾燥後，0.1g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　154 ～ 158℃

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gをアセトン20mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.070以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをエタノール(99.5)／クロロホルム混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，エタノール(99.5)／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジクロロメタン／テトラヒドロフラン／酢酸(100)混液(50：30：17：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(4→5)100mLを加え，必要ならば穏やかに加温して溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝23.03mg $C_{14}H_{14}O_3$

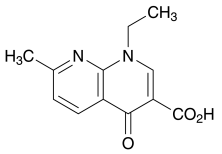
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ナリジクス酸

Nalidixic Acid



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

1-Ethyl-7-methyl-4-oxo-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid

[*389-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナリジクス酸($C_{12}H_{12}N_2O_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉 225～231℃

純度試験

（１） 塩化物〈1.03〉 本品2.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加温した後，急冷してろ過する．ろ液25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.35mLを加える(0.012%以下).

（２） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３） 類縁物質 本品20mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液20mLに溶かす．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のナリジクス酸以外のピークの面積は，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のナリジクス酸以外のピークの合計面積は標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物6.24gを水950mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.8に調整し，水を加えて1000mLとする．この液300mLにメタノール200mLを加える．

流量：ナリジクス酸の保持時間が約19分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナリジクス酸の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たナリジクス酸のピーク面積が，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の40～60%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル25mgを水／メタノール混液(1：1)100mLに溶かした液1mLに，水を加えて10mLとする．この液5mLに標準溶液5mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ナリジクス酸の順に溶出し，その分離度は13以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナリジクス酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.20%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法).別に*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに水／メタノール混液(89：11)13mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

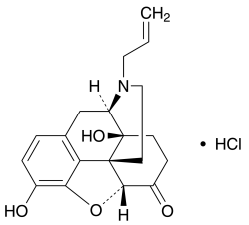
0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝23.22mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯法 容器 気密容器.

ナロキソン塩酸塩

Naloxone Hydrochloride

塩酸ナロキソン



$C_{19}H_{21}NO_4$・HCl：363.84

(5*R*,14*S*)-17-Allyl-4,5-epoxy-3,14-dihydroxymorphinan-6-one monohydrochloride

[*357-08-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ナロキソン塩酸塩($C_{19}H_{21}NO_4$・HCl)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は吸湿性である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（３） 本品の水溶液(1→50)は，塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：－170～－181°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，10mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

純度試験 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用い

て速やかに行う．本品0.08gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア飽和1－ブタノール試液／メタノール混液(20：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは1個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下[0.1g，105℃，5時間，放冷にはデシケーター(酸化リン(V))を用いる].

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.1g).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.38mg $C_{19}H_{21}NO_4$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

白色軟膏

White Ointment

製法

サラシミツロウ	50g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	20g
白色ワセリン	適量
全量	1000g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

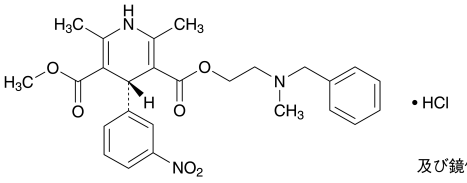
性状　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

貯法　容器　気密容器.

ニカルジピン塩酸塩

Nicardipine Hydrochloride

塩酸ニカルジピン



及び鏡像異性体

$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99

2-[Benzyl(methyl)amino]ethyl methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride

[*54527-84-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品はわずかに緑みを帯びた黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又は無水酢酸に溶けにくい.

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品0.02gに水10mL及び硝酸3mLを加えて溶かした液は，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　167～171℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸溶液(43→50000)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ニカルジピンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品及びニフェジピン2mgずつを移動

相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，ニフェジピンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は3%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約0.9gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.60mg $C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ニカルジピン塩酸塩注射液

Nicardipine Hydrochloride Injection

塩酸ニカルジピン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99)を含む．

製法　本品は「ニカルジピン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」1mgに対応する容量をとり，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長235～239nm及び351～355nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　3.0～4.5

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」5mgに対応する容量を量り，移動相を加えて10mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　8.33EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)約2mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ニカルジピンを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：定量用塩酸ニカルジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジ－*n*－ブチルのメタノール溶液(1→625)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし，1000mLとする．この液320mLにメタノール680mLを加える．

流量：ニカルジピンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

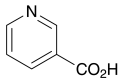
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ニコチン酸

Nicotinic Acid



$C_6H_5NO_2$：123.11

Pyridine-3-carboxylic acid

[*59-67-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸($C_6H_5NO_2$)99.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品5mgに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを混ぜ，5～6秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品0.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

融点〈*2.60*〉　234～238℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに希塩酸3mL及び水を加えて溶かし50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする(0.019%以下)．

（4）　ニトロ化合物　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液8mL及び水を加えて溶かし20mLとするとき，液の色は色の比較液Aより濃くない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，1時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.31mg $C_6H_5NO_2$

貯法　容器　密閉容器．

ニコチン酸注射液

Nicotinic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～110.0%に対応するニコチン酸($C_6H_5NO_2$：123.11)を含む．

製法　本品は「ニコチン酸」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加えることができる．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：5.0～7.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ニコチン酸」0.1gに対応する容量をとり，希塩酸0.3mLを加えた後，水浴上で濃縮して2mLとする．冷後，析出した結晶をろ取し，少量の氷冷した水で，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は234～238℃である．また，このものにつき，「ニコチン酸」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)の乾燥した結晶0.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長261～263nmに吸収の極大を示し，235～239nmに吸収の極小を示す．また，この液の吸収極大の波長における吸光度をA_1，吸収極小の波長における吸光度をA_2とするとき，A_2/A_1は0.35～0.39である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　3.0EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のニコチン酸($C_6H_5NO_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にニコチン酸標準品を105℃で1時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニコチン酸($C_6H_5NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ニコチン酸標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　カフェインの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gをpH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(4：1)に溶かし，1000mLとする．

流量：カフェインの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

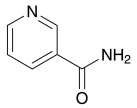
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器.

ニコチン酸アミド

Nicotinamide



$C_6H_6N_2O$：122.12

Pyridine-3-carboxamide

[*98-92-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)98.5～102.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい.

確認試験

（1）　本品5mgに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを混ぜ，5～6秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は赤色を呈する.

（2）　本品0.02gに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，注意して煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する.

（3）　本品0.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸アミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～7.5である.

融点〈*2.60*〉　128～131℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

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

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（5）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びニコチン酸アミド標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを水3mLに溶かした後，それぞれに移動相を加えて正確に100mLとする．この液8mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，内標準溶液5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸アミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥したニコチン酸アミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ニコチン酸溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水に溶かし，1000mLとする．この液700mLにメタノール300mLを加える.

流量：ニコチン酸アミドの保持時間が約7分になるように調整する.

システム適合性

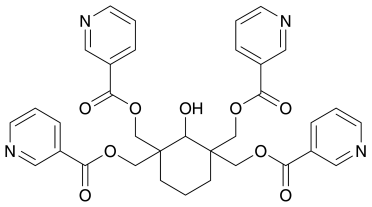
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニコチン酸アミドの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸アミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

ニコモール

Nicomol



$C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64

(2-Hydroxycyclohexane-1,1,3,3-tetrayl)tetramethyl tetranicotinate

[*27959-26-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.02gを混ぜ，希エタノール2mLを加えて水浴中で5分間加熱し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品0.1gを希塩酸5mLに溶かし，ライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　181～185℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，5分間振り混ぜてろ過し，ろ液25mLに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.60mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.6gを希硝酸15mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに希硝酸15mL及び水を加えて50mLとする(0.024%以下)．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（6）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／エタノール(95)／アセトニトリル／酢酸エチル混液(5：3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液40mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて10分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.25mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝80.08mg $C_{34}H_{32}N_4O_9$

貯法　容器　気密容器．

ニコモール錠

Nicomol Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64)を含む．

製法　本品は「ニコモール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニコモール」0.5gに対応する量をとり，クロロホルム20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ニコモール」の確認試験(1)及び(2)を準用する．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)約18μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを105℃で4時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用ニコモールの秤取量(mg)

C：1錠中のニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)約1gに対応する量を精密に量り，1mol/L塩酸試液100mLを加え，よく振り混ぜ，水を加えて正確に500mLとし，ろ過する．初めのろ液50mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液50mL及び水を加えて正確に250mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを105℃で4時間乾燥し，その約80mgを精密に量り，1mol/L塩酸試液50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液20mL及び水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

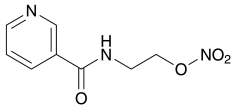
ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 25 / 2$

M_S：定量用ニコモールの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

ニコランジル

Nicorandil



$C_8H_9N_3O_4$：211.17

N-[2-(Nitrooxy)ethyl]pyridine-3-carboxamide

[*65141-46-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ニコランジル($C_8H_9N_3O_4$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶である.

本品はメタノール，エタノール(99.5)，酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい.

融点：約92℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

純度試験

（1）　硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gを希エタノール20mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mL，希エタノール20mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.010%以下).

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ニコランジルに対する相対保持時間約0.86の*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステルのピーク面積はニコランジルのピーク面積の0.5%以下，それ以外のそれぞれのピークの面積は0.1%未満，ニコランジル及び*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル以外のピークの合計面積は全ピーク面積の0.25%以下である.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／トリエチルアミン／トリフルオロ酢酸混液(982：10：5：3)

流量：ニコランジルの保持時間が約18分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニコランジルの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に500mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たニコランジルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニコランジルのピーク面積の2～8%になることを確認する.

システムの性能：*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル10mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液1mLをとり，試料溶液10mLを加えた液につき，上記の条件で操作するとき，*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル，ニコランジルの順に溶出し，その分離度は3.0以上である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニコランジルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

水分〈2.48〉　0.1%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.12mg $C_8H_9N_3O_4$

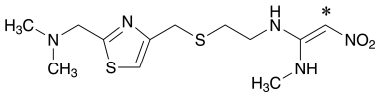
貯法

保存条件　2～8℃で保存する．

容器　気密容器．

ニザチジン

Nizatidine



及びC*位置異性体

$C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$：331.46

(1*EZ*)-*N*-{2-[({2-[(Dimethylamino)methyl]thiazol-4-yl}methyl)sulfanyl]ethyl}-*N*′-methyl-2-nitroethene-1,1-diamine

[*76963-41-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニザチジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したニザチジン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　130～135℃(乾燥後)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える．ただし，硫酸3mLを用いる(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相A／移動相B混液(19：6)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相A／移動相B混液(19：6)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニザチジン以外のピークの面積は標準溶液のニザチジンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のニザチジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニザチジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：酢酸アンモニウム5.9gを水760mLに溶かし，ジエチルアミン1mLを加えた後，酢酸(100)を加えてpH7.5に調整する．

移動相B：メタノール

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 3	76	24
3 ～ 20	76 → 50	24 → 50
20 ～ 45	50	50

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニザチジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相A／移動相B混液(19：6)を加えて正確に25mLとする．この液50μLから得たニザチジンのピーク面積が，標準溶液のニザチジンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニザチジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ20000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニザチジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，100℃，1時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びニザチジン標準品を乾燥し，その約15mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれのニザチジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム5.9gを水760mLに溶かし，ジエチルアミン1mLを加えた後，酢酸(100)でpH7.5に調整する．この液にメタノール240mLを加える．

流量：ニザチジンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニザチジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ニザチジンカプセル

Nizatidine Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$：331.46)を含む.

製法 本品は「ニザチジン」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「ニザチジン」50mgに対応する量をとり，メタノール50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，メタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長239～244nm及び波長323～327nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個の内容物を取り出し，1mL中にニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)約1.5mgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フェノールの移動相溶液(1→100)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にニザチジン標準品を100℃で1時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長314nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

C：1カプセル中のニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の表示量(mg)

定量法 本品10個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)約0.15gに対応する量を精密に量り，移動相50mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にニザチジン標準品を100℃で1時間乾燥し，その約15mgを精密に量り，移動相30mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニザチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フェノールの移動相溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム5.9gを水760mLに溶かした後，ジエチルアミン1mLを加え，酢酸(100)でpH7.5に調整する．この液にメタノール240mLを加える.

流量：ニザチジンの保持時間が約10分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニザチジンの順に溶出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニザチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法 容器 気密容器.

二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO_2：44.01

[*124-38-9*]

本品は定量するとき，二酸化炭素(CO_2)99.5vol%以上を含む.

性状 本品は室温，大気圧下においては無色のガスで，におい

はない．

本品1mLは水1mLに溶け，微酸性である．

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで1.978gである．

確認試験

（1）　本品100mLを二酸化炭素測定用検知管に通じるとき，それぞれの検知管に定められた色調に変色する．ただし，二酸化炭素測定用検知管は，測定値の上限が10%以上のものを用いる．

（2）　本品を水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿を分取し，酢酸(31)を加えるとき，泡立って溶ける．

純度試験

（1）　酸　新たに煮沸して冷却した水50mLをネスラー管に入れ，口径約1mmのガス導入管の先端を管底から2mmに位置し，本品1000mLを15分間で通じた後，メチルオレンジ試液0.10mLを加えるとき，液の赤色は次の比較液より濃くない．

比較液：新たに煮沸して冷却した水50mLをネスラー管に入れ，メチルオレンジ試液0.10mL及び0.01mol/L塩酸1.0mLを加える．

（2）　リン化水素，硫化水素及び有機還元性物質　2本のネスラー管A及びBにそれぞれ硝酸銀・アンモニア試液25mL及びアンモニア試液3mLを加え，A液及びB液とする．A液に本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき，A液の混濁又は着色はB液のものと同じである．

（3）　一酸化炭素　本品の規定量を一酸化炭素測定用検知管に通じるとき，一酸化炭素濃度は15ppm未満である．ただし，通気する本品の量(mL)は，それぞれの検知管により定められる．

定量法　適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液(1→2)125mLを入れる．次に本品約100mLを水を満たした約100mLのガスビュレット中に精密に量り，これをガスピペットに移し，5分間振り混ぜる．吸収されずに残るガスを時々ガスビュレットに戻し，その容量を量りながらこの操作を繰り返す．吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき，その容量を量りV（mL)とする．ただし，採取量及びVは，20℃で気圧101.3kPaの容量に換算したものとする．

二酸化炭素(CO_2)の量(mL)＝本品の採取量(mL)－V（mL)

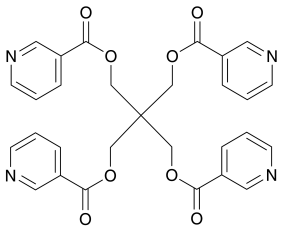
貯法

保存条件　40℃以下で保存する．

容器　耐圧密封容器．

ニセリトロール

Niceritrol



$C_{29}H_{24}N_4O_8$：556.52

Pentaerythritol tetranicotinate

[*5868-05-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセリトロール($C_{29}H_{24}N_4O_8$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　162～165℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら70℃で20分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを用いる(2ppm以下)．

（4）　ピリジン　本品0.5gを，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にピリジン約0.1gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液0.5mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク面積を

測定するとき，試料溶液のピリジンのピーク面積は標準溶液のピリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3mのガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを酸処理及びシラン処理した150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ピリジンの保持時間が約2分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピリジンのピークの理論段数は1500段以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピリジンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

（５）　遊離酸　本品約1gを精密に量り，分液漏斗に入れ，クロロホルム20mLに溶かし，水20mL，次に10mLでよく振り混ぜて抽出する．全抽出液を合わせ，0.01mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．次の式によって計算するとき，ニコチン酸($C_6H_5NO_2$：123.11)に換算した遊離酸の量は0.1%以下である．

0.01mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝1.231mg $C_6H_5NO_2$

（６）　類縁物質　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

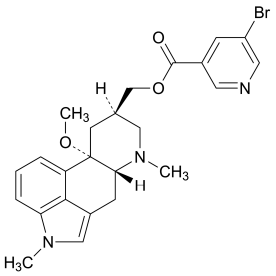
定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を付け，20分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.5mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝69.57mg $C_{29}H_{24}N_4O_8$

貯法　容器　密閉容器．

ニセルゴリン

Nicergoline



$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39

[(8*R*,10*S*)-10-Methoxy-1,6-dimethylergolin-8-yl]methyl 5-bromopyridine-3-carboxylate

[*27848-84-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，エタノール(99.5)又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に淡褐色となる．

融点：約136℃(分解)．

確認試験

（１）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋5.2～＋6.2°(乾燥後，0.5g，エタノール(95)，10mL，100mm)．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニセルゴリンのピークに対する相対保持時間約0.5の類縁物質のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の4倍より大きくない．また，試料溶液のニセルゴリン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の2.5倍より大きくなく，ピーク面積が標準溶液のニセルゴリンのピーク面積より大きいものは2個以下である．更に試料溶液のニセルゴリン

以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の7.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加えてpH7.0に調整する．この液350mLにメタノール350mL及びアセトニトリル300mLを加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約25分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(2g，減圧，60℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸10mLを加え，加温して溶かし，冷後，ニトロベンゼン40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：ニュートラルレッド試液10滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.22mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ニセルゴリン散

Nicergoline Powder

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39)を含む．

製法　本品は「ニセルゴリン」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ニセルゴリン」10mgに対応する量をとり，薄めたエタノール(4→5)20mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，10分間遠心分離する．上澄液2mLに，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長226～230nm及び286～290nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　定量法で得た試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ニセルゴリン以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：定量法で得た標準溶液1mLにアセトニトリル／水混液(17：3)を加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従いニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)約5mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長225nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに250nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の表示量(mg)

定量法　本品のニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)約20mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH7.0に調整する．この液350mLにメタノール350mL及びアセトニトリル300mLを加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ニセルゴリン錠

Nicergoline Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39)を含む．

製法　本品は「ニセルゴリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニセルゴリン」10mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)20mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液2mLに，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長226～230nm及び286～290nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　定量法で得た試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ニセルゴリン以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：定量法で得た標準溶液1mLにアセトニトリル／水混液(17：3)を加えて50mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたエタノール(4→5)25mLを正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，5分間振り混ぜる．この液を10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたエタノール(4→5)25mLを正確に加えて溶かす．この液4mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長288nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに340nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の量(mg)
＝$M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1/2$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)約20mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行

い，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH7.0に調整する．この液350mLにメタノール350mL及びアセトニトリル300mLを加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

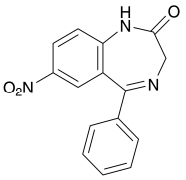
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ニトラゼパム

Nitrazepam



$C_{15}H_{11}N_3O_3$：281.27

7-Nitro-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*146-22-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約227℃(分解).

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→500)3mLに水酸化ナトリウム試液0.1mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品0.02gに希塩酸15mLを加え，5分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　(2)のろ液0.5mLに水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，ニンヒドリン試液2mLを加えて水浴上で加熱するとき，液は紫色を呈する．

（4）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをアセトン20mLに溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.25gをメタノール／クロロホルム混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にニトロメタン／酢酸エチル混液(17：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.13mg $C_{15}H_{11}N_3O_3$

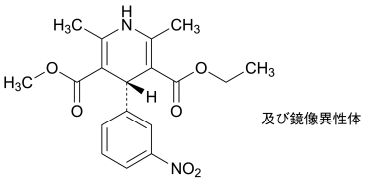
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ニトレンジピン

Nitrendipine



$C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36

3-Ethyl 5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*39562-70-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

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

本品は光によって徐々に帯褐黄色となる．

本品のアセトニトリル溶液(1→50)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→80000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　157～161℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品40mgをアセトニトリル5mLに溶かし，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，次式により類縁物質の量を求めるとき，ニトレンジピンに対する相対保持時間約0.8の類縁物質は1.0%以下であり，ニトレンジピンに対する相対保持時間約1.3の類縁物質は0.25%以下であり，その他の個々の類縁物質はそれぞれ0.2%以下である．また，ニトレンジピン以外の類縁物質の合計量は2.0%以下である．

類縁物質の量(%)＝A_T／A_S

A_T：試料溶液から得たニトレンジピン以外の各々のピーク面積

A_S：標準溶液から得たニトレンジピンのピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／アセトニトリル混液(14：6：5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニトレンジピンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たニトレンジピンのピーク面積が標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸プロピル3mgをアセトニトリル5mLに溶かし，移動相を加えて100mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→100)60mLに溶かし，水50mLを加え，0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：1,10－フェナントロリン試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤だいだい色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液1mL
＝18.02mg $C_{18}H_{20}N_2O_6$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ニトレンジピン錠

Nitrendipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36)を含む．

製法　本品は「ニトレンジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニトレンジピン」5mgに対応する量をとり，メタノール70mLを加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとし，遠心分離する．

上澄液5mLにメタノールを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長234～238nm及び350～354nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，薄めたアセトニトリル(4→5)15mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に10分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて正確に20mLとし，遠心分離する．ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)約1mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 1 / 5$

M_S：定量用ニトレンジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(4→5)溶液(1→10000)

溶出性〈6.10〉　試験液に5mg錠にはポリソルベート80 3gに水を加えて5Lとした液を，10mg錠にはポリソルベート80 3gに水を加えて2000mLとした液それぞれ900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のニトレンジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用ニトレンジピンの秤取量(mg)

C：1錠中のニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：356nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／アセトニトリル混液(14：6：5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニトレンジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品20個をとり，薄めたアセトニトリル(4→5)150mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に10分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて正確に200mLとし，遠心分離する．ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)約2mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，薄めたアセトニトリル(4→5)に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 50$

M_S：定量用ニトレンジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(4→5)溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／アセトニトリル混液(14：6：5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ニトログリセリン錠

Nitroglycerin Tablets

本品は定量するとき，表示量の80.0～120.0%に対応するニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$：227.09)を含む.

製法 本品はニトログリセリンをとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)6mgに対応する量をとり，ジエチルエーテル12mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5mLをとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物を硫酸1～2滴に溶かし，ジフェニルアミン試液1滴を加えるとき，液は濃青色を呈する.

（2） (1)の試料溶液5mLをとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物に水酸化ナトリウム試液5滴を加え，小さい炎の上で加熱し，約0.1mLに濃縮する．冷後，残留物に硫酸水素カリウム0.02gを加えて加熱するとき，アクロレインのにおいを発する.

純度試験 遊離硝酸イオン 本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)20mgに対応する量を精密に分液漏斗にとり，イソプロピルエーテル40mL及び水40mLを加えて10分間振り混ぜた後，水層を分取する．この液にイソプロピルエーテル40mLを加えて10分間振り混ぜた後，水層を分取してろ過し，試料溶液とする．別に硝酸標準液10mLを分液漏斗にとり，水30mL及び試料溶液の調製に用いた初めのイソプロピルエーテル層40mLを加えて10分間振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20mLずつをそれぞれ別のネスラー管にとり，水30mL及びグリース・ロメン硝酸試薬0.06gを加えてよく振り混ぜ，30分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない.

製剤均一性 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個を共栓遠心沈殿管にとり，1mL中にニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)約30μgを含む液となるように酢酸(100)V mLを正確に加え，1時間激しく振り混ぜ，錠剤を崩壊させた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．もし，この方法で錠剤が崩壊しないときは，本品1個を共栓遠心沈殿管にとり，酢酸(100)0.05mLを加えて潤し，ガラス棒ですりつぶした後，ガラス棒を洗いながら1mL中にニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)約30μgを含む液となるように酢酸(100)を加えて正確にV mLとし，1時間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを105℃で4時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，水5mLに溶かし，酢酸(100)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，酢酸(100)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液2mLを加えて振り混ぜ，15分間放置した後，水10mLを加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液(2→5)約12mLを加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に50mLとする．これらの液につき，酢酸(100)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長410nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2000 \times 0.749$

M_S：硝酸カリウムの秤取量(mg)

試料10個の個々の含量から平均含量を計算するとき，その値と個々の含量との偏差(%)が25%以下のときは適合とする．また，偏差が25%を超え，30%以下のものが1個のときは，更に試料20個について試験を行う．2回の試験の合計30個の平均含量と個々の含量との偏差(%)を計算するとき，25%を超え30%以下のものが1個以下で，かつ30%を超えるものがないときは適合とする.

崩壊性〈6.09〉 試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は2分間とし，補助盤は用いない.

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，軽く圧して崩壊させる．ニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)約3.5mgに対応する量を精密に量り，酢酸(100)50mLを正確に加え，1時間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを105℃で4時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，水5mLに溶かし，酢酸(100)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，酢酸(100)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液2mLを加えて振り混ぜ，15分間放置した後，水10mLを加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液(2→5)約12mLを加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に50mLとする．これらの液につき，酢酸(100)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長410nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/20 \times 0.749$

M_S：硝酸カリウムの秤取量(mg)

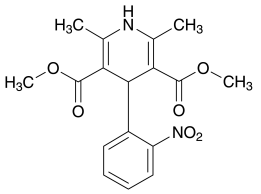
貯法

保存条件 遮光して，20℃以下で保存する.

容器 気密容器.

ニフェジピン

Nifedipine



$C_{17}H_{18}N_2O_6$：346.33

Dimethyl 2,6-dimethyl-4-(2-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*21829-25-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品はアセトン又はジクロロメタンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって変化する.

確認試験

（1）　本品0.05gをエタノール(95)5mLに溶かし，塩酸5mL及び亜鉛粉末2gを加え，5分間放置した後，ろ過する．ろ液につき，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を行うとき，液は赤紫色を呈する.

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

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

融点〈*2.60*〉　172～175℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをアセトン5mLに溶かすとき，液は黄色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.5gに希酢酸12mL及び水13mLを加え，沸騰するまで加熱する．冷後，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(2)のろ液4mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.45mLを加える(0.054%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（6）　塩基性物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品5.0gをアセトン／酢酸(100)混液(5：3)80mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.02mol/L過塩素酸の消費量は1.9mL以下である.

（7）　2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.15gをとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル10mgをとり，ジクロロメタン10mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル混液(3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約0.12gを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長350nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する.

ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)の量(mg)＝A／142.3 × 40000

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

日本脳炎ワクチン

Japanese Encephalitis Vaccine

本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準の日本脳炎ワクチンの条に適合する.

性状　本品は無色の澄明又はわずかに白濁した液である.

乾燥日本脳炎ワクチン

Freeze-dried Japanese Encephalitis Vaccine

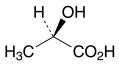
本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む用時溶解して用いる注射剤である.

本品は生物学的製剤基準の乾燥日本脳炎ワクチンの条に適合する.

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

乳酸

Lactic Acid



及び鏡像異性体

$C_3H_6O_3$：90.08

(2*RS*)-2-Hydroxypropanoic acid

[*50-21-5*]

本品は乳酸及び無水乳酸の混合物である．

本品は定量するとき，乳酸($C_3H_6O_3$)85.0～92.0%を含む．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに不快でないにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は吸湿性である．

比重　d_{20}^{20}：約1.20

確認試験　本品の水溶液(1→50)は青色リトマス紙を赤変し，この液は乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gに水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，液が微赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し，更に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品4.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(5ppm以下).

（5）　糖類　本品1.0gに水10mLを加え，水酸化ナトリウム試液を加えて中性とし，フェーリング試液10mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない．

（6）　クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸　本品1.0gに水1.0mLを加え，更に水酸化カルシウム試液40mLを加え，2分間煮沸するとき，液は変化しない．

（7）　グリセリン又はマンニトール　本品10mLにジエチルエーテル12mLを加えて振り混ぜるとき，液は混濁しない．

（8）　揮発性脂肪酸　本品を加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

（9）　シアン化物　本品1.0gをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→10)を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとした後，水浴中で10分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸1滴を加え，次いでpH6.8のリン酸塩緩衝液10mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて直ちに栓をして静かに混和し，5分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし，25℃で30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液1.0mLを正確に量り，水を加えて20mLとする．この液1.0mLをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，以下同様に操作する．

(10)　硫酸呈色物　あらかじめ15℃にした本品5mLをあらかじめ15℃にした硫酸呈色物用硫酸5mLに徐々に層積し，15℃で15分間放置するとき，境界面に暗色の輪帯を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

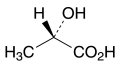
定量法　本品約3gを三角フラスコ中に精密に量り，正確に1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを加え，時計皿で覆い，10分間水浴上で加熱し，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝90.08mg $C_3H_6O_3$

貯法　容器　気密容器.

L－乳酸

L-Lactic Acid



$C_3H_6O_3$：90.08

(2*S*)-2-Hydroxypropanoic acid

[*79-33-4*]

本品はL－乳酸及び無水L－乳酸の混合物である．

本品は定量するとき，L－乳酸($C_3H_6O_3$)85.0～92.0%を含む．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに不快でないにおいがある．

本品は水，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は吸湿性である．

比重　d_{20}^{20}：約1.20

確認試験　本品の水溶液(1→50)は青色リトマス紙を赤変し，この液は乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：－46～－52°　本品のL－乳酸($C_3H_6O_3$)約2gに対応する量を精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，時計皿で覆い，15分間水浴上で加熱する．冷後，1mol/L塩酸を加えてpH7.0に調整する．これに七モリブデン酸六アンモニウム四水和物5.0gを加える．更に水を加えて溶かし，正確に50mLとし，層長100mmで測定する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下).

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下).

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gに水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，液が微赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し，更に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（４）　鉄〈*1.10*〉　本品4.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(5ppm以下).

（５）　糖類　本品1.0gに水10mLを加え，水酸化ナトリウム試液を加えて中性とし，フェーリング試液10mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない.

（６）　クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸　本品1.0gに水1.0mLを加え，更に水酸化カルシウム試液40mLを加え，2分間煮沸するとき，液は変化しない.

（７）　グリセリン又はマンニトール　本品10mLにジエチルエーテル12mLを加えて振り混ぜるとき，液は混濁しない.

（８）　揮発性脂肪酸　本品を加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない.

（９）　シアン化物　本品1.0gをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→10)を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとした後，水浴中で10分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸1滴を加え，次いでpH6.8のリン酸塩緩衝液10mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて直ちに栓をして静かに混和し，5分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし，25℃で30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：シアン標準液1.0mLを正確に量り，水を加えて20mLとする．この液1.0mLをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，以下同様に操作する.

(10)　硫酸呈色物　あらかじめ15℃にした本品5mLをあらかじめ15℃にした硫酸呈色物用硫酸5mLに徐々に層積し，15℃で15分間放置するとき，境界面に暗色の輪帯を生じない.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約3gを三角フラスコ中に精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを正確に加え，時計皿で覆い，10分間水浴上で加熱し，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う.

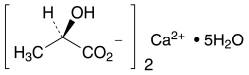
1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝90.08mg $C_3H_6O_3$

貯法　容器　気密容器.

乳酸カルシウム水和物

Calcium Lactate Hydrate

乳酸カルシウム



及び鏡像異性体

$C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$：308.29

Monocalcium bis[(2*RS*)-2-hydroxypropanoate] pentahydrate

[*63690-56-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，乳酸カルシウム($C_6H_{10}CaO_6$：218.22)97.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに酸味がある.

本品1gは水20mLに徐々に溶け，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は常温でやや風解し，120℃で無水物となる.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はカルシウム塩及び乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに加温して溶かすとき，液は澄明である.

（２）　酸又はアルカリ　(1)の溶液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液は赤色を呈する.

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水30mL及び希酢酸5mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（４）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0gを水40mLに溶かし，塩化アンモニウム0.5gを加えて煮沸し，シュウ酸アンモニウム試液20mLを加え，水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLに硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固し，恒量になるまで450～550℃で強熱するとき，残留物は5mg以下である.

（５）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gを水2mL及び塩酸3mLに溶かす．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下).

（６）　揮発性脂肪酸　本品1.0gに硫酸2mLを加えて加温するとき，酢酸又は酪酸様のにおいを発しない.

乾燥減量〈*2.41*〉　25.0～30.0%(1g，初め80℃で1時間，次に120℃で4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，水を加えて水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水80mL及び8mol/L水酸化カリウム試液1.5mLを加えて3～5分間放置した後，NN指示薬0.1gを加え，直ちに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が青色に変わるときとする.

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝4.364mg $C_6H_{10}CaO_6$

貯法　容器　気密容器.

L－乳酸ナトリウム液

Sodium L-Lactate Solution

本品はL－乳酸のナトリウム塩の水溶液である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)を含む．本品はL－乳酸ナトリウムの含量を表示する.

性状　本品は無色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに塩味がある.

本品は水又はエタノール(99.5)と混和する.

確認試験　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1gに対応する量をとり，水を加えて50mLとした液はナトリウム塩及び乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－38～－44°　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.5gに対応する量を精密に量り，水30mL及び七モリブデン酸六アンモニウム四水和物5.0gを加える．更に水を加えて溶かし，正確に50mLとし，層長100mmで測定する.

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)5gに対応する量をとり，水を加えて50mLとした液のpHは6.5～7.5である.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.0gに対応する量をとり，希塩酸7mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.0gに対応する量をとり，希塩酸5mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.0gに対応する量をとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(5ppm以下).

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.5gに対応する量をとり，水を加えて10mLとする．この液2mLをとり，これを検液とし，試験を行う(4ppm以下).

（6）　糖類　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をとり，水10mL及びフェーリング試液10mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない.

（7）　クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をとり，水1mL及び希塩酸1mLを加え，更に水酸化カルシウム試液40mLを加え，2分間煮沸するとき，液は変化しない.

（8）　揮発性脂肪酸　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)3.0gに対応する量をとり，希硫酸2mLを加え，水浴上で加熱するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない.

（9）　シアン化物　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→10)を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとした後，水浴中で10分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希塩酸を滴加し，酢酸(31)1滴を加え，pH6.8のリン酸塩緩衝液10mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて直ちに栓をして静かに混和し，5分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし，25℃で30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：シアン標準液1.0mLに水を加えて20mLとする．この液1.0mLをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，以下同様に操作する.

(10)　メタノール　本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)5.0gに対応する量をアルコール数測定法〈*1.01*〉の蒸留装置の蒸留フラスコにとり，水10mLを加えて蒸留する．留液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別にメタノール1.0mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たメタノールのピーク面積は，標準溶液から得たメタノールのピーク面積より大きくない(0.025%以下).

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ150cmのガラス管に149～177μmのガスクロマトグフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする.

カラム温度：120℃付近の一定温度

注入口及び検出器温度：125℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：メタノールの保持時間が約2分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：メタノール1mL及びエタノール(99.5)1mLに水を加えて100mLとする．この液5mLに水を加えて200mLとする．更にこの液5mLに水を加えて10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メタノール，エタノールの順に流出し，その分離度は2.0以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メタノールのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である.

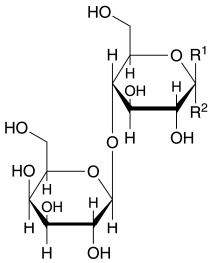
定量法　本品のL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)約0.25gに対応する量を精密に量り，105℃で4時間乾燥した後，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.21mg $C_3H_5NaO_3$

貯法　容器　気密容器.

無水乳糖

Anhydrous Lactose



α-乳糖：R^1=H, R^2=OH
β-乳糖：R^1=OH, R^2=H

$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30
β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-β-D-glucopyranose
(β-lactose)
β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose
(α-lactose)
[*63-42-3*，無水乳糖]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はβ－乳糖又はβ－乳糖とα－乳糖の混合物である．
◆本品は異性体比をα，β－乳糖含有率で表示する．◆

◆**性状**　本品は白色の結晶又は粉末である．
本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

◆**確認試験**　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は無水乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋54.4～＋55.9°　本品の換算した脱水物約10gに相当する量を精密に量り，50℃に加温した水80mLに溶かした後，放冷する．冷却後，アンモニア試液0.2mLを加え30分間放置する．次に水で正確に100mLとし，この液につき，層長100mmで測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを熱湯10mLに溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.04以下である．

（2）　酸又はアルカリ　本品6gを新たに煮沸して冷却した水25mLに加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液0.3mLを加えるとき，液は無色である．この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.4mL以下である．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品4.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下)．◆

（4）　たん白質及び光吸収物質　本品1.0gをとり，水に溶かし100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長210～220nmにおける吸光度は0.25以下，270～300nmにおける吸光度は0.07以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，80℃，2時間)．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液(2：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

◆**微生物限度**〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は5×10CFUである．また，サルモネラ及び大腸菌は認めない．◆

異性体比　本品1mgを5mLのガスクロマトグラフィー用スクリューキャップ付きバイアルにとり，ジメチルスルホキシド0.45mLを加え，栓をしてよく振り混ぜる．ピリジン／トリメチルシリルイミダゾール混液(18：7)1.8mLを加え，栓をして穏やかに振り混ぜた後，20分間放置し，試料溶液とする．試料溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．液のα－乳糖のピーク面積A_a及びβ－乳糖のピーク面積A_bを測定し，本品中のα－乳糖の含有率(%)及びβ－乳糖の含有率(%)を次式により計算する．

α－乳糖の含有率(%)＝$A_a/(A_a+A_b)\times 100$
β－乳糖の含有率(%)＝$A_b/(A_a+A_b)\times 100$

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
注入口温度：275℃付近の一定温度
検出器温度：275℃付近の一定温度
カラム：内径4mm，長さ90cmのガラス管にガスクロマトグラフィー用25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマーをガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：215℃付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：毎分約40mLの一定流量

システム適合性
システムの性能：α－乳糖・β－乳糖混合物(1：1)1mgにつき，試料溶液と同様に操作し，その2μLにつき，上記の条件で操作するとき，β－乳糖のピークに対するα－乳糖のピークの相対保持時間は約0.7で，その

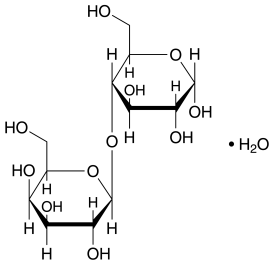
分離度は3.0以上である．

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

乳糖水和物

Lactose Hydrate

乳糖



$C_{12}H_{22}O_{11}$・H_2O：360.31

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose monohydrate

[*64044-51-5*，α-及びβ-乳糖一水和物の混合物]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はβ－D－Galactopyranosyl－(1→4)－α－D－glucopyranoseの一水和物である．

◆本品は乳から得られる天然の二糖類で，1個のグルコース単位と1個のガラクトース単位からなる．◆

◆本品のうち造粒した粉末はその旨表示する．◆

◆**性状**　本品は白色の結晶，粉末又は造粒した粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋54.4～＋55.9°　本品の換算した脱水物約10gに相当する量を精密に量り，50℃に加温した水80mLに溶かした後，放冷する．冷後，アンモニア試液0.2mLを加え30分間放置する．次に水で正確に100mLとし，この液につき，層長100mmで測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを熱湯10mLに溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.04以下である．

（2）　酸又はアルカリ　本品6gを新たに煮沸して冷却した水25mLに加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液0.3mLを加えるとき，液は無色である．この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.4mL以下である．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品4.0gを温湯20mLに溶かし，これに0.1mol/L塩酸試液1mLを加え，水を加えて50mLとし，以下第1法により操作し，試験を行う．比較液には0.1mol/L塩酸試液1mL及び鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下)．◆

（4）　たん白質及び光吸収物質　本品1.0gをとり，水に溶かし100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長210～220nmにおける吸光度は0.25以下，270～300nmにおける吸光度は0.07以下である．

◆**乾燥減量**〈*2.41*〉　0.5%以下．ただし，造粒した粉末は1.0%以下とする(1g，80℃，2時間)．◆

水分〈*2.48*〉　4.5～5.5%．◆ただし，造粒した粉末は4.0～5.5%とする◆(1g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液(2：1)を用いる)．

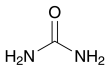
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

◆**微生物限度**〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は5×10CFUである．また，サルモネラ及び大腸菌は認めない．◆

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

尿素

Urea



CH_4N_2O：60.06

Urea

[*57-13-6*]

本品は定量するとき，尿素(CH_4N_2O)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，冷涼な塩味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，沸騰エタノール(95)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品の水溶液(1→100)は中性である．

確認試験

（1）　本品0.5gを加熱するとき，液化してアンモニアのにおいを発する．更に液が混濁するまで加熱を続けた後，冷却し，生じた塊を水10mL及び水酸化ナトリウム試液2mLの混液に溶かし，これに硫酸銅(Ⅱ)試液1滴を加えるとき，液は帯赤紫色を呈する．

（2）　本品0.1gを水1mLに溶かし，硝酸1mLを加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

融点〈*2.60*〉　132.5～134.5℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.007%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較

液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下).

（３） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４） エタノール不溶物　本品5.0gを温エタノール(95)50mLに溶かし，質量既知のガラスろ過器(G4)でろ過し，残留物を温エタノール(95)20mLで洗った後，105℃で1時間乾燥するとき，その量は2.0mg以下である.

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

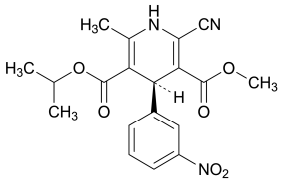
定量法　本品約0.2gを精密に量り，水に溶かして正確に200mLとする．この液5mLを正確にケルダールフラスコにとり，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う.

0.005mol/L硫酸1mL＝0.3003mg CH_4N_2O

貯法　容器　密閉容器.

ニルバジピン

Nilvadipine



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37

3-Methyl 5-(1-methylethyl) (4*RS*)-2-cyano-6-methyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*75530-68-6*]

本品は定量するとき，ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である.

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

本品のアセトニトリル溶液(1→20)は旋光性を示さない.

確認試験

（１） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニルバジピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

融点〈2.60〉　167～171℃

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２） 類縁物質　本品20mgをアセトニトリル20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，個々の類縁物質は0.3%以下である．また，それらの合計は0.5%以下である.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH7.4のリン酸塩緩衝液／メタノール／アセトニトリル混液(32：27：18)

流量：ニルバジピンの保持時間が約12分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニルバジピンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを量り，アセトニトリルを加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たニルバジピンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニルバジピンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3300段以上，1.3以下である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びニルバジピン標準品約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液20mLを正確に加えた後，水20mL及びメタノールを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム2.5gを水1000mLに溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液10mLを加えた後，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH7.0に調整する．この液にアセトニトリル900mLを加えて混和する．

流量：ニルバジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

ニルバジピン錠

Nilvadipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37)を含む.

製法 本品は「ニルバジピン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ニルバジピン」1mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)100mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長239～243nmに吸収の極大を示し，371～381nmに幅広い吸収を有する極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，1mL中にニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)約0.2mgを含む液となるようにアセトニトリル／水混液(7：3)V mLを加える．更に内標準溶液を正確にV mL加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させる．この液を10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加えた後，アセトニトリル／水混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する.

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 アセナフテンのアセトニトリル溶液(1→500)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，メタノール1mLを正確に加え，試料溶液とする．別に本品の表示量の10倍に対応する量のニルバジピン標準品を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，水10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，ニルバジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：242nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH7.4のリン酸塩緩衝液／メタノール／アセトニトリル混液(7：7：6)

流量：ニルバジピンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)約5mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)10mLを加え，更に内標準溶液25mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，アセトニトリル／水混液(7：3)を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，更にアセトニトリル／水混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 4$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのアセトニトリル溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム2.5gを水1000mLに溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液10mLを加えた後，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH7.0に調整する．この液にアセトニトリル900mLを加えて混和する．

流量：ニルバジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

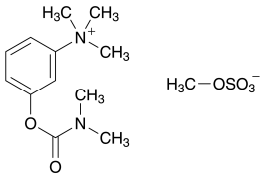
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

ネオスチグミンメチル硫酸塩

Neostigmine Methylsulfate

メチル硫酸ネオスチグミン



$C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39

3-(Dimethylcarbamoyloxy)-*N*,*N*,*N*-trimethylanilinium methyl sulfate

[*51-60-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けやすい.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はネオスチグミンメチル硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したネオスチグミンメチル硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である.

融点〈*2.60*〉　145～149℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　硫酸塩　本品0.20gを水10mLに溶かし，希塩酸1mL及び塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は直ちに変化しない.

（3）　ジメチルアミノフェノール　本品0.10gを水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液1mLを加え，氷冷しながらジアゾベンゼンスルホン酸試液1mLを加えるとき，液は呈色しない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のネオスチグミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸収光光度計(測定波長：259nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gを水1000mLに溶かし，リン酸を用いてpH3.0に調整する．これに1－ペンタンスルホン酸ナトリウム0.871gを加えて溶かす．この液890mLをとり，アセトニトリル110mLを加える.

流量：ネオスチグミンの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：本品25mg及びジメチルアミノフェノール4mgを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジメチルアミノフェノール，ネオスチグミンの順に溶出し，その分離度は6以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ネオスチグミンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液

Neostigmine Methylsulfate Injection

メチル硫酸ネオスチグミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39)を含む．

製法 本品は「ネオスチグミンメチル硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：5.0～6.5

確認試験

本品の表示量に従い「ネオスチグミンメチル硫酸塩」5mgに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて10mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257～261nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉 5EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品を試料溶液とする．別にネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「ネオスチグミンメチル硫酸塩」の定量法を準用する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

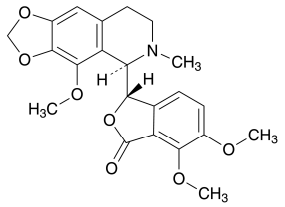
保存条件 遮光して保存する．

容器 密封容器．

ノスカピン

Noscapine

ナルコチン



$C_{22}H_{23}NO_7$：413.42

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)–one

[*128-62-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン($C_{22}H_{23}NO_7$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

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

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋42～＋48°(乾燥後，0.5g，0.1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

融点〈2.60〉 174～177℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品0.7gをアセトン20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.4mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.02%以下)．

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3） モルヒネ 本品10mgに水1mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール試液5mLを加え，振り混ぜて溶かし，硝酸カリウム溶液(1→10)2mLを加え，40℃で2分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→5000)1mLを加え，40℃で5分間加温し，冷後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（4） 類縁物質 本品0.7gをアセトン50mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／トルエン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(60：60：9：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(2g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.34mg $C_{22}H_{23}NO_7$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

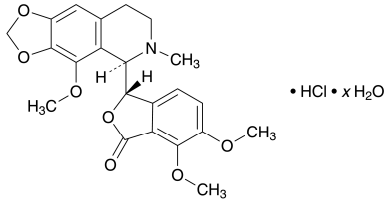
ノスカピン塩酸塩水和物

Noscapine Hydrochloride Hydrate

塩酸ナルコチン

塩酸ノスカピン

ノスカピン塩酸塩



$C_{22}H_{23}NO_7$・HCl・$x$$H_2O$

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)-one monohydrochloride hydrate

[*912-60-7*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン塩酸塩($C_{22}H_{23}NO_7$・HCl：449.88)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，無水酢酸又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈し，次に黄褐色に変わる．

（2）　本品1mgにバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液(1→200)1滴を加えるとき，だいだい色を呈する．

（3）　本品0.02gを水1mLに溶かし，酢酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，白色の綿状の沈殿を生じる．

（4）　本品1mgを薄めた硫酸(1→35)1mLに溶かし，クロモトロプ酸溶液(1→50)5滴を加えて混和した後，硫酸2mLを滴加するとき，液は紫色を呈する．

（5）　本品0.1gを水10mLに溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水5mLで洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上でほとんど留去した後，エタノール(99.5)1mLを加えて蒸発乾固する．残留物を105℃で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は174～177℃である．

（6）　本品の水溶液(1→50)にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　モルヒネ　本品10mgを水1mLに溶かし，1－ニトロソ－2－ナフトール試液5mL及び硝酸カリウム溶液(1→10)2mLを加え，40℃で2分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→5000)1mLを加え，40℃で5分間加温し，冷後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　9.0%以下(0.5g，120℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.99mg $C_{22}H_{23}NO_7$・HCl

貯法

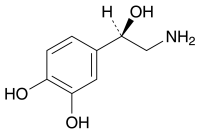
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ノルアドレナリン

Noradrenaline

ノルエピネフリン



及び鏡像異性体

$C_8H_{11}NO_3$：169.18

4-[(1*RS*)-2-Amino-1-hydroxyethyl]benzene-1,2-diol

[*51-41-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡褐色又はわずかに赤みを帯びた褐色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水を加えて100mLとするとき，液は無色澄明である．

（2）　アルテレノン　本品50mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光

度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長310nmにおける吸光度は0.1以下である．

（３）　アドレナリン　本品10.0mgを薄めた酢酸(100)(1→2)2.0mLに溶かし，この液1mLを正確に量り，水を加えて10mLとする．この液に亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)0.3mLを混和し，1分間後に観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：アドレナリン酒石酸水素塩標準品2.0mg及びノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品90mgを水に溶かし正確に10mLとし，この液1mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→2)1.0mL及び水を加えて10mLとし，同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，18時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，非水滴定用酢酸50mLを加え，必要ならば加温して溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の青紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.92mg $C_8H_{11}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容器　気密容器．

ノルアドレナリン注射液

Noradrenaline Injection

塩酸ノルアドレナリン注射液

塩酸ノルエピネフリン注射液

ノルエピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応する*dl*－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$：169.18)を含む．

製法　本品は「ノルアドレナリン」をとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となる．

pH：2.3～5.0

確認試験　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」1mgに対応する容量を試験管A及びBにとり，それぞれに水1mLずつを加え，AにpH3.5のフタル酸水素カリウム緩衝液10mLを，BにpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加える．それぞれにヨウ素試液1.0mLずつを加えて5分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液2.0mLずつを加えるとき，Aは無色～微赤色を呈し，Bは濃赤紫色を呈する．

純度試験

（１）　アルテレノン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」10mgに対応する容量をとり，水を加えて正確に20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長310nmにおける吸光度は0.10以下である．

（２）　アドレナリン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」5mgに対応する容量をとり，薄めた酢酸(100)(1→2)1mL及び水を加えて10mLとし，以下「ノルアドレナリン」の純度試験(3)を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉　300EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品の*dl*－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$)約5mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品をデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれにデンプン試液0.2mLを加え，振り動かしながらヨウ素試液を，液が持続する青色を呈するまで滴加した後，更にヨウ素試液2mLを加えて振り混ぜる．これに，0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加えてpH6.5とし，更にpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加えて振り混ぜ，3分間放置する．直ちに，これに液が赤紫色となるまでチオ硫酸ナトリウム試液を滴加した後，水を加えて正確に50mLとする．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液につき，5分以内に紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長515nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

dl－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 0.502$

M_S：ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品の秤取量(mg)

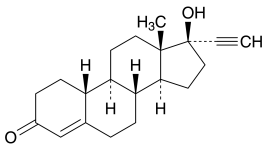
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ノルエチステロン

Norethisterone



$C_{20}H_{26}O_2$：298.42

17-Hydroxy-19-nor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-one

[*68-22-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルエチステロン($C_{20}H_{26}O_2$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール(95)，アセトン又はテトラヒドロフラン

にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は赤褐色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色で，黄褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品25mgに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.05g及び無水酢酸ナトリウム0.05gをメタノール25mLに溶かした液3.5mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で5時間加熱する．冷後，水15mLを加え，生じた沈殿をろ取する．残留物を水1～2mLで洗った後，メタノールから再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で5時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は112～118℃である．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－32～－37°(乾燥後，0.25g，アセトン，25mL，100mm)．

融点〈2.60〉　203～209℃

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，テトラヒドロフラン40mLに溶かし，硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝29.84mg $C_{20}H_{26}O_2$

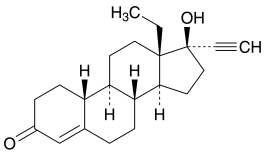
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ノルゲストレル

Norgestrel



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

13-Ethyl-17-hydroxy-18,19-dinor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-one

[*6533-00-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はテトラヒドロフラン又はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgをエタノール(95)2mLに溶かし，硫酸1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する．

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

融点〈2.60〉　206～212℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品30mgをクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，テトラヒドロフラン40mLに溶かし，硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝31.25mg $C_{21}H_{28}O_2$

貯法　容器　密閉容器．

ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠

Norgestrel and Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$：312.45)及びエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$：296.40)を含む．

製法　本品は「ノルゲストレル」及び「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ノルゲストレル」10mgに対応する量をとり，クロロホルム10mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液2mLをとり，水酸化ナトリウム試液6mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．クロロホルム層1mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物をエタノール(95)2mLに溶かし，硫酸1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する(ノルゲストレル)．

（2）　(1)で得たろ液1mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．

残留物にホウ酸・メタノール緩衝液1mLを加えて振り混ぜた後，氷冷する．この液に氷冷したジアゾ試液1mLを加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤だいだい色を呈する(エチニルエストラジオール).

（３）　(1)で得たろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品10mg及びエチニルエストラジオール標準品1mgをそれぞれクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により，試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／メタノール／水混液(368：32：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに*p*－トルエンスルホン酸一水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットは，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットと色調及びR_f値が等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたメタノール(7→10)2mLを加え，内標準溶液2mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品及びエチニルエストラジオール標準品の表示量の100倍量を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)

$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/100$

エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の量(mg)

$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/100$

M_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量(mg)

M_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール(7→10)溶液(1→50000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品中のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールの45分間の溶出率はそれぞれ70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液50mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)約17μg及びエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)約1.7μgに対応する容量の次のろ液V mLを正確に量り，カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約1cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れる．次に水15mLでカラムを洗い，メタノール3mLで溶出し，溶出液を約40℃の水浴中で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物に薄めたメタノール(7→10)2mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約25mg及びエチニルエストラジオール標準品約2.5mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積A_{Ta}及びA_{Tb}並びに標準溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積A_{Sa}及びA_{Sb}を測定する．

ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_{Sa} \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 1/V \times 1/C_a \times 54$

エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_{Sb} \times A_{Tb} / A_{Sb} \times 1/V \times 1/C_b \times 54$

M_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量(mg)

M_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

C_a：1錠中のノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量(mg)

C_b：1錠中のエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)約1mgに対応する量を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)4mLを加え，内標準溶液4mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，この液を遠心分離する．上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約50mg及びエチニルエストラジオール標準品約5mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)

$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/50$

エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の量(mg)
$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/50$

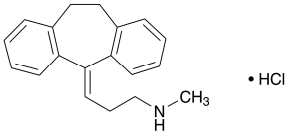
M_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量(mg)
M_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール(7→10)溶液(1→50000)
試験条件
検出器：ノルゲストレル　紫外吸光光度計(測定波長：241nm)
エチニルエストラジオール　蛍光光度計(励起波長：281nm，蛍光波長：305nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：アセトニトリル／水混液(11：9)
流量：ノルゲストレルの保持時間が約10分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチニルエストラジオール，ノルゲストレル，内標準物質の順に溶出し，ノルゲストレルと内標準物質の分離度は8以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエチニルエストラジオール及びノルゲストレルのピーク面積の比の相対標準偏差はいずれも1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ノルトリプチリン塩酸塩

Nortriptyline Hydrochloride
塩酸ノルトリプチリン



$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$：299.84
3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride
[*894-71-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルトリプチリン塩酸塩($C_{19}H_{21}N \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．
本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは約5.5である．
融点：215～220℃

確認試験
（1）　本品の水溶液(1→100)5mLに臭素試液1mLを加えるとき，試液の色は消える．
（2）　本品の水溶液(1→100)5mLにキンヒドロンのメタノール溶液(1→40)1～2滴を加えるとき，液は徐々に赤色を呈する．
（3）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（5）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験
（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色～ごくうすい黄色澄明である．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．
（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．
（4）　類縁物質　本品0.50gをとり，クロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／メタノール／ジエチルアミン混液(8：1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

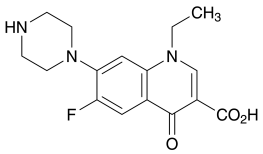
乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)5mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.98mg $C_{19}H_{21}N \cdot HCl$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密閉容器．

ノルフロキサシン

Norfloxacin



$C_{16}H_{18}FN_3O_3$：319.33

1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydroquinoline-3-carboxylic acid

[*70458-96-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルフロキサシン($C_{16}H_{18}FN_3O_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01gを水酸化ナトリウム溶液(1→250)に溶かし，100mLとする．この液5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→250)を加えて100mLにした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品をアセトンに溶かした後，減圧下でアセトンを蒸発し，残留物を乾燥する．乾燥した残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gを0.5mol/L水酸化ナトリウム試液7mL及び水23mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，薄めた塩酸(1→3)を赤色が消えるまで徐々に加え，希塩酸0.5mLを加えた後，30分間氷冷する．次にガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに0.5mol/L水酸化ナトリウム試液7mL，フェノールフタレイン試液1滴を加え，薄めた塩酸(1→3)を赤色が消えるまで加え，希塩酸1.5mL，ブロモフェノールブルー試液1～2滴及び水を加えて50mLとする(0.024%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(15ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをメタノール／アセトン混液(1：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／アセトン混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール／アセトン混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5～7μm，蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／トルエン／ジエチルアミン／水混液(20：20：10：7：4)を展開溶媒として約9cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm及び366nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.93mg $C_{16}H_{18}FN_3O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

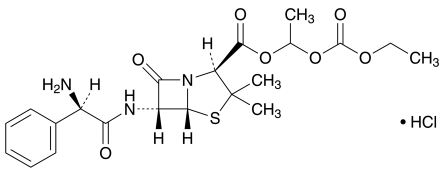
容器　気密容器．

バカンピシリン塩酸塩

Bacampicillin Hydrochloride

塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル

塩酸バカンピシリン



$C_{21}H_{27}N_3O_7S$・HCl：501.98

1-Ethoxycarbonyloxyethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*37661-08-8*]

本品はアンピシリンのエトキシカルボニルオキシエチルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり626μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋140～＋170°(脱水物に換算したもの0.1g，エタノール(95)，25mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　遊離アンピシリン　本品約0.1gを精密に量り，100mLの分液漏斗に入れ，氷冷した水15mLを正確に加えて溶かし，氷冷したpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液10mLを正確に加えて振り混ぜた後，氷冷したクロロホルム25mLを加えて振り混ぜる．クロロホルム層を除き，氷冷したクロロホルム25mLずつで同様の操作を更に2回繰り返す．水層を遠心分離し，上澄液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約20mgに対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液10mL及び水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれ10mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液2mLずつを正確に加え，正確に15分間放置した後，それぞれの液に1mol/L塩酸試液2mL，pH4.6の0.3mol/Lフタル酸水素カリウム緩衝液10mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLをそれぞれ正確に加え，遮光して正確に20分間放置する．次に，それぞれの液を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の色が無色に変わるときとする．別に，試料溶液及び標準溶液それぞれ10mLを正確に量り，pH4.6の0.3mol/Lフタル酸水素カリウム緩衝液10mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLをそれぞれ正確に加え，同様の方法で空試験を行う．試料溶液及び標準溶液の0.005mol/Lヨウ素液の消費量(mL)をそれぞれV_T及びV_Sとするとき，アンピシリンの量は1.0%以下である．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量(mg)

$= M_S \times V_T / V_S \times 1/20$

M_S：アンピシリン標準品の秤取量(mg)

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　1.5%以下(1g).

定量法　本品及びバカンピシリン塩酸塩標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のバカンピシリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：バカンピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた2mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→100)500mLに薄めた0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液(2→5)を加えてpH6.8に調整する．この液500mLにアセトニトリル500mLを加える．

流量：バカンピシリンの保持時間が約6.5分になるように調整する．

システム適合性

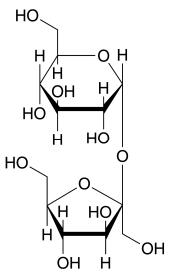
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，バカンピシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バカンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

白糖

White Soft Sugar



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Fructofuranosyl α-D-glucopyranoside

[*57-50-1*]

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)は中性である．

確認試験

（1） 本品1gを加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる．

（2） 本品0.1gに希硫酸2mLを加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液4mL及びフェーリング試液3mLを加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋65.0～＋67.0°(乾燥後，13g，水，50mL，100mm).

純度試験

（1） 溶状 本品100gを水100mLに溶かし，この液50mLをネスラー管にとり，白色の背景を用い側方から観察するとき，液は無色又はわずかに黄色で，青色を呈しない．更にこの液をネスラー管に充満し，密栓して2日間放置するとき，沈殿を生じない．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品10.0gを水に溶かし100mLとし，試料溶液とする．この液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下).

（3） 硫酸塩〈1.14〉 (2)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下).

（4） カルシウム (2)の試料溶液10mLにシュウ酸アンモニウム試液1mLを加えるとき，液は直ちに変化しない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下).

（6） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（7） 転化糖 本品5.0gを水に溶かし100mLとし，必要ならばろ過して試料溶液とする．別にアルカリ性硫酸銅(Ⅱ)試液100mLを300mLのビーカーに入れ，時計皿でふたをして煮沸し，直ちに試料溶液50.0mLを加え，正確に5分間煮沸した後，直ちに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，10℃以下の水浴中に5分間浸し，沈殿を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，ろ液が中性になるまで水で洗い，更にエタノール(95)10mL及びジエチルエーテル10mLで洗い，105℃で30分間乾燥するとき，その量は0.120g以下である．

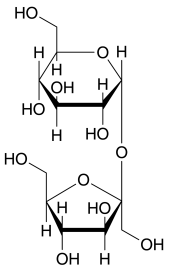
乾燥減量〈2.41〉 1.30%以下(15g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(2g).

貯法 容器 密閉容器.

精製白糖

Sucrose



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Fructofuranosyl α-D-glucopyranoside

[*57-50-1*]

本品は添加剤を含まない．

大容量輸液の調製に用いるものについてはその旨表示する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末，又は光沢のある無色あるいは白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品及び白糖10mgずつに薄めたメタノール(3→5)をそれぞれ加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液(a)とする．別にブドウ糖，乳糖一水和物，果糖及び白糖10mgずつに薄めたメタノール(3→5)を加えて20mLとし，標準溶液(b)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(a)及び(b)2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，完全に乾燥させる．次に1,2－ジクロロエタン／酢酸(100)／メタノール／水混液(10：5：3：2)を展開溶媒として約15cm展開し，薄層板を温風乾燥し，直ちに新しい展開溶媒で展開を繰り返した後，薄層板を温風乾燥する．これにチモール0.5gをエタノール(95)／硫酸混液(19：1)100mLに溶かした液を均等に噴霧した後，130℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットは標準溶液(a)から得た主スポットと同様の位置，色及び大きさである．また標準溶液(b)から得た4つのスポットはそれぞれ明確に識別できる．

（2） 本品50.0gを新たに煮沸し冷却した水に溶かし100mLとし，試料溶液とする．この液1mLに水を加えて100mLとする．更にこの液5mLをとり，新たに調製した硫酸銅(Ⅱ)試液0.15mL及び新たに調製した2mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，液は青色澄明で，煮沸後も変わらない．この溶液に希塩酸4mLを加えて煮沸し，2mol/L水酸化ナトリウム試液4mLを加えるとき，直ちにだいだい色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋66.3～＋67.0°(26g，水，100mL，100mm).

純度試験

（1） 溶状 確認試験(2)の試料溶液は澄明である．またこの液の色は，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.6mLを正確に量り，更に塩酸溶液(7→250)7.0mLを加えた溶液5.0mLに塩酸溶液(7→

250)95.0mLを加えた液の色より濃くない.

（2） 酸又はアルカリ　確認試験(2)の試料溶液10mLにフェノールフタレイン試液0.3mLを加えるとき，液は無色で，この液に0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.3mLを加えるとき，液は紅色を呈す.

（3） 亜硫酸塩　本品5.0gを水40mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液2.0mL及び水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に二亜硫酸ナトリウム76mgを量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更に，この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．直ちに試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれに3mol/L塩酸試液1.0mL，脱色フクシン試液2.0mL及びホルムアルデヒド液試液2.0mLを加え，30分間放置する．これらの液につき，水10.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長583nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(SO_2として15ppm以下)．ただし，標準溶液が明らかに赤紫色～青紫色を呈さないとき，この試験は無効とする.

（4） 鉛　本品50mgを正確に量り，ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ，硝酸0.5mLを加えて溶かした後，密封し，150℃で5時間加熱する．冷後，水を加えて正確に5mLとし，試料溶液とする．試料溶液3個以上をとり，原子吸光光度法(電気加熱方式)〈*2.23*〉の標準添加法により次の条件で試験を行う．ただし，標準溶液は鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて調製する．また硝酸10.0mLをとり，水を加えて正確に100mLとした溶液を用いて空試験を行い，補正する(0.5ppm以下).

ランプ：鉛中空陰極ランプ
波長：283.3nm
乾燥温度：110℃
灰化温度：600℃
原子化温度：2100℃

（5） 転化糖　確認試験(2)の試料溶液5mLを長さ約150mm，直径約16mmの試験管にとり，これに水5mL，1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mL及びメチレンブルー試液1.0mLを加えて振り混ぜ，水浴中で正確に2分間加温した後，水浴中から取り出し，直ちに観察するとき，液の青色は完全には消えない(0.04%)．ただし，空気との接触面の青色は無視する.

電気伝導率

（i） 塩化カリウム標準液　塩化カリウムを粉末とし，500～600℃で4時間乾燥し，新たに蒸留して製した(二酸化炭素を含まない)電気伝導率2μS･cm^{-1}以下の水に溶かして1000.0g中に塩化カリウムをそれぞれ0.7455g，0.0746g及び0.0149gを含む3種類の塩化カリウム標準液を調製する．これらの液の20℃における電気伝導率は次表のとおりである.

標準液の種類 (g/1000.0g)	電気伝導率 (μS･cm^{-1})	抵抗率 (Ω･cm)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

（ii） 装置　電気伝導率計を用いる．電気伝導率の測定は，溶液に浸された測定器具(セル)の電極間の柱液体の電気抵抗を測定することによってなされる．この装置には電極の分極による影響を除去するための交流が供給される．また，通例，温度補償回路が組み入れられている．セルには，白金黒でコーティングされた2つの平行に置かれた白金電極が備わり，一般に両極は，溶液と電極間で電解質が容易に交換できるガラス管で保護されている．セル定数が0.01～1cm^{-1}のセルを用いる.

（iii） 操作法　塩化カリウム標準液は測定に適したものを調製して使用する．セルをよく水で洗い，次に塩化カリウム標準液で2～3回洗った後，塩化カリウム標準液をセルに満たす．塩化カリウム標準液を20±0.1℃に保ち，電気伝導度を測定する．これを繰り返し，測定値が±3%以内で一致したときの電気伝導度$G\chi_0$(μS)を求める．測定した値から次式によりセル定数Jを求める.

$$J=\frac{\chi_{KCl}}{G\chi_0}$$

J：セル定数(cm^{-1})
χ_{KCl}：塩化カリウム標準液の電気伝導率(μS･cm^{-1})(20℃)
$G\chi_0$：測定した電気伝導度(μS)

本品31.3gを新たに蒸留して製した(二酸化炭素を含まない)水に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．セルをよく水で洗い，次に試料溶液で2～3回洗った後，試料溶液をセルに満たす．マグネチックスターラーでゆるやかにかき混ぜながら，試料溶液を20±0.1℃に保ち，電気伝導度G_T(μS)を測定する．同様に試料溶液の調製に用いた水の電気伝導度G_0(μS)を測定し，次式によりそれぞれの電気伝導率χ_T(μS･cm^{-1})及びχ_0(μS･cm^{-1})を求める.

$$\chi_T(\mu S\cdot cm^{-1})=JG_T$$
$$\chi_0(\mu S\cdot cm^{-1})=JG_0$$

次式により試料溶液の補正された電気伝導率χ_Cを求めるとき，χ_Cは35μS･cm^{-1}以下である.

$$\chi_C(\mu S\cdot cm^{-1})=\chi_T-0.35\chi_0$$

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(2g，105℃，3時間).

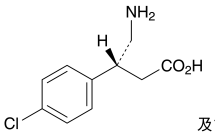
デキストリン　大容量輸液の調製に用いるものは，確認試験(2)の試料溶液2mLに水8mL，希塩酸0.05mL及びヨウ素試液0.05mLを加えるとき，液の黄色は消えない.

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25EU/mg未満．ただし，大容量輸液の調製に用いるもの.

貯法　容器　密閉容器.

バクロフェン

Baclofen



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_2$：213.66

(3*RS*)-4-Amino-3-(4-chlorophenyl)butanoic acid

[*1134-47-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，バクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液は青紫色を呈する.

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバクロフェン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを酢酸(100)50mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液10mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに酢酸(100)5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.21%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1.0mL及び1.5mLを正確に量り，それぞれ移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)及び(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク高さを測定するとき，試料溶液のバクロフェン以外のピークの各々のピーク高さは，標準溶液(1)のバクロフェンのピーク高さより大きくない．また，それらのピーク高さの合計は，標準溶液(2)のバクロフェンのピーク高さより大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100)(1→900)混液(3：2)

流量：バクロフェンの保持時間が約4分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバクロフェンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(1)25μLから得たバクロフェンのピーク高さが5～10mmになるように調整する.

システムの性能：本品0.40g及びパラオキシ安息香酸メチル5mgを移動相200mLに溶かす．この液10mLに移動相を加えて100mLとする．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，バクロフェン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液(1)25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バクロフェンのピーク高さの相対標準偏差は3.0%以下である.

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.37mg $C_{10}H_{12}ClNO_2$

貯法　容器　密閉容器.

バクロフェン錠

Baclofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するバクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$：213.66)を含む.

製法　本品は「バクロフェン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」0.01gに対応する量をとり，水10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，以下「バクロフェン」の確認試験(1)を準用する.

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」25mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液50mLを加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257～261nm，264～268nm及び272～276nmに吸収の極大を示す.

（3）　本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」0.01gに対応する量をとり，メタノール／酢酸(100)混液

(4：1)2mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にバクロフェン標準品0.01gをメタノール／酢酸(100)混液(4：1)2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液5mLを加え，超音波により粒子を小さく分散させ，更に，10分間振り混ぜた後，1mL中にバクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)約0.5mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，フェノールフタレイン試液2滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品(別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，フェノールフタレイン試液2滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液4mLを加えて振り混ぜた後，水浴上で20分間加熱し，直ちに2分間激しく振り混ぜる．冷後，それぞれに水／1－プロパノール混液(1：1)を加えて正確に25mLとする．これらの液につき，水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長570nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

バクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したバクロフェン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水500mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にバクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品(別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長220nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

バクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 50$

M_S：バクロフェン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のバクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．バクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液130mLを加えて10分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，フェノールフタレイン試液2滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品(別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.25gを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，フェノールフタレイン試液2滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液4mLを加えて振り混ぜた後，水浴上で20分間加熱し，直ちに2分間激しく振り混ぜる．冷後，それぞれに水／1－プロパノール混液(1：1)を加えて正確に25mLとする．これらの液につき，水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長570nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

バクロフェン($C_{10}H_{12}ClNO_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 5$

M_S：脱水物に換算したバクロフェン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

バシトラシン

Bacitracin

[*1405-87-4*]

本品は，*Bacillus subtilis*又は*Bacillus licheniformis*の培養によって得られる抗細菌活性を有するバシトラシンAを主成分とするペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり60単位以上を含む．ただし，本品の力価は，バシトラシンA($C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$：1422.69)としての量を単位で示し，その1単位はバシトラシンA($C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$)23.8μgに対応する．

性状　本品は白色～淡褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)3mLに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液3mLを加え，液が赤桃色～赤紫色になるまで振り混ぜた後，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)数滴を加え，振り混ぜるとき，液は，緑色～暗緑色を呈する．

（2）　本品及びバシトラシン標準品60mgずつを水10mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶

液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／酢酸(100)／水／ピリジン／エタノール(99.5)混液(30：15：10：6：5)を展開溶媒として約10cm展開した後，風乾する．これに，ニンヒドリン試液を均等に噴霧し，110℃で5分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.15gを0.05mol/L硫酸試液に溶かし，100mLとする．この液2mLに0.05mol/L硫酸試液を加えて10mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，波長252nm及び290nmにおける吸光度A_1及びA_2を測定するとき，A_2／A_1は0.20以下である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 10240を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の3)のiiiを用いる．

（iii）　標準溶液　バシトラシン標準品約400単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は10℃以下に保存し，2日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約400単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

乾燥破傷風ウマ抗毒素

Freeze-dried Tetanus Antitoxin, Equine

乾燥破傷風抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中の破傷風抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥破傷風ウマ抗毒素の条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

沈降破傷風トキソイド

Adsorbed Tetanus Toxoid

本品は破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得られた破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降破傷風トキソイドの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

バソプレシン注射液

Vasopressin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は健康なウシ又はブタなどの脳下垂体後葉から大部分の子宮収縮成分のオキシトシンを除いて得た血圧上昇成分のバソプレシン又は合成によって得たバソプレシンを含む．

本品は定量するとき，表示されたバソプレシン単位の85～120%を含む．

製法　本品は脳下垂体後葉から得たバソプレシン部分又は合成によって得たバソプレシンをとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

pH：3.0～4.0

純度試験　子宮収縮成分　本品は次の方法により試験を行うとき，子宮収縮成分の量は，定量された10バソプレシン単位につき，0.6オキシトシン単位以下である．

（i）　標準原液　オキシトシン標準品の表示単位に従い，その200単位につき，薄めた酢酸(100)(1→400)10mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→400)を加えて正確に10mLとする．この液は凍結を避け，冷所に保存し，調製後6箇月以内に使用する．

（ii）　標準溶液　標準原液に生理食塩液を加えて，その1mL中に0.020オキシトシン単位を含むように薄める．

（iii）　試料溶液　本品の定量されたバソプレシン単位の6／100の単位を求め，オキシトシン単位と仮定する．本品に生理食塩液を加えて，その1mL中に仮定した0.020オキシトシン単位を含むように薄める．

（iv）　装置　摘出子宮収縮実験用装置を用いるが，精密な温度調節器を用い，浴温を37～38℃の間の一定温度に保ち，試験中はこの温度が0.1℃以上の差がないようにする．また，100mLのマグナス容器を用いて子宮を懸垂する．

（v）　試験動物　体重175～350gの発情期でない健康な処女モルモットを用いる．ただし，幼時から雄を見ないように分けて飼育し，更に雄の体臭をも感じさせないようにする．

（vi）　操作法　マグナス容器は一定温度に保った恒温槽に浸し，ロック・リンゲル試液を入れ，酸素を適当に通じておく．モルモットの頭を打って殺し，直ちに子宮を摘出し，マグナス容器に懸垂し，子宮角の一端を糸でヘーベルに連結する．必要ならば，ヘーベルに加重し，この質量は試験中変えない．

15～30分後，子宮が十分に伸びきったとき，試験を始める．標準溶液及び試料溶液のそれぞれ0.1～0.5mLの等容量を交互に10～20分間の一定時間をおいて2回マグナス容器に加え，最後に別に標準溶液の25％増量した容量を加え，子宮を収縮させ，その収縮の高さを測定する．

標準溶液による子宮収縮の高さの平均は，試料溶液による子宮収縮の高さの平均に等しいか，又はそれより大きい．また，最後の増量した標準溶液による子宮収縮の高さは，前の標準溶液による子宮収縮の高さより明らかに大きい．

エンドトキシン〈*4.01*〉　15EU/バソプレシン単位未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法

(ⅰ) 試験動物　体重200～300gの健康な雄のシロネズミを用いる．

(ⅱ) 標準原液　バソプレシン標準品の表示単位に従い，その2000単位につき，薄めた酢酸(100)(1→400)100mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→400)を加えて正確に10mLとする．この液は凍結を避け，冷所に保存し，調製後6箇月以内に使用する．

(ⅲ) 標準溶液　標準原液に生理食塩液を加えて薄める．その薄め方は(ⅵ)の操作法に従って，薄めた液0.2mLを試験動物に注射するとき，試験動物の血圧を35～60mmHg上昇するように調節し，これを高用量標準溶液S_Hとする．更にこの液に生理食塩液を加えて1.5～2.0倍容量に薄め，低用量標準溶液S_Lとする．

(ⅳ) 試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，高用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように生理食塩液を加えて薄め，これを高用量試料溶液T_Hとする．更にこの液に生理食塩液を加えて1.5～2.0倍容量に薄め，低用量試料溶液T_Lとする．ただし，S_HとS_Lとの濃度比はT_HとT_Lとの濃度比に等しくする．反応が変化したときは，次の1組の試験の初めにS_HとT_Hの濃度を調節する．この場合S_HとS_L及びT_HとT_Lとの濃度比は初めの比と等しくする．

(ⅴ) 注射量　通例，0.2mLで，予試験又は経験に基づいて定めるが，その注射量は1組の試験を通じて等容量とする．

(ⅵ) 操作法　試験動物に，その体重100gにつき，カルバミン酸エチル溶液(1→4)0.7mLを皮下注射して麻酔し，気管にカニューレを挿入し，人工呼吸(呼吸数：毎分約60)を行い，第二頸椎骨の一部を除き，脊髄を切断し，大後頭孔を経て脳髄を破壊する．股静脈にあらかじめ生理食塩液を満たしたカニューレを挿入する．体重100gにつき，ヘパリンナトリウム200ヘパリン単位に生理食塩液0.1mLを加えて溶かした液をこのカニューレを経て注射し，直ちに生理食塩液0.3mLで流し込む．次に頸動脈にカニューレを挿入し，ビニール管を用いて血圧マノメーターに連結する．あらかじめ，動脈カニューレ及びビニール管には生理食塩液を満たしておく．注射後，上昇した血圧が注射前の基線に戻るように10～15分間の一定時間をおいて，標準溶液及び試料溶液をカニューレを経て静脈に注射し，キモグラムの血圧の上昇値を1mmHgまで測定する．ただし，試験温度は20～25℃とする．また，注射順位はS_H，S_L，T_H及びT_Lを用いて次に示す4対を作り，各対中においては示された順序とし，各対の順位は無作為とする．

第1対S_H，T_L

第2対S_L，T_H

第3対T_H，S_L

第4対T_L，S_H

この試験は同じ試験動物を用いて4対をもって1組の試験とし，通例，2組で行う．ただし，各組については異なった試験動物を使用してもよい．

(ⅶ) 計算法　各組の第1対，第2対，第3対及び第4対における高用量及び低用量の起こした血圧上昇の差をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各組におけるy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ合計してY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mL中の単位数

＝antilog M × (高用量標準溶液1mL中の単位数) × b/a

$M=(IY_a/Y_b)$

$I=\log(S_H/S_L)=\log(T_H/T_L)$

$Y_a=-Y_1+Y_2+Y_3-Y_4$

$Y_b=Y_1+Y_2+Y_3+Y_4$

a：試料の採取量(mL)

b：試料の採取量からこれを生理食塩液で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によってL(P＝0.95)を計算するとき，Lは0.15以下である．もし，この値を超えるときは，この値以下になるまで試験の組数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

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

$C=\{Y_b^2/(Y_b^2-4fs^2t^2)\}$

f：組の数

$s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)-(Y'/4)+(Y_b^2/4f)\}/n$

Σy^2：各組のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

Y'：1組におけるy_1，y_2，y_3及びy_4の和を2乗し，各組のこの数を合計した値

$n=3(f-1)$

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

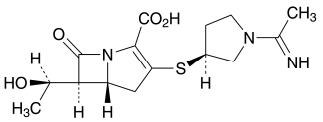
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

容器　密封容器.

有効期限　製造後36箇月.

パニペネム

Panipenem



$C_{15}H_{21}N_3O_4S$：339.41

(5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-Hydroxyethyl]-3-[(3*S*)-1-(1-iminoethyl)pyrrolidin-3-ylsulfanyl]-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid

[*87726-17-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物1mg当たり900～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，パニペネム($C_{15}H_{21}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

本品は湿気によって潮解する.

確認試験

（1）　本品0.02gを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液1mLを加え，3分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する.

（2）　本品のpH7.0の0.02mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長296～300nmに吸収の極大を示す.

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1760cm^{-1}，1676cm^{-1}，1632cm^{-1}，1588cm^{-1}，1384cm^{-1}及び1249cm^{-1}付近に吸収を認める.

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(298nm)：280～310(脱水及び脱溶媒物に換算したもの50mg，pH7.0の0.02mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，2500mL).

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋55～＋65°(脱水及び脱溶媒物に換算したもの0.1g，pH7.0の0.1mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，10mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である.

純度試験

（1）　溶状　別に規定する.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.2gを精密に量り，20mLの細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液2mL及び水2mLを正確に加えて溶かし，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)15mL及びアセトン3mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液1mL及び2mLを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に20mLとする．それぞれの液2mLを正確に量り，20mLの細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液2mLを正確に加え，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)を一定の室温に保った水浴中で穏やかに振り混ぜた後，30分間放置する．それぞれの容器内の気体1mLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}，標準溶液(1)の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比Q_{Sa1}及びQ_{Sb1}，並びに標準溶液(2)の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比Q_{Sa2}及びQ_{Sb2}を求める．次式により，エタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ5.0%以下及び1.0%以下である.

エタノールの量(%)

$$= 15 \times 0.79 \times (Q_{Ta} + Q_{Sa2} - 2Q_{Sa1}) / 2(Q_{Sa2} - Q_{Sa1}) \times 1/1000 \times 100/M$$

M：本品の秤取量(g)

アセトンの量(%)

$$= 3 \times 0.79 \times (Q_{Tb} + Q_{Sb2} - 2Q_{Sb1}) / 2(Q_{Sb2} - Q_{Sb1}) \times 1/1000 \times 100/M$$

M：本品の秤取量(g)

0.79：エタノール(99.5)及びアセトンの密度(g/mL)

内標準溶液　1－プロパノール溶液(1→400)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径1mm，長さ40mのガラス管にガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを固定したもの.

カラム温度：140℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：1－プロパノールの保持時間が約6分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液(2)の気体1mLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，アセトン，内標準物質の順に流出し，エタノールとアセトンの分離度は4以上である.

システムの再現性：6個の標準溶液(2)の気体1mLずつにつき，上記の条件で試験を繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は5.0%以下である.

（4）　類縁物質　別に規定する.

水分　本品約0.5gを精密に量り，15mLの細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液2mLを正確に加えて溶か

し，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，試料溶液とする．別に水2gを精密に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとする．この液5mL及び10mLを正確に量り，それぞれに内標準溶液を加えて正確に20mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する水のピーク面積の比Q_T，Q_{S1}及びQ_{S2}を求める．次式により，水の量を求めるとき，5.0%以下である．

水分(%)

$$= M_S / M_T \times (Q_T + Q_{S2} - 2Q_{S1}) / 2(Q_{S2} - Q_{S1}) \times 1/100 \times 100$$

M_S：水の秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　アセトニトリルのメタノール溶液(1→100)

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：125℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：アセトニトリルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液(2)1μLにつき，上記の条件で操作するとき，水，メタノール，内標準物質の順に流出し，水と内標準物質の分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液(2)1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する水のピーク面積の比の相対標準偏差は5.0%以下である．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.15EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びパニペネム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.02mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，pH7.0の0.02mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により調製後30分以内に試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパニペネムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

パニペネム($C_{15}H_{21}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

M_S：パニペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－スチレンスルホン酸ナトリウムのpH7.0の0.02mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH8.0の0.02mol/L 3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液／アセトニトリル混液(50：1)

流量：内標準物質の保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パニペネム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するパニペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

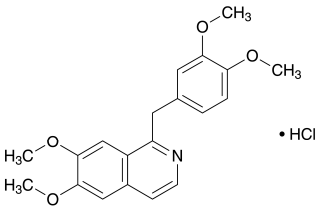
保存条件　－10℃以下で保存する．

容器　気密容器．

パパベリン塩酸塩

Papaverine Hydrochloride

塩酸パパベリン



$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$：375.85

6,7-Dimethoxy-1-(3,4-dimethoxybenzyl)isoquinoline monohydrochloride

[*61-25-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，パパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸(100)にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

確認試験

（1）　本品1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液1滴を加えるとき，液は無色～淡黄緑色を呈し，徐々に濃赤色を経て褐色に変わる．

（2）　本品0.02gを水1mLに溶かし，酢酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品1mgを無水酢酸3mL及び硫酸5滴に溶かし，水浴

中で1分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．

（4） 本品0.1gを水10mLに溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，水5mLで洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は145～148℃である．

（5） 本品の水溶液(1→50)にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） モルヒネ 本品10mgを水1mLに溶かし，1－ニトロソ－2－ナフトール試液5mL及び硝酸カリウム溶液(1→10)2mLを加え，40℃で2分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→5000)1mLを加え，40℃で5分間加温し，冷後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（3） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品0.12gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液S又はPより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝37.59mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

パパベリン塩酸塩注射液

Papaverine Hydrochloride Injection

塩酸パパベリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するパパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4$・HCl：375.85)を含む．

製法 本品は「パパベリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

pH：3.0～5.0

確認試験

（1） 本品1mLに酢酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品の表示量に従い「パパベリン塩酸塩」0.1gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，水5mLで洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は145～148℃である．

（3） (2)で得た残留物1mgずつをとり，以下「パパベリン塩酸塩」の確認試験(1)及び(3)を準用する．

（4） 本品2mLにアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

エンドトキシン〈4.01〉 6.0EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のパパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4$・HCl)約0.2gに対応する容量を正確に量り，水を加えて10mLとした後，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，クロロホルム20mL，15mL，10mL及び10mLで抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水10mLで洗い，洗液は更にクロロホルム5mLずつで2回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去する．残留物を酢酸(100)30mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝18.79mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密封容器．

乾燥はぶウマ抗毒素

Freeze-dried Habu Antivenom, Equine

乾燥はぶ抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のはぶ抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥はぶウマ抗毒素の条に適合する．

性状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

沈降はぶトキソイド

Adsorbed Habu-venom Toxoid

本品はハブ(Trimeresurus flavoviridis)の産する毒性物質をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得られたはぶトキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

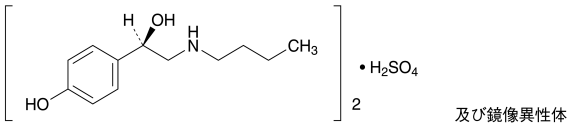
本品は生物学的製剤基準の沈降はぶトキソイドの条に適合する．

性状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

バメタン硫酸塩

Bamethan Sulfate

硫酸バメタン



$(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$：516.65

(1*RS*)-2-Butylamino-1-(4-hydroxyphenyl)ethanol hemisulfate

[*5716-20-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，バメタン硫酸塩[$(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$]99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約169℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)1mLに4－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1→2000)5mL及びpH9.2のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液10mLを加えるとき，液はだいだい赤色を呈する.

（2）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1618cm^{-1}，1597cm^{-1}，1518cm^{-1}，1118cm^{-1}及び833cm^{-1}付近に吸収を認める.

（4）　本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない.

比較液：色の比較液O 1.5mLに薄めた塩酸(1→40)を加えて200mLとする.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品3.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.002%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.10gをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により，試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い，クロロホルム／メタノール混液(7：2)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，15分間風乾した後，更に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧し，1分後亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)を均等に噴霧し，直ちにガラスプレートを薄層板の上に置く．30分後この薄層板を観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.75gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝ 51.67mg $(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法　容器　気密容器.

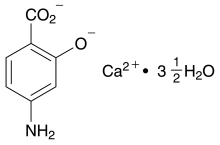
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物

Calcium Paraaminosalicylate Hydrate

パスカルシウム

パスカルシウム水和物

パラアミノサリチル酸カルシウム



$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：254.25

Monocalcium 4-amino-2-oxidobenzoate hemiheptahydrate

[*133-15-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パラアミノサリチル酸カルシウム($C_7H_5CaNO_3$：191.20)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色又はわずかに着色した粉末で，味はわずかに苦い.

本品は水に極めて溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に褐色になる.

確認試験

（1）　本品50mgに水100mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLに1mol/L塩酸試液1mLを加え，振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本

品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３） 本品3gに塩化アンモニウム試液15mL及び水15mLを加えて水浴上でほとんど溶けるまで加熱する．冷後，ろ過するとき，ろ液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(2)及び(3)を呈する．

純度試験

（１） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gを希硝酸15mL及び水に溶かし50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.025%以下).

（２） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gに0.1mol/L塩酸試液20mLを加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下).

（４） 3－アミノフェノール 本品0.10gに氷水中で冷却した0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液5mLを加え，激しく振り混ぜて溶かし，直ちに氷水中で冷却したpH11.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3mLを加えて振り混ぜる．次に硫酸4－アミノ－*N*,*N*－ジエチルアニリン試液2mLを加えて振り混ぜ，シクロヘキサン10.0mL及び薄めたヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液(1→10)4mLを加え，直ちに20秒間振り混ぜる．この液を遠心分離してシクロヘキサン層を分取し，薄めたアンモニア試液(1→14)5mLずつで2回洗い，無水硫酸ナトリウム1gを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，澄明なシクロヘキサン層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：3－アミノフェノール50mgを水に溶かし，正確に500mLとする．この液20mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5.0mLをとり，氷水中で冷却したpH11.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3mLを加えて振り混ぜ，以下，同様に操作する．

水分〈2.48〉 23.3～26.3%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品約0.2gを精密に量り，水60mL及び希塩酸0.75mLを加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液30mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に0.05mol/L臭素液25mLを加え，次に臭化カリウム溶液(1→4)20mLを加え，更に酢酸(100)／塩酸混液(5：2)14mLを速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜ10分間放置する．次にヨウ化カリウム試液6mLを注意して加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜ，5分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL).
同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝3.187mg $C_7H_5CaNO_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒

Calcium Paraaminosalicylate Granules

パスカルシウム顆粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するパラアミノサリチル酸カルシウム水和物($C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$：254.25)を含む．

製法 本品は「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」50mgに対応する量をとり，水100mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLに1mol/L塩酸試液1mLを加え，振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品の表示量に従いパラアミノサリチル酸カルシウム水和物($C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$)約0.25gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし試料溶液とする．別に定量用パラアミノサリチル酸カルシウム水和物(別途「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長300nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

パラアミノサリチル酸カルシウム水和物($C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 900 \times 1.330$

M_S：脱水物に換算した定量用パラアミノサリチル酸カルシウムの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のパラアミノサリチル酸カルシウム水和物($C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$)の表示量(mg)

定量法 本品を粉末とし，パラアミノサリチル酸カルシウム水和物($C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$)約0.2gに対応する量を精密に量り，水60mL及び希塩酸0.75mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．ろ液30mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下，「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」の定量法を準用する．

0.05mol/L臭素液1mL＝4.238mg $C_7H_5CaNO_3$・$3\frac{1}{2}H_2O$

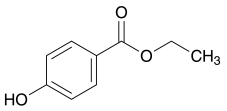
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

パラオキシ安息香酸エチル

Ethyl Parahydroxybenzoate



$C_9H_{10}O_3$：166.17

Ethyl 4-hydroxybenzoate

[*120-47-8*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸エチル($C_9H_{10}O_3$)98.0～102.0%を含む．

◆**性状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．◆

確認試験

（1）　本品の融点〈*2.60*〉は115～118℃である．

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液5.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液12.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

（2）　酸　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，新たに煮沸して冷却した水5mL及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをアセトン25mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．◆

（4）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水／酢酸(100)混液(70：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

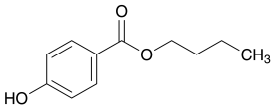
定量法　本品約1gを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝166.2mg $C_9H_{10}O_3$

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

パラオキシ安息香酸ブチル

Butyl Parahydroxybenzoate



$C_{11}H_{14}O_3$：194.23

Butyl 4-hydroxybenzoate

[*94-26-8*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸ブチル($C_{11}H_{14}O_3$)98.0～102.0%を含む．

◆**性状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　本品の融点〈*2.60*〉は68～71℃である．

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液5.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液12.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

（2）　酸　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，新たに煮沸して冷却した水5mL及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをアセトン25mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．◆

（４） 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水／酢酸(100)混液(70：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

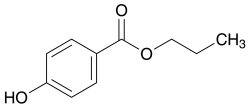
定量法 本品約1gを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝194.2mg $C_{11}H_{14}O_3$

◆**貯法** 容器 密閉容器.◆

パラオキシ安息香酸プロピル

Propyl Parahydroxybenzoate



$C_{10}H_{12}O_3$：180.20
Propyl 4-hydroxybenzoate
[*94-13-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸プロピル($C_{10}H_{12}O_3$)98.0～102.0%を含む．

◆**性状** 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい.◆

確認試験

（１） 本品の融点〈2.60〉は96～99℃である．

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

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液5.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液12.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLをとり，水を加えて1000mLとする．

（２） 酸 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，新たに煮沸して冷却した水5mL及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき，液は青色を呈する．

◆（３） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).◆

（４） 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水／酢酸(100)混液(70：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

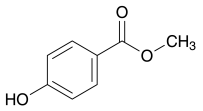
定量法 本品約1gを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝180.2mg $C_{10}H_{12}O_3$

◆**貯法** 容器 密閉容器.◆

パラオキシ安息香酸メチル

Methyl Parahydroxybenzoate



$C_8H_8O_3$：152.15
Methyl 4-hydroxybenzoate
[*98-76-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸メチル($C_8H_8O_3$)98.0～102.0%を含む．

◆**性状** 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に溶

けにくい.◆

確認試験

（1）　本品の融点〈2.60〉は125～128℃である.

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液5.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液12.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLをとり，水を加えて1000mLとする.

（2）　酸　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，新たに煮沸して冷却した水5mL及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき，液は青色を呈する.

◆（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをアセトン25mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).◆

（4）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水／酢酸(100)混液(70：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約1gを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加え，約70℃で1時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う.

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝152.1mg $C_8H_8O_3$

◆**貯法**　容器　密閉容器.◆

パラフィン
Paraffin

本品は石油から得た固形の炭化水素類の混合物である.

性状　本品は無色又は白色のやや透明な結晶性の塊で，におい及び味はない.

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水，エタノール(95)又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない.

比重　d_{20}^{20}：約0.92[油脂試験法〈1.13〉の「4.比重」の4.2.を準用する].

確認試験

（1）　本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する.

（2）　本品0.5gにイオウ0.5gを加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する.

融点〈2.60〉　50～75℃(第2法).

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品10.0gに熱湯10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，水浴中で5分間加熱した後，激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する.

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450～550℃で灰化する．冷後，塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　イオウ化合物　本品4.0gにエタノール(99.5)2mLを加え，これに水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(Ⅱ)を飽和した澄明な液2滴を加え，しばしば振り混ぜながら70℃で10分間加熱するとき，水層は暗褐色を呈しない.

（5）　硫酸呈色物　本品5.0gをネスラー管にとり，融点付近で融解し，硫酸呈色物用硫酸5mLを加えて，70℃の水浴中で5分間加温後取り出す．次に直ちに3秒間激しく上下に振り，70℃の水浴中で，1分間加温する操作を5回繰り返すとき，硫酸層の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mLに塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5mL，硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.50mL及び流動パラフィン5mLを加え激しく振り混ぜる.

貯法　容器　密閉容器.

流動パラフィン
Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である.

本品には安定剤として適当な型のトコフェロール0.001%以下を加えることができる.

性状　本品は無色で，ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で，におい及び味はない.

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水又はエタノール(95)にほとんど溶けない.

沸点：300℃以上.

確認試験

（1）　本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する.

（2）　本品0.5gにイオウ0.5gを加え，注意して振り混ぜなが

ら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.860～0.890

粘度〈2.53〉 37mm²/s以上(第1法，37.8℃).

純度試験

（1） におい 本品を小ビーカーにとり，水浴上で加熱するとき，異臭を発しない．

（2） 酸又はアルカリ 本品10mLに熱湯10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えて激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに，0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450～550℃で灰化する．冷後，塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(2ppm以下).

（5） 固形パラフィン 本品を105℃で2時間乾燥し，その50mLをネスラー管にとり，氷水中で4時間冷却するとき，混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸1.5mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加え，5分間放置する．

（6） イオウ化合物 本品4.0mLにエタノール(99.5)2mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(Ⅱ)を飽和した澄明な液2滴を加え，しばしば振り混ぜながら，70℃で10分間加熱した後，放冷するとき，液は暗褐色を呈しない．

（7） 多環芳香族炭化水素 本品25mLを25mLのメスシリンダーにとり，100mLの分液漏斗に移し，メスシリンダーを吸収スペクトル用ヘキサン25mLで洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，よく振り混ぜる．これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド5.0mLを加え，2分間激しく振り混ぜた後，15分間放置する．下層を50mLの分液漏斗に移し，吸収スペクトル用ヘキサン2mLを加え，2分間激しく振り混ぜた後，2分間静置する．下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し，毎分2500～3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を試料溶液とする．別に吸収スペクトル用ヘキサン25mLを50mLの分液漏斗にとり，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド5.0mLを加え，2分間激しく振り混ぜた後，2分間静置する．下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し，毎分2500～3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により直ちに試験を行うとき，波長260～350nmにおける試料溶液の吸光度は0.10以下である．

（8） 硫酸呈色物 本品5mLをネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸5mLを加え，水浴中で2分間加熱した後，取り出し，直ちに5秒間激しく上下に振り混ぜる．この操作を引き続き4回繰り返すとき，流動パラフィン層は変色しない．また，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mLに塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.50mLを加えて振り混ぜる．

貯法 容器 気密容器.

軽質流動パラフィン

Light Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である．

本品は安定剤として適当な型のトコフェロール0.001%以下を加えることができる．

性状 本品は無色で，ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

沸点：300℃以上.

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する．

（2） 本品0.5gにイオウ0.5gを加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.830～0.870

粘度〈2.53〉 37mm²/s未満(第1法，37.8℃).

純度試験

（1） におい 本品を小ビーカーにとり，水浴上で加熱するとき，異臭を発しない．

（2） 酸又はアルカリ 本品10mLに熱湯10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えて激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450～550℃で灰化する．冷後，塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5） 固形パラフィン 本品を105℃で2時間乾燥し，その50mLをネスラー管にとり，氷水中で4時間冷却するとき，混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸1.5mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加え，5分間放置する．

（6） イオウ化合物 本品4.0mLにエタノール(99.5)2mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(Ⅱ)を飽和した澄明な液2滴を加え，しばしば振り混ぜながら，70℃で10分間加熱した後，放冷するとき，液は暗褐色を呈しない．

（7） 多環芳香族炭化水素 本品25mLを25mLのメスシリンダーにとり，100mLの分液漏斗に移し，メスシリンダーを吸収スペクトル用ヘキサン25mLで洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，よく振り混ぜる．これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド5.0mLを加え，2分間激しく振り混ぜた後，15分間放置する．下層を50mLの分液漏斗に移し，吸収スペクトル用ヘキサン2mLを加え，2分間激しく振り混ぜた後，2分間静置する．下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し，毎

分2500～3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を試料溶液とする．別に吸収スペクトル用ヘキサン25mLを50mLの分液漏斗にとり，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド5.0mLを加え，2分間激しく振り混ぜた後，2分間静置する．下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し，毎分2500～3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により直ちに試験を行うとき，波長260～350nmにおける試料溶液の吸光度は0.10以下である．

（８）　硫酸呈色物　本品5mLをネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸5mLを加え，水浴中で2分間加熱した後，取り出し，直ちに5秒間激しく上下に振り混ぜる．この操作を引き続き4回繰り返すとき，流動パラフィン層は変色しない．また，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mLに塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.50mLを加えて振り混ぜる．

貯法　容器　気密容器．

パラホルムアルデヒド

Paraformaldehyde

$(CH_2O)_n$

Poly(oxymethylene)

[*30525-89-4*]

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド(CH_2O：30.03)95.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末で，わずかにホルムアルデヒド臭があり，加熱するとき，強い刺激性のにおいを発する．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は熱湯，熱希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は約100℃で昇華する．

確認試験

（１）　本品0.1gをアンモニア試液5mLに溶かし，硝酸銀試液5mLを加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)3mLを加えるとき，直ちに器壁に銀鏡を生じる．

（２）　本品0.02gにサリチル酸0.04gを硫酸5mLに溶かした液を加え，徐々に加温するとき，液は持続する暗赤色を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品0.20gをアンモニア試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　液性　本品0.5gに水10mLを加えて1分間激しく振り混ぜ，ろ過するとき，液は中性である．

（３）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.5gに水75mL及び炭酸ナトリウム試液7.5mLを加えて溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約500℃に強熱する．残留物を水15mLに溶かし，必要ならばろ過し，薄めた硝酸(3→10)を加えて中性とし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに炭酸ナトリウム試液7.5mL，中性とするのに要した量の薄めた硝酸(3→10)，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.006%以下)．

（４）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.5gに水45mL及び炭酸ナトリウム試液4.5mLを加えて溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約500℃に強熱する．残留物を水15mLに溶かし，必要ならばろ過し，薄めた塩酸(3→5)を加えて中性とし，5分間煮沸する．冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は炭酸ナトリウム試液4.5mLに中性とするのに要した量の薄めた塩酸(3→5)及び水15mLを加えて5分間煮沸し，冷後，0.005mol/L硫酸0.35mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約50mgを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水酸化カリウム試液10mLに溶かし，水40mL及び正確に0.05mol/Lヨウ素液50mLを加えて密栓し，5分間放置する．次に希塩酸5mLを加えて直ちに密栓し，15分間放置した後，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝1.501mg CH_2O

貯法　容器　気密容器．

歯科用パラホルムパスタ

Dental Paraformaldehyde Paste

製法

パラホルムアルデヒド，細末	35g
プロカイン塩酸塩，細末	35g
加水ラノリン	適量
全量	100g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性状　本品は帯黄白色で，特異なにおいがある．

確認試験

（１）　本品0.15gにジエチルエーテル20mL及び0.5mol/L水酸化ナトリウム試液20mLを加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，水を加えて100mLとする．この液1mLにアセチルアセトン試液10mLを加え，水浴上で10分間加熱するとき，液は黄色を呈する(パラホルムアルデヒド)．

（２）　(1)のジエチルエーテル層に希塩酸5mL及び水20mLを加えてよく振り混ぜた後，水層を分取する．この液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する(プロカイン塩酸塩)．

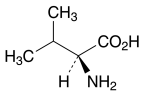
（３）　本品0.15gにジエチルエーテル25mL及び水25mLを加えて振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸プロカイン0.01gを水5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から

得たスポットのR_f値は等しい.

貯法 容器 気密容器.

Lーバリン

L-Valine



$C_5H_{11}NO_2$：117.15

(2*S*)-2-Amino-3-methylbutanoic acid

[*72-18-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーバリン($C_5H_{11}NO_2$)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘いが，後に苦い.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

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

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋26.5～＋29.0°(乾燥後，2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉 本品0.5gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である.

純度試験

（１） 溶状 本品0.5gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

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

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

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

（５） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（６） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（７） 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1ーブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

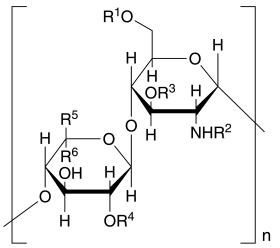
定量法 本品を乾燥し，その約0.12gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.72mg $C_5H_{11}NO_2$

貯法 容器 気密容器.

パルナパリンナトリウム

Parnaparin Sodium



R^1, R^3, R^4 = SO_3Na 又は H

R^2 = SO_3Na 又は

R^5 = CO_2Na, R^6 = H

又は

R^5 = H, R^6 = CO_2Na

n = 4－21

本品は健康なブタの腸粘膜から得たヘパリンナトリウムを過酸化水素及び酢酸第二銅を用いて分解して得た低分子ヘパリンナトリウムで，質量平均分子量は4500～6500である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり，抗第Xa因子活性70～95低分子量ヘパリン単位を含む.

性状 本品は白色～微黄色の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→20)0.1mLを，トルイジンブルーO溶液(1→100000)10mLに加えて振り混ぜるとき，液の色は青色から，直ちに紫色に変わる.

（２） 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉 本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である.

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（２） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

下).

乾燥減量〈2.41〉　8.0%以下(0.2g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間).

分子量　本品は次の方法により分子量を測定するとき，質量平均分子量は4500～6500である.

(ｉ)　検量線の作成　分子量測定用低分子量ヘパリン20mgを移動相2.0mLに溶かし，標準溶液とする．標準溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．紫外吸光光度計から得たクロマトグラムにおけるピークの高さをH_{UV}，示差屈折計から得たクロマトグラムにおけるピークの高さをH_{RI}とし，対応する各ピークの吸光度に対する示差屈折強度の比H_{RI}／H_{UV}を求める．紫外吸光光度計から得たクロマトグラムにおける低分子量側から4番目のピークの分子量を2400とし，この値をそのピークのH_{RI}／H_{UV}で除し，得られた値を標準化係数とする．標準化係数を各ピークのH_{RI}／H_{UV}に乗じ，得られた値をそれぞれのピークの分子量とする．各ピークの分子量の対数と，示差屈折計から得られたクロマトグラムにおけるピーク保持時間との関係から検量線を作成する.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)及び示差屈折計

カラム：内径7.5mm，長さ30cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんしたものを2本連結する．ただし，1本は排除限界分子量が約500000のものを，1本は排除限界分子量が約100000のものを用い，ポンプ，排除限界分子量約500000のカラム，排除限界分子量約100000のカラム，紫外吸光光度計，示差屈折計の順に接続する.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：無水硫酸ナトリウム28.4gを水1000mLに溶かし，0.05mol/L硫酸試液でpH5.0に調整する.

流量：毎分0.5mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，紫外吸光光度計及び示差屈折計から得られたクロマトグラムにおいて，それぞれ10個以上のピークが認められるものを用いる.

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，低分子量側から4番目のピークの高さ(H_{UV}及びH_{RI})の標準偏差は3.0%以下である.

(ⅱ)　分子量の測定　本品20mgを移動相2.0mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．保持時間30～45分の間に認められる主ピークにつき，ピークの出始めから終わりまでを30秒間隔で分割し，各画分の示差屈折強度を求める．次に各画分の分子量を，あらかじめ作成した検量線を用いて計算する．各画分の示差屈折強度及び分子量から，ピーク全体の質量平均分子量を次式により求める.

$$質量平均分子量 = \Sigma(n_i \cdot M_i) / \Sigma n_i$$

n_i：主ピークのi番目の画分の示差屈折強度

M_i：主ピークのi番目の画分の分子量

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム，カラム温度，移動相及び流量は(ｉ)検量線の作成の試験条件を準用する.

システム適合性

(ｉ)検量線の作成のシステム適合性を準用する.

分子量分布　本品は，分子量の項の方法により分子量を測定し，次式により分子量分布を求めるとき，全分子の80%以上が分子量1500～10000である.

$$分子量分布(\%) = (\Sigma n_j / \Sigma n_i) \times 100$$

n_i：主ピークのi番目の画分の示差屈折強度

Σn_j：主ピークの分子量1500～10000の画分の示差屈折強度の合計

硫酸エステル化の度合　本品0.5gを水10mLに溶かし，強塩基性イオン交換樹脂5mLで処理した後，強酸性イオン交換樹脂10mLで処理する．この液に水を加えて50mLとした後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．得られた当量点から次式により硫酸エステル化の度合を求めるとき，2.0～2.4である.

硫酸エステル化の度合

＝第一当量点(mL)／[第二当量点(mL)－第一当量点(mL)]

総窒素　本品を乾燥し，その約0.10gを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は1.9～2.3%である.

抗第Ⅱa因子活性　本品は次の方法により抗第Ⅱa因子活性を測定するとき，換算した乾燥物に対し，1mg中35～60低分子量ヘパリン単位(抗第Ⅱa因子活性)を含む.

(ｉ)　標準溶液　低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶かし，1mL中に0.1，0.2及び0.3低分子量ヘパリン単位(抗第Ⅱa因子活性)を含むように調製する.

(ⅱ)　試料溶液　本品約50mgを精密に量り，生理食塩液に溶かし，1mL中に4μgを含むように調製する.

(ⅲ)　操作法　プラスチック製試験管に，試料溶液及び標準溶液を別々に0.10mLずつ入れ，更にそれぞれにヒト正常血漿0.10mLずつを加え，混ぜ合わせ，37±1℃に正確に1分間保つ．次にそれぞれの試験管に，あらかじめ37±1℃に保った活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液0.10mLずつを加え，混ぜ合わせ，37±1℃に正確に5分間保つ．その後それぞれの試験管に，あらかじめ37±1℃に保った塩化カルシウム溶液(277→100000)0.10mLずつを加え，混ぜ合わせ，同時に秒時計を動かし，37±1℃に保ち，フィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する.

(ⅳ)　計算法　それぞれの標準溶液から得た液の凝固時間から作成した検量線を用いて，試料溶液の低分子量ヘパリン単位(抗第Ⅱa因子活性)数を求め，次式により1mg中の低分子量ヘパリン単位(抗第Ⅱa因子活性)数を求める.

本品1mg中の低分子量ヘパリン単位(抗第Ⅱa因子活性)数

＝試料溶液1mL中の低分子量ヘパリン単位(抗第Ⅱa因子活性)数 × b/a

a：本品の秤取量(mg)

b：試料溶液を調製したときの全容量(mL)

抗第Xa因子活性・抗第Ⅱa因子活性比　定量法で得た抗第Xa因子活性を，抗第Ⅱa因子活性で得た抗第Ⅱa因子活性で除し，抗第Xa因子活性・抗第Ⅱa因子活性比を求めるとき1.5～2.5である．

定量法

（ⅰ）　標準溶液　低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶かし，1mL中に0.4，0.6及び0.8低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)を含むように調製する．

（ⅱ）　試料溶液　本品約50mgを精密に量り，生理食塩液に溶かし，1mL中に7μgを含むように調製する．

（ⅲ）　操作法　プラスチック製試験管に，試料溶液及び標準溶液を別々に0.10mLずつ入れ，更にそれぞれにpH8.4のトリス緩衝液0.70mL，アンチトロンビンⅢ試液0.10mL及びヒト正常血漿0.10mLずつを加え，混ぜ合わせる．別のプラスチック製試験管に，これらの液を別々に0.20mLずつ入れ，37±1℃に正確に3分間保つ．次にそれぞれの試験管に，第Xa因子試液0.10mLずつを加え，混ぜ合わせ，37±1℃に正確に30秒間保った後，直ちに発色性合成基質溶液(3→4000)0.20mLずつを加え，混ぜ合わせ，更に37±1℃に正確に3分間保つ．その後それぞれの試験管に薄めた酢酸(100)(1→2)0.30mLずつを加えて反応を停止させる．別にプラスチック製試験管に生理食塩液0.10mLをとり，pH8.4のトリス緩衝液0.70mL，アンチトロンビンⅢ試液0.10mL及びヒト正常血漿0.10mLを加え，混ぜ合わせる．別のプラスチック製試験管に，この液0.20mLをとり，水0.30mL及び薄めた酢酸(100)(1→2)0.30mLを加え，混ぜ合わせる．この液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長405nmにおける吸光度を測定する．

（ⅳ）　計算法　それぞれの標準溶液から得た液の吸光度と濃度の対数から作成した検量線を用いて，試料溶液の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数を求め，次式に従って1mg中の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数を計算する．

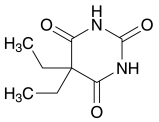
本品1mg中の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数
＝試料溶液1mL中の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数 × *b*／*a*

a：本品の秤取量(mg)
b：試料溶液を調製したときの全容量(mL)

貯法　容器　密封容器．

バルビタール

Barbital



$C_8H_{12}N_2O_3$：184.19
5,5-Diethylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione
[*57-44-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，バルビタール($C_8H_{12}N_2O_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はクロロホルムに溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品の飽和水溶液のpHは5.0～6.0である．

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2）　本品0.05gを薄めたピリジン(1→10)5mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液0.3mLを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，赤紫色の沈殿を生じる．また，これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色を呈する．別に本品0.05gをとり，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2～3滴及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて溶かし，クロロホルム5mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液0.3mLを加えるとき，水層に赤紫色の沈殿を生じ，この沈殿は振り混ぜるとき，クロロホルムに溶けない．

（3）　本品0.4gに無水炭酸ナトリウム0.1g及び水4mLを加えて振り混ぜ，4－ニトロ塩化ベンジル0.3gをエタノール(95)7mLに溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱した後，1時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液7mL及び水少量で洗い，エタノール(95)／クロロホルム混液(1：1)から再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は192～196℃である．

融点〈*2.60*〉　189～192℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.30gをアセトン20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gをアセトン20mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLにアセトン20mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（５）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

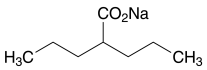
定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，エタノール(95)5mL及びクロロホルム50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝18.42mg $C_8H_{12}N_2O_3$

貯法　容器　密閉容器.

バルプロ酸ナトリウム

Sodium Valproate



$C_8H_{15}NaO_2$：166.19
Monosodium 2-propylpentanoate
[*1069-66-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすい.

本品は吸湿性である.

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→20)5mLに硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→20)1mLを加え，水浴上で加温するとき，紫色の沈殿を生じる.

（２）　本品0.5gを水5mLに溶かし，ジエチルエーテル5mL及び2mol/L塩酸試液1mLを加えて1分間激しく振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水し，ろ過する．ろ液の溶媒を留去し，残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により測定して得たスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（３）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.0～8.5である.

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを水44mLに溶かし，希塩酸6mLを加えて振り混ぜ，5分間放置した後，ろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（２）　類縁物質　本品0.10gをギ酸／酢酸メチル混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ギ酸／酢酸メチル混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%及び1%の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度：145℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：バルプロ酸の保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルプロ酸の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液2mL及び*n*－吉草酸8μLを量り，ギ酸／酢酸メチル混液(1：1)を加えて10mLとする．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，*n*－吉草酸，バルプロ酸の順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液2mLを正確に量り，ギ酸／酢酸メチル混液(1：1)を加えて10mLとする．この液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バルプロ酸のピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.62mg $C_8H_{15}NaO_2$

貯法　容器　気密容器.

バルプロ酸ナトリウム錠

Sodium Valproate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$：166.19)を含む.

製法　本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「バルプロ酸ナトリ

ウム」0.5gに対応する量をとり，水10mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLに硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→20)1mLを加え，水浴上で加温するとき，紫色の沈殿を生じる．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相7V／10 mLを加えて激しく振り混ぜた後，1mL中にバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)約1mgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，よく振り混ぜ，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(1→50000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)約0.11mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用バルプロ酸ナトリウムを105℃で3時間乾燥し，その約56mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)
C：1錠中のバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，バルプロ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バルプロ酸のピーク面積の相対標準偏差は，1.5%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)約0.2gに対応する量を精密に量り，移動相約160mLを加えてよく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に200mLとし，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用バルプロ酸ナトリウムを105℃で3時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するバルプロ酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(1→50000)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(1：1)
流量：バルプロ酸の保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，バルプロ酸の順に溶出し，その分離度は7以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するバルプロ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

バルプロ酸ナトリウムシロップ
Sodium Valproate Syrup

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$：166.19)を含む．

製法　本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「バルプロ酸ナトリウム」50mgに対応する容量をとり，水を加えて10mLとする．この液5mLに硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→20)1mLを加え，水浴上で加温するとき，紫色の沈殿を生じる．

微生物限度〈4.05〉　本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は10^1CFUである．また，大腸菌は認めない．

定量法　本品のバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．

この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用バルプロ酸ナトリウムを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するバルプロ酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(1→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(1：1)

流量：バルプロ酸の保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

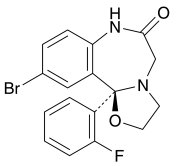
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，バルプロ酸の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するバルプロ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ハロキサゾラム

Haloxazolam



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$：377.21

(11b*RS*)-10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one

[*59128-97-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約183℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.01gをメタノール10mLに溶かし，塩酸1滴を加えた後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．この液に水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき，液の蛍光は直ちに消える．

（2）　本品0.05gをとり，希水酸化ナトリウム試液20mL及び過酸化水素(30)1mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は臭化物及びフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

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

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(247nm)：390～410(10mg，メタノール，1000mL)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(99.5)20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　可溶性ハロゲン化物　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈1.03〉を準用する．比較液には0.01mol/L塩酸0.10mLを加える．

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gを分解フラスコに入れ，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない(2ppm以下)．

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2.0mL及び水を加えて5mLとし，以下検液の試験と同様に操作する．

（5）　類縁物質　本品0.10gをアセトニトリル100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試

料溶液のハロキサゾラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ホウ酸6.2g及び塩化カリウム7.5gを水900mLに溶かし，トリエチルアミンでpH8.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液300mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：ハロキサゾラムの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロキサゾラムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たハロキサゾラムのピーク面積が，標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品及びクロキサゾラム10mgずつをアセトニトリル200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ハロキサゾラム，クロキサゾラムの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ハロキサゾラムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝37.72mg $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ハロタン

Halothane

及び鏡像異性体

$C_2HBrClF_3$：197.38

(2*RS*)-2-Bromo-2-chloro-1,1,1-trifluoroethane

[*151-67-7*]

本品は安定剤として「チモール」0.008～0.012%を含む．

性状　本品は無色澄明の流動しやすい液である．

本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又はイソオクタンと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は揮発性で，引火性はなく，加熱したガスに点火しても燃えない．

本品は光によって変化する．

屈折率　n_D^{20}：1.369～1.371

確認試験　本品約3μLを10cmの長さの光路を持つ気体セルにとり，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の気体試料測定法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.872～1.877

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品60mLに新たに煮沸して冷却した水60mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の色は赤紫色である．また，試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.6mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（2）　ハロゲン化物及びハロゲン　(1)の試料溶液5mLに硝酸1滴及び硝酸銀試液0.20mLを加えるとき，液は濁らない．また，(1)の試料溶液10mLにヨウ化カリウム試液1mL及びデンプン試液2滴を加え5分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（3）　ホスゲン　本品50mLを300mLの乾燥した三角フラスコにとり，栓をし，ホスゲン紙を栓から垂直に下げ，下端を液面上10mmの高さに保ち，暗所に20～24時間放置するとき，試験紙は黄変しない．

（4）　蒸発残留物　本品50mLを正確に量り，水浴上で蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

（5）　揮発性類縁物質　本品100mLをとり，内標準物質5.0μLを正確に加え，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ハロタン及び内標準物質以外のピークの合計面積は内標準物質のピーク面積より大きくない．

内標準物質　1,1,2－トリクロロ－1,2,2－トリフルオロエタン

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ3mの管の注入口側2mにガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール400を180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に30%の割合で被覆したものを充てんし，残りの1mにはフタル酸ジノニルを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に30%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が2～3分になるように調整する．

カラムの選定：本品3mLと内標準物質1mLを混和する．この液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ハロタンの順に流出し，その分離度が10以上のものを用いる．

検出感度：試料溶液5μLから得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの30～70%になるように調整する．

面積測定範囲：ハロタンの保持時間の約3倍の範囲

蒸留試験〈2.57〉　49～51℃において，1℃の範囲で95vol%以上留出する．

チモール量　本品0.50mLにイソオクタン5.0mL及び酸化チタン(Ⅳ)試液5.0mLを加え，30秒間激しく振り混ぜ，放置するとき，上層の液の色の濃さは次の比較液Aより濃く，比較液Bより濃くない．

比較液：定量用チモール0.225gをイソオクタンに溶かし，正確に100mLとする．この液各10mLをそれぞれ正確に量り，イソオクタンを加えて正確に150mL及び100mLとする．これらの液それぞれ0.50mLにつき，本品と同様に操作し，上層の液を比較液A及びBとする．

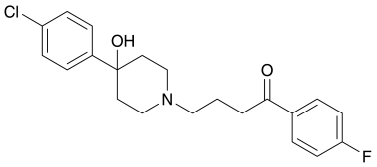
貯法

保存条件　遮光して，30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ハロペリドール

Haloperidol



$C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86

4-[4-(4-Chlorophenyl)-4-hydroxypiperidin-l-yl]-1-(4-fluorophenyl)butan-1-one

[*52-86-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，2－プロパノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品30mgを2－プロパノール100mLに溶かす．この液5mLに0.1mol/L塩酸試液10mL及び2－プロパノールを加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　149～153℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gに水50mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品25mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のハロペリドール以外のピークの面積は，標準溶液のハロペリドールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のハロペリドール以外のピークの合計面積は，標準溶液のハロペリドールのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，ハロペリドールに対する相対保持時間約0.5のピークの面積，相対保持時間約1.2のピークの面積及び相対保持時間約2.6のピークの面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.75，1.47及び0.76を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物2.95gを水900mLに溶かし，希塩酸を加えてpH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液300mLにメタノール700mLを加え，更にラウリル硫酸ナトリウム1.0gを加えて溶かす．

流量：ハロペリドールの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロペリドールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たハロペリドールのピーク面積が，標準溶液のハロペリドールの面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ハロペリドールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，酸化リン(V)，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する

(指示薬：クリスタルバイオレット試液1滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝37.59mg $C_{21}H_{23}ClFNO_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ハロペリドール細粒

Haloperidol Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86)を含む．

製法　本品は「ハロペリドール」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ハロペリドール」6mgに対応する量をとり，2－プロパノール70mLを加え，水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する．冷後，2－プロパノールを加えて100mLとした後，遠心分離する．上澄液5mLに0.1mol/L塩酸試液2mL及び2－プロパノールを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長219～223nm及び243～247nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品の表示量に従いハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約3mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約17mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のハロペリドールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量(mg)

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ハロペリドールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約10mgに対応する量を精密に量り，水10mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，内標準溶液20mLを正確に加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら30分間抽出し，移動相を加えて100mLとする．更に30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

M_S：定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物2.95gを水900mLに溶かし，希塩酸を加えてpH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液250mLにメタノール750mLを加え，更にラウリル硫酸ナトリウム1.0gを加えて溶かす．

流量：ハロペリドールの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ハロペリドール錠

Haloperidol Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86)を含む.

製法　本品は「ハロペリドール」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ハロペリドール」6mgに対応する量をとり，2－プロパノール70mLを加え，水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する．冷後，2－プロパノールを加えて100mLとした後，遠心分離し，上澄液5mLをとり，0.1mol/L塩酸試液2mL及び2－プロパノールを加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長219～223nm及び243～247nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，移動相5mLを加え，超音波処理を行い，粒子を小さく分散させた後，移動相30mLを加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら30分間抽出し，更に30分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約0.3mgに対応する量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液15mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 3 / 4$

M_S：定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→6700)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

溶出性　別に規定する.

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約10mgに対応する量を精密に量り，水10mLを加え，超音波処理を行い，粒子を小さく分散させた後，内標準溶液20mLを正確に加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら30分間抽出し，移動相を加えて100mLとする．更に30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

M_S：定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物2.95gを水900mLに溶かし，希塩酸を加え，pH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液250mLにメタノール750mLを加え，更にラウリル硫酸ナトリウム1.0gを加えて溶かす.

流量：ハロペリドールの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

保存条件　剤皮を施していないものは遮光して保存する.

容器　気密容器.

パンクレアチン

Pancreatin

本品は食用獣，主としてブタの膵臓から製したもので，でんぷん消化力，たん白消化力及び脂肪消化力がある酵素剤である.

本品は1g当たり2800でんぷん糖化力単位以上，28000たん白消化力単位以上及び960脂肪消化力単位以上を含む.

本品は通例，適当な賦形剤で薄めてある.

性状　本品は白色～淡黄色の粉末で，特異なにおいがある.

純度試験

（1） 変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない.

（2） 脂肪　本品1.0gにジエチルエーテル20mLを加え，時々振り混ぜ30分間抽出した後，ろ過し，ジエチルエーテル10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は20mg以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉　5%以下(1g).

定量法

（1） でんぷん消化力〈*4.03*〉

(i) 基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．ただし，pH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLの代わりにパンクレアチン用リン酸塩緩衝液10mLを加える.

(ii) 試料溶液　本品約0.1gを精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，氷冷した水を加えて正確に100mLとする.

(iii) 操作法　消化力試験法「1.でんぷん消化力試験法」の「1.1.でんぷん糖化力測定法」により操作する.

（2） たん白消化力〈*4.03*〉

(i) 基質溶液　消化力試験法「2.たん白消化力試験法」の2.3.(ii)基質溶液2を用いる．ただし，pHは8.5に調整する.

(ii) 試料溶液　本品約0.1gを精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に200mLとする.

(iii) 操作法　消化力試験法「2.たん白消化力試験法」により操作する．ただし，沈殿試液はトリクロロ酢酸試液Bを用いる.

（3） 脂肪消化力〈*4.03*〉

(i) 乳化液　ポリビニルアルコールⅠ18g及びポリビニルアルコールⅡ2gを量り，消化力試験法「3.脂肪消化力試験法」により調製する.

(ii) 基質溶液　消化力試験法「3.脂肪消化力試験法」に規定するものを用いる.

(iii) 試料溶液　本品約0.1gを精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に100mLとする.

(iv) 操作法　消化力試験法「3.脂肪消化力試験法」により操作する．ただし，緩衝液はpH8.0のリン酸塩緩衝液を用いる.

貯法

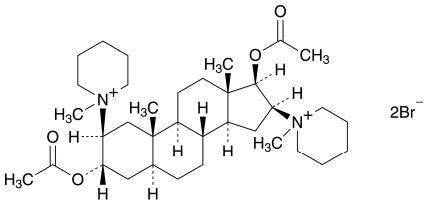
保存条件　30℃以下で保存する.

容器　気密容器.

パンクロニウム臭化物

Pancuronium Bromide

臭化パンクロニウム



$C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$：732.67

1,1′-(3α,17β-Diacetoxy-5α-androstan-2β,16β-diyl)bis(1-methylpiperidinium) dibromide

[*15500-66-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パンクロニウム臭化物($C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は無水酢酸に溶けやすい.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品の水溶液(1→100)は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋38～＋42°(脱水物に換算したもの0.75g，水，25mL，100mm).

pH〈*2.54*〉　本品の水溶液(1→100)のpHは4.5～6.5である.

純度試験

（1） 溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 類縁物質　本品50mgをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．別に薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム5mgを正確に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－プロパノール／アセトニトリル／ヨウ化ナトリウム溶液(1→5)混液(17：2：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに亜硝酸ナトリウムのメタノール溶液(1→100)を均等に噴霧し，2分間放置した後，ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない.

水分〈*2.48*〉　8.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.2gを精密に量り，無水酢酸50mLを加え，加温して溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.63mg $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$

貯法

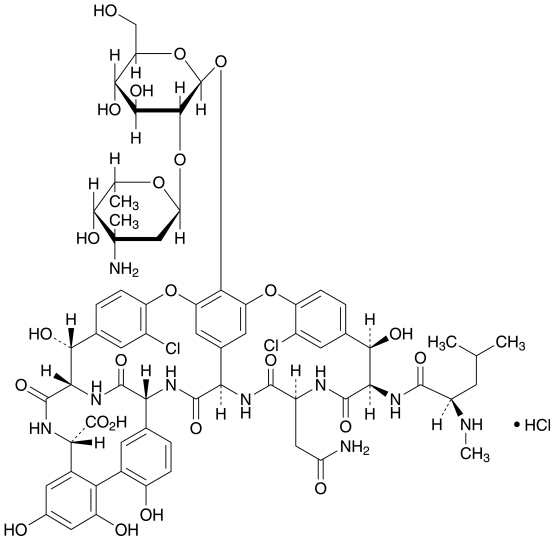
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

バンコマイシン塩酸塩

Vancomycin Hydrochloride

塩酸バンコマイシン



$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$・HCl：1485.71

(1*S*,2*R*,18*R*,19*R*,22*S*,25*R*,28*R*,40*S*)-50-[3-Amino-2,3,6-trideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*lyxo*-hexopyranosyl-(1→2)-β-D-glucopyranosyloxy]-22-carbamoylmethyl-5,15-dichloro-2,18,32,35,37-pentahydroxy-19-[(2*R*)-4-methyl-2-(methylamino)pentanoylamino]-20,23,26,42,44-pentaoxo-7,13-dioxa-21,24,27,41,43-pentaazaoctacyclo[26.14.2.2^{3,6}.2^{14,17}.1^{8,12}.1^{29,33}.0^{10,25}.0^{34,39}]pentaconta-3,5,8,10,12(50),14,16,29,31,33(49),34,36,38,45,47-pentadecaene-40-carboxylic acid monohydrochloride

[*1404-93-9*]

本品は，*Streptomyces orientalis*の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり1000～1200μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，バンコマイシン($C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$：1449.25)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品20mgをとり，水10mLに溶かした後，硝酸銀試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－30～－40°(脱水物に換算したもの0.2g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.25gを水5mLに溶かした液のpHは2.5～4.5である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.10gを移動相A 10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．必要ならば，移動相Aの20μLにつき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバンコマイシンのピーク以外の各々のピーク面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のバンコマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：pH3.2のトリエチルアミン緩衝液／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(92：7：1)．なお，バンコマイシンの保持時間が7.5～10.5分になるようにアセトニトリルの比率を調整する．

移動相B：pH3.2のトリエチルアミン緩衝液／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(70：29：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 12	100	0
12 ～ 20	100 → 0	0 → 100
20 ～ 22	0	100

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバンコマイシンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液20μLから得たバンコマイシンのピーク面積が，試料溶液のバンコマイシンのピーク面積の3～5%になることを確認する．

システムの性能：本品5mgを水10mLに溶かし，65℃で48時間加温した後，常温に冷却する．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，類縁物質1，バンコマイシン及び類縁物質2の順に溶出し，類縁物質1とバンコマイシンの分離度は3以上で，バンコマイシンのピークの理論段数は1500段以上で，類縁物質2は15～18分に溶出する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，バンコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(ⅰ)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ⅱ)　培地　培地(1)の1)のⅰを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.2～6.4とする．

(ⅲ)　標準溶液　バンコマイシン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に25mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に100μg(力価)及び25μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(ⅳ)　試料溶液　本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に25mLとする．この液適量を正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に100μg(力価)及び25μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

注射用バンコマイシン塩酸塩

Vancomycin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸バンコマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するバンコマイシン($C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$：1449.25)を含む．

製法　本品は「バンコマイシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の塊又は粉末である．

確認試験

(1)　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」5mg(力価)に対応する量を水50mLに溶かした液につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長279～283nmに吸収の極大を示す．

(2)　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かした後，硝酸銀試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは2.5～4.5である．

純度試験

(1)　溶状　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長465nmにおける吸光度は，0.05以下である．

(2)　類縁物質　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.1g(力価)に対応する量を移動相A 10mLに溶かし，試料溶液とする．以下「バンコマイシン塩酸塩」の純度試験(2)を準用する．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.25EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

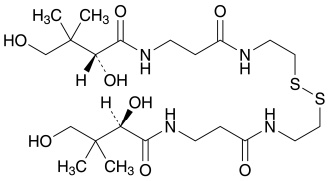
(ⅰ)　試験菌，培地及び標準溶液は，「バンコマイシン塩酸塩」の定量法を準用する．

(ⅱ)　試料溶液　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に25mLとする．この液適量を正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に100μg(力価)及び25μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

パンテチン

Pantethine



$C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$：554.72

Bis(2-{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoylamino}ethyl) disulfide

[*16816-67-4*]

本品はパンテチン80%を含む水溶液である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色～微黄色澄明の粘性の液である．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)と混和する．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1）　本品0.7gに水酸化ナトリウム試液5mLを加えて振り混ぜ，硫酸銅(Ⅱ)試液1～2滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品0.7gに水3mLを加えて振り混ぜた後，亜鉛粉末0.1g及び酢酸(100)2mLを加えて2～3分間煮沸する．冷後，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1～2滴加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品1.0gに水500mLを加えて振り混ぜる．この液5mLに1mol/L塩酸試液3mLを加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，塩酸ヒドロキシアンモニウムの水酸化ナトリウム試液溶液(3→140)7mLを加え，5分間放置する．次に2,4－ジニトロフェノール試液3滴を加え，1mol/L塩酸試液を液が無色となるまで滴加した後，塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋15.0～＋18.0°(脱水物に換算したもの1g，水，25mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.6gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和2－ブタノンを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に約10分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　メルカプト化合物　本品1.5gに水20mLを加えて振り混ぜ，アンモニア試液1滴及びペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1～2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

水分〈*2.48*〉　18～22%(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，水を加えて混和し，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に0.05mol/L臭素液25mLを加え，更に水100mLを加える．これに薄めた硫酸(1→5)5mLを速やかに加え，直ちに密栓し，時々振り混ぜ40～50℃で15分間加温する．冷後，ヨウ化カリウム溶液(2→5)5mLを注意して加え，直ちに密栓して振り混ぜた後，水100mLを加え，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝5.547mg $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$

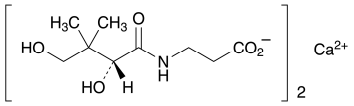
貯法

保存条件　遮光して，10℃以下で保存する．

容器　気密容器．

パントテン酸カルシウム

Calcium Pantothenate



$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$：476.53

Monocalcium bis{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate}

[*137-08-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，窒素(N：14.01)5.7～6.0%及びカルシウム(Ca：40.08)8.2～8.6%を含む．

性状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.0～9.0である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.05gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，ろ過する．ろ液に硫酸銅(Ⅱ)試液1滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品0.05gに水酸化ナトリウム試液5mLを加えて1分間煮沸し，冷後，薄めた塩酸(1→10)を加えて液のpHを3～4とし，塩化鉄(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　本品の水溶液(1→10)はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋25.0～＋28.5°(乾燥後，1g，水，20mL，100mm)．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かした液は，無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） アルカロイド 本品0.05gを水5mLに溶かし，七モリブデン酸六アンモニウム試液0.5mL及びリン酸溶液(1→10)0.5mLを加えるとき，液は白色の混濁を生じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0%以下(1g，105℃，4時間).

定量法

（1） 窒素 本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

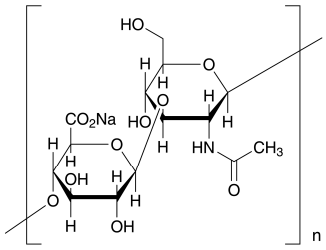
（2） カルシウム 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水30mLを加え加温して溶かし，冷後，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，更にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mLを加えた後，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．ただし，滴定の終点は液の青紫色が赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝2.004mg Ca

貯法 容器 気密容器.

精製ヒアルロン酸ナトリウム

Purified Sodium Hyaluronate



$(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$

[*9067-32-7*]

本品はニワトリのトサカ又は微生物より得られるD－グルクロン酸及び*N*－アセチル－D－グルコサミンの二糖単位からなるグリコサミノグリカンのナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒアルロン酸ナトリウム$(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$90.0～105.5%を含む．

本品は平均分子量として50万～120万又は150万～390万のヒアルロン酸のナトリウム塩からなる．

本品は平均分子量を表示する．

性状 本品は白色の粉末，粒又は繊維状の塊である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液(1→1000)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

粘度〈*2.53*〉 本品を0.2mol/L塩化ナトリウム試液100mLに溶かした液の流下時間が0.2mol/L塩化ナトリウム試液の流下時間の2.0～2.4倍となる量を精密に量り，0.2mol/L塩化ナトリウム試液に溶かして正確に100mLとし，試料溶液(1)とする．試料溶液(1)16mL，12mL及び8mLずつを正確に量り，それぞれに0.2mol/L塩化ナトリウム試液を加えて正確に20mLとし，試料溶液(2)，試料溶液(3)及び試料溶液(4)とする．試料溶液(1)，試料溶液(2)，試料溶液(3)及び試料溶液(4)につき，0.2mol/L塩化ナトリウム試液の流下時間が200～300秒のウベローデ型粘度計を用いて30±0.1℃で第1法により試験を行うとき，乾燥物に換算した極限粘度は，10.0～19.5dL/g又は25.0～55.0dL/gである．

純度試験

（1） 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.20gを水15mLに溶かし，希硝酸6mLを加えて水浴中で30分間加熱する．冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.124%以下).

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4） 残留溶媒 別に規定する．

（5） たん白質 本品の乾燥物に換算したもの約20mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液1.0mLに溶かし，試料溶液とする．別にウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に1000mLとした液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれ1.0mLにアルカリ性銅試液(2)5.0mLを加えて直ちにかき混ぜ，室温に10分間放置した後，薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを加えて直ちにかき混ぜ，室温に30分間放置する．これらの液につき，希水酸化ナトリウム試液1.0mLを用いて同様に操作したものを対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長750nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(0.05%以下).

（6） 核酸 本品0.10gを水50mLに溶かした液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長260nmにおける吸光度は0.02以下である．

（7） その他の酸性ムコ多糖 (ニワトリ由来の場合)本品0.25gを水100mLに溶かし，試料溶液とする．長さ6cmのセルロースアセテート膜をあらかじめpH3.0の0.2mol/Lピリジン・ギ酸緩衝液に浸漬する．この膜をとり，ろ紙を用いて余分な緩衝液を除く．pH3.0の0.2mol/Lピリジン・ギ酸緩衝液を入れ，その蒸気で飽和させた電気泳動槽にこの膜を装着し，0.5mA/cmで1分間通電する．その後，陰極から1.5cmの位置

に試料溶液2μLを幅1cmに塗布する．次に0.5mA/cmの条件で1時間泳動する．泳動後，アルシアンブルー染色液に10～20分間浸漬して染色する．染色後，薄めた酢酸(100)(3→100)で十分に脱色するとき，主バンド以外のバンドを認めない．

（８）　溶血性連鎖球菌　(微生物由来の場合)本品0.5gを滅菌した生理食塩液に溶かし，正確に100mLとする．この液0.5mLをとり，2枚の血液カンテン培地上に各々コンラージ棒で塗沫し，37℃で48時間培養するとき，溶血性コロニーを認めないか，認めることがあっても，そのコロニーを顕微鏡観察するとき連鎖球菌を認めない．

（９）　溶血性　(微生物由来の場合)本品0.40gをとり，滅菌した生理食塩液に溶かし，正確に100mLとする．この液0.5mLをとり，1%血液浮遊液0.5mLを加えて混和し，37℃で2時間静置する．必要ならば毎分3000回転で10分間遠心分離を行う．このとき，空試験と同様に赤血球が沈殿し，上澄液は澄明である．ただし，空試験は，滅菌した生理食塩液0.5mL及び陽性対象として滅菌精製水0.5mLをとり，同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉　15.0%以下(0.1g，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，60℃，5時間)．

微生物限度〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は10^1CFUである．

平均分子量

（１）　表示平均分子量50万～120万の場合

本品の平均分子量を次式により求めるとき，50万～120万である．ただし，[η]は，粘度の項の極限粘度を用いる．

$$平均分子量=\left(\frac{[\eta]\times10^5}{36}\right)^{\frac{1}{0.78}}$$

（２）　表示平均分子量150万～390万の場合

本品の平均分子量を次式により求めるとき，150万～390万である．ただし，[η]は，粘度の項の極限粘度を用いる．

$$平均分子量=\left(\frac{[\eta]\times10^5}{22.8}\right)^{\frac{1}{0.816}}$$

定量法　本品約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にD－グルクロノラクトン標準品を乾燥(減圧・0.67kPa以下，シリカゲル，24時間)し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれ1mLを正確に量り，あらかじめ氷水中で冷却した四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液5.0mLに静かに加え，冷却しながらかき混ぜ，水浴中で10分間加熱した後，氷水中で冷やす．それぞれにカルバゾール試液0.2mLを正確に加えてよくかき混ぜ，水浴中で15分間加熱し，氷水中で室温まで冷却する．これらの液につき，水1mLを正確に量り，同様に操作したものを対照にし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長530nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヒアルロン酸ナトリウム[$(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$]の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 2.279$

M_S：D－グルクロノラクトン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して，15℃以下で保存する．

容器　気密容器．

沈降B型肝炎ワクチン

Adsorbed Hepatitis B Vaccine

本品はB型肝炎ウイルスの表面抗原を含む液にアルミニウム塩を加えてB型肝炎ウイルスの表面抗原を不溶性とした液状の注射剤である．

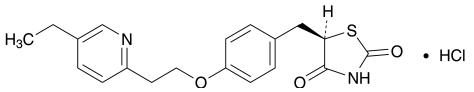
本品は生物学的製剤基準の沈降B型肝炎ワクチンの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ピオグリタゾン塩酸塩

Pioglitazone Hydrochloride

塩酸ピオグリタゾン



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl：392.90

(5*RS*)-5-{4-[2-(5-Ethylpyridin-2-yl)ethoxy]benzyl}thiazolidine-2,4-dione monohydrochloride

[*112529-15-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピオグリタゾン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本

品の参照スペクトル又はピオグリタゾン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品50mgを硝酸1mLに溶かした後，希硝酸4mLを加えた液は，塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．ただし，灰化後，塩酸3mLの代わりに臭化水素酸3mLを用いる．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品20mgをメタノール20mLに溶かし，移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピオグリタゾンのピークに対する相対保持時間約0.7，約1.4及び約3.0のピーク面積は，標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の2／5より大きくなく，試料溶液のピオグリタゾン及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の1／5より小さい．また，試料溶液のピオグリタゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピオグリタゾンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液40μLから得たピオグリタゾンのピーク面積が，標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品50mgをベンゾフェノンのメタノール溶液(1→750)10mLに溶かし，メタノールを加えて100mLとする．この液1mLをとり，移動相を加えて20mLとする．この液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピオグリタゾン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピオグリタゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈2.48〉 0.2%以下(0.5g，電量滴定法).

ただし，陽極液は水分測定用陽極液Aを用いる．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びピオグリタゾン塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLずつを正確に加えて溶かした後，メタノールを加えて100mLとする．これらの液2mLずつをとり，それぞれに移動相を加えて20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピオグリタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→750)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(77→10000)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(25：25：1)

流量：ピオグリタゾンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピオグリタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピオグリタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

ピオグリタゾン塩酸塩錠

Pioglitazone Hydrochloride Tablets

塩酸ピオグリタゾン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl：392.90)を含む．

製法 本品は「ピオグリタゾン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ピオグリタゾン塩酸塩」2.8mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267～271nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液10mLを加えて崩壊させ，メタノール70mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，1mL中にピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)約26μgを含む液となるようにメタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)を加え，正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品(別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測

定しておく)約33mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液10mL及びメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長269nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 2/25$

M_S：脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に0.2mol/L塩酸試液50mLに塩化カリウム溶液(3→20)150mL及び水を加えて1000mLとし，5mol/L塩酸試液を加えてpH2.0に調整した液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mLをとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)約18μgを含む液となるように，試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品(別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約23mgを精密に量り，メタノール10mLに溶かし，試験液を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長269nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72$

M_S：脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)約25mgに対応する量を精密に量り，メタノール45mLを加え，内標準溶液5mLを正確に加え，超音波処理して分散させた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品(別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，メタノール45mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加える．この液2mLを量り，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピオグリタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

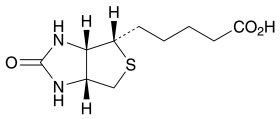
M_S：脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→750)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：酢酸アンモニウム溶液(77→10000)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(25：25：1)
流量：ピオグリタゾンの保持時間が約7分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピオグリタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピオグリタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ビオチン

Biotin
ビタミンH



$C_{10}H_{16}N_2O_3S$：244.31
5-[(3a*S*,4*S*,6a*R*)-2-Oxohexahydro-1*H*-thieno[3,4-*d*]imidazol-4-yl]pentanoic acid
[*58-85-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビオチン($C_{10}H_{16}N_2O_3S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．
本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．
融点：約231℃(分解)．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋89～＋93°(乾燥後，0.4g，希水酸化ナトリウム試液，20mL，100mm)．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品0.7gをケルダールフラスコにとり，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLずつを2回加えて加熱し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱濃縮する．冷後，水を加えて5mLとし，これを検液とし，試験を行う(2.8ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gを薄めたアンモニア水(28)(7→100)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたアンモニア水(28)(7→100)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたアンモニア水(28)(7→100)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(5：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に105℃で30分間乾燥する．これに4－ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール(99.5)溶液(1→500)／硫酸のエタノール(99.5)溶液(1→50)混液(1：1)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(0.5g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，0.1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加えて溶かし，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

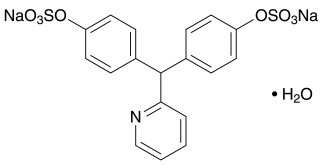
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝24.43mg $C_{10}H_{16}N_2O_3S$

貯法 容器 気密容器.

ピコスルファートナトリウム水和物

Sodium Picosulfate Hydrate

ピコスルファートナトリウム



$C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$：499.42

Disodium 4,4′-(pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl sulfate) monohydrate

[*10040-45-6*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピコスルファートナトリウム($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$：481.41)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光により徐々に着色する．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.4～9.4である．

確認試験

（1） 本品5mgに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを加えて混合し，5～6秒間穏やかに加熱して融解する．冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品0.2gに希塩酸5mLを加え，5分間煮沸し，冷後，塩化バリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を105℃，減圧で4時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(263nm)：120～130(脱水物換算，4mg，水，100mL).

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下).

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.40gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.042%以下).

（4） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（6） 類縁物質 本品0.25gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(74：20：19)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 3.0～4.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品約0.4gを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，

酢酸(100)7mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝48.14mg $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$

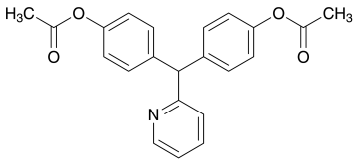
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ビサコジル

Bisacodyl



$C_{22}H_{19}NO_4$：361.39

4,4′-(Pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl acetate)

[*603-50-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビサコジル($C_{22}H_{19}NO_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを又はビサコジル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したビサコジル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　132～136℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.35mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.012%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gを希塩酸2mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸2mL及び水を加えて50mLとする(0.017%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.20gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－ブタノン／クロロホルム／キシレン混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液0.5mL)．ただし，滴定の終点は液のだいだい黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.14mg $C_{22}H_{19}NO_4$

貯法　容器　密閉容器．

ビサコジル坐剤

Bisacodyl Suppositories

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するビサコジル($C_{22}H_{19}NO_4$：361.39)を含む．

製法　本品は「ビサコジル」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ビサコジル」6mgに対応する量をとり，エタノール(95)20mLを加え，水浴上で10分間加温した後，10分間激しく振り混ぜ，更に氷水中で1時間放置する．次に遠心分離し，その上澄液を更にろ過し，そのろ液2mLにエタノール(95)を加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長261～265nmに吸収の極大を示す．

（2）　(1)のろ液を試料溶液とする．別にビサコジル標準品6mgをエタノール(95)20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－ブタノン／クロロホルム／キシレン混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にビサコジル($C_{22}H_{19}NO_4$)約0.2mgを含む液となるようにテトラヒドロフランを加え，40℃に加温し，振り混ぜて溶かす．冷後，1mL中にビサコ

ジル($C_{22}H_{19}NO_4$)約10μgを含む液となるように，更にテトラヒドロフランを加えて正確にV mLとする．この液5mLを正確に量り，以下定量法を準用する．

ビサコジル($C_{22}H_{19}NO_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：ビサコジル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル溶液　(3→100000)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．ビサコジル($C_{22}N_{19}NO_4$)約10mgに対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン40mLを加え，40℃に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとする．この液を30分間氷冷した後，遠心分離し，上澄液を孔径0.5μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にビサコジル標準品を105℃で2時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ビサコジル($C_{22}N_{19}NO_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ビサコジル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル溶液(3→100000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.01mol/Lクエン酸試液／アセトニトリル／メタノール混液(2：1：1)

流量：ビサコジルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ビサコジルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

乾燥 BCG ワクチン

Freeze-dried BCG Vaccine (for Percutaneous Use)

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

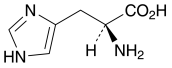
本品は生きたカルメット・ゲラン菌を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥BCGワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，白色～淡黄色の混濁した液となる．

L－ヒスチジン

L-Histidine



$C_6H_9N_3O_2$：155.15

(2*S*)-2-Amino-3-(1*H*-imidazol-4-yl)propanoic acid

[*71-00-1*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L－ヒスチジン($C_6H_9N_3O_2$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は6mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を少量の水に溶かし，60℃，減圧で水を蒸発し，残留物を乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋11.8～＋12.8°(乾燥物に換算したもの5.5g，6mol/L塩酸試液，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは7.0～8.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.40gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)．

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)．

（４）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)．

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水30mLを加え，加温して溶かす．この液に希塩酸2.4mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（６）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（７）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／アンモニア水(28)混液(67：33)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.15gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝15.52mg $C_6H_9N_3O_2$

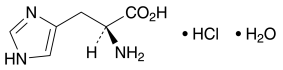
貯法　容器　気密容器.

L－ヒスチジン塩酸塩水和物

L-Histidine Hydrochloride Hydrate

塩酸L－ヒスチジン

L－塩酸ヒスチジン



$C_6H_9N_3O_2$・HCl・H_2O：209.63

(2*S*)-2-Amino-3-(1*H*-imidazol-4-yl)propanoic acid monohydrochloride monohydrate

[*5934-29-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，L－ヒスチジン塩酸塩($C_6H_9N_3O_2$・HCl：191.62)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は初め酸味があり，後にわずかに苦い.

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は6mol/L塩酸試液に溶ける.

確認試験

（１）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋9.2～＋10.6°(脱水物に換算したもの5.5g，6mol/L塩酸試液，50mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（３）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（５）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（６）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／アンモニア水(28)混液(67：33)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

水分〈*2.48*〉　7.2～10.0%(0.12g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液(2：1)を用いる).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.1gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，酢酸(100)45mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う.

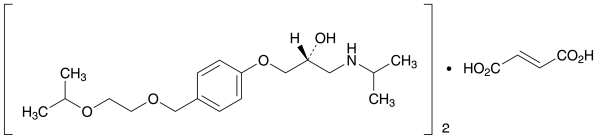
0.1mol/L過塩素酸1mL＝9.581mg $C_6H_9N_3O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器.

ビソプロロールフマル酸塩

Bisoprolol Fumarate

フマル酸ビソプロロール



及び鏡像異性体

$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$：766.96

(2*RS*)-1-(4-{[2-(1-Methylethoxy)ethoxy]methyl}phenoxy)-3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol hemifumarate

[*104344-23-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすい．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　101～105℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgを水／アセトニトリル混液(4：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のビソプロロール以外のピークの面積は，標準溶液のビソプロロールのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のビソプロロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のビソプロロールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム4.08gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：ビソプロロールの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：フマル酸のピークの後からビソプロロールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たビソプロロールのピーク面積が，標準溶液のビソプロロールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビソプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ビソプロロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.35mg $(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器．

ビソプロロールフマル酸塩錠

Bisoprolol Fumarate Tablets

フマル酸ビソプロロール錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$：766.96]を含む．

製法　本品は「ビソプロロールフマル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ビソプロロールフマル酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノール60mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長271～275nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水8mLを加え，振り混ぜて崩壊させた後，

水を加えて正確に10mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]約0.1mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用フマル酸ビソプロロールを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長271.5nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/20$

M_S：定量用フマル酸ビソプロロールの秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]約2.8μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用フマル酸ビソプロロールを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥し，その約14mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のビソプロロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$

M_S：定量用フマル酸ビソプロロールの秤取量(mg)

C：1錠中のビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び流量は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸二水素カリウム4.08gを水1000mLに溶かし，リン酸を加え，pH2.5に調整する．この液750mLにアセトニトリル250mLを加える．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビソプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ビソプロロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]約20mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(3：1)70mL及び内標準溶液10mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，水／アセトニトリル混液(3：1)を加えて100mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用フマル酸ビソプロロールを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するビソプロロールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ビソプロロールフマル酸塩[$(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用フマル酸ビソプロロールの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの水／アセトニトリル混液(3：1)溶液(1→250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径　4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム4.08gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：ビソプロロールの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フマル酸，ビソプロロール，内標準物質の順に溶出し，ビソプロロールと内標準物質の分離度は12以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するビソプロロールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ビタミンA油

Vitamin A Oil

本品は合成のエステル型ビタミンAに植物油を加えて希釈したものである．

本品は1gにつきビタミンA 30000単位以上を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

本品は定量するとき表示単位の90.0～120.0%を含む．

性状　本品は黄色～黄褐色の澄明又はわずかに混濁した油液で，

においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験 本品，レチノール酢酸エステル標準品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ15000単位に相当する量をとり，それぞれを石油エーテル5mLに溶かし，試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／ジエチルエーテル混液(12：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液(1)又は標準溶液(2)から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 酸 本品1.2gに中和エタノール／ジエチルエーテル混液(1：1)30mLを加え，還流冷却器を付け，10分間穏やかに煮沸して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液5滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液は赤色である．

（2） 変敗 本品を加温するとき，不快な敗油性のにおいを発しない．

定量法 ビタミンA定量法〈2.55〉の第1法－1により試験を行う．

貯法

保存条件 遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容器 気密容器．

ビタミンA油カプセル

Vitamin A Oil Capsules

ビタミンAカプセル

本品は定量するとき，表示されたビタミンA単位の90.0～130.0%を含む．

製法 本品は「ビタミンA油」をとり，カプセル剤の製法により製する．

性状 本品の内容物を取り出し，試験するとき，「ビタミンA油」の性状に適合する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，「ビタミンA油」の確認試験を準用する．

定量法 本品20個をとり，その質量を精密に量り，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，カプセルを少量のジエチルエーテルでよく洗い，室温で放置してジエチルエーテルを除いた後，質量を精密に量る．カプセル内容物につき，ビタミンA定量法〈2.55〉により試験を行い，本品1カプセル中のビタミンA単位を求める．ただし，第1法－1を適用する場合，レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステルのうち，いずれのエステル型ビタミンAであるか確認しておく．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

複方ビタミンB散

Compound Vitamin B Powder

製法

チアミン硝化物	10g
リボフラビン	10g
ピリドキシン塩酸塩	10g
ニコチン酸アミド	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状 本品はだいだい黄色で，味はわずかに苦い．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品2gに水100mLを加えて振り混ぜてろ過する．ろ液5mLに水酸化ナトリウム試液2.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え，次に2－メチル－1－プロパノール5mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線下で観察するとき，2－メチル－1－プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にするとき，消え，アルカリ性に戻すとき，再び現れる(チアミン)．

（2） 本品0.1gに水100mLを加えて振り混ぜてろ過し，ろ液につき，次の試験を行う(リボフラビン)．

（i） ろ液は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02gを加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき，消える．

（ii） ろ液10mLを共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液1mLを加え，20～40℃で，10～30ワットの蛍光灯を20cmの距離から30分間照射した後，酢酸(31)0.5mLを加えて酸性とし，クロロホルム5mLを加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品1gに薄めたエタノール(7→10)100mLを加えて振り混ぜてろ過する．ろ液5mLに水酸化ナトリウム試液2mL及び二酸化マンガン40mgを加え，水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液1mLに2－プロパノール5mLを加えて試料溶液とする．この液3mLにバルビタール緩衝液2mL，2－プロパノール4mL及び新たに製した2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミンのエタノール(95)溶液(1→4000)2mLを加えるとき，液は青色を呈する．また，試料溶液1mLにホウ酸飽和溶液1mLを加えた後，同様の操作を行うとき，液は青色を呈しない(ピリドキシン)．

（4） 本品0.5gをとり，エタノール(95)10mLを加え，よく振り混ぜてろ過する．ろ液1mLを水浴上で蒸発乾固する．残留物に1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを加え，5～6秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は赤色を呈する(ニコチン酸アミド)．

（5） 本品1gに薄めたエタノール(7→10)5mLを加え，振り

混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸チアミン，リボフラビン，塩酸ピリドキシン及びニコチン酸アミド0.01gずつをそれぞれ水1mL，50mL，1mL及び1mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)／酢酸(100)混液(100：50：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，試料溶液から得た4個のスポットは，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞれのスポットと色調及びR_f値が等しい．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

人全血液

Whole Human Blood

本品はヒト血液に血液保存液を混合して保存した液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の人全血液の条に適合する．

性状　本品は濃赤色の液で，静置するとき，赤血球の沈層と黄色の液層とに分かれ，主として白血球からなる灰色の層が沈層の表面に見られることがある．液層は，脂肪により混濁することがあり，また，ヘモグロビンによる弱い着色を認めることがある．

人免疫グロブリン

Human Normal Immunoglobulin

本品はヒトの血清グロブリン中の免疫グロブリンGを含む液状の注射剤である．

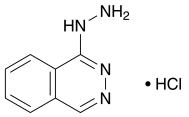
本品は生物学的製剤基準の人免疫グロブリンの条に適合する．

性状　本品は無色～黄褐色澄明の液である．

ヒドララジン塩酸塩

Hydralazine Hydrochloride

塩酸ヒドララジン



$C_8H_8N_4$・HCl：196.64

Phthalazin-1-ylhydrazine monohydrochloride

[*304-20-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約275℃(分解)．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，8時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，水25mLに溶かし，塩酸25mLを加えて室温に冷却する．これにクロロホルム5mLを加え，振り混ぜながら，0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

＝9.832mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯法　容器　気密容器．

ヒドララジン塩酸塩散

Hydralazine Hydrochloride Powder

塩酸ヒドララジン散

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl：196.64)を含む.

製法 本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する.

確認試験 本品の表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25mgに対応する量をとり，水100mLを加え，よく振り混ぜ，必要ならばろ過する．ろ液2mLに水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長238～242nm，258～262nm，301～305nm及び313～317nmに吸収の極大を示す.

定量法 本品のヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)約0.15gに対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水25mLを加えてよく振り混ぜ，更に塩酸25mLを加えて室温に冷却し，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する.

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL
　＝9.832mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯法 容器　気密容器.

ヒドララジン塩酸塩錠

Hydralazine Hydrochloride Tablets

塩酸ヒドララジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl：196.64)を含む.

製法 本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25mgに対応する量をとり，水100mLを加え，よく振り混ぜ，必要ならばろ過する．ろ液2mLに水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長238～242nm，258～262nm，301～305nm及び313～317nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液25mLを加え，超音波により粒子を小さく分散させる．更に，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，1mL中にヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)約10μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ヒドララジンを105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長260nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する.

ヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)の量(mg)

$$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1/50$$

M_S：定量用塩酸ヒドララジンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ヒドララジンを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長260nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$$

M_S：定量用塩酸ヒドララジンの秤取量(mg)
C：1錠中のヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl)約0.15gに対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する.

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL
　＝9.832mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯法 容器　気密容器.

注射用ヒドララジン塩酸塩

Hydralazine Hydrochloride for Injection

注射用塩酸ヒドララジン

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の99.0～113.0%に対応するヒドララジン塩酸塩($C_8H_8N_4$・HCl：196.64)を含む.

製法 本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する.

性状 本品は白色～微黄色の粉末又は塊で，においはなく，味は苦い.

確認試験 本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長238～242nm，258～262nm，301～305nm及び313～317nmに吸収の極大を示す.

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である.

エンドトキシン〈4.01〉　5.0EU/mg未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する.
(T：106.0%)

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

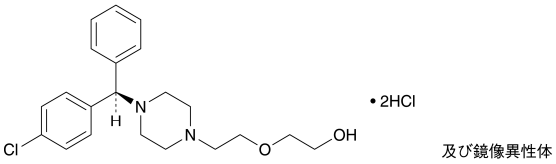
定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約0.15gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，水25mLに溶かし，塩酸25mLを加えて室温に冷却し，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する.

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL
＝9.832mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯法　容器　密封容器.

ヒドロキシジン塩酸塩

Hydroxyzine Hydrochloride
塩酸ヒドロキシジン



$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl：447.83
2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]piperazin-1-yl}ethoxy)ethanol dihydrochloride
[*2192-20-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシジン塩酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.
本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.
融点：約200℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液2～3滴を加えるとき，青色の沈殿を生じる.

（2）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは1.3～2.5である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(150：95：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　3.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

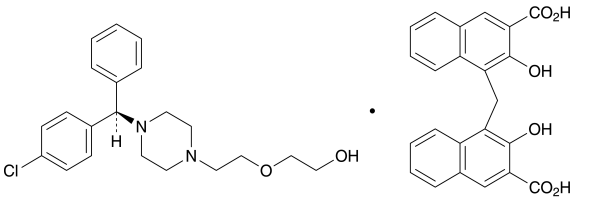
定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝22.39mg $C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl

貯法　容器　気密容器.

ヒドロキシジンパモ酸塩

Hydroxyzine Pamoate
パモ酸ヒドロキシジン



$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・$C_{23}H_{16}O_6$：763.27
2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]piperazin-1-yl}ethoxy)ethanol mono[4,4′-methylenebis(3-hydroxy-2-naphthoate)] (1/1)
[*10246-75-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ヒドロキシジンパモ酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・$C_{23}H_{16}O_6$)98.0%以上を含む.

性状　本品は淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.
本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトンに溶けにくく，水，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品0.1gに水酸化ナトリウム試液25mLを加えて激し

く振り混ぜた後，クロロホルム20mLで抽出し，クロロホルム層を試料溶液とする[水層は(4)の試験に用いる]．試料溶液5mLにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液2mLを加えて振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（２） (1)の試料溶液2mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物を0.1mol/L塩酸試液に溶かし，500mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

（４） (1)で得た水層1mLに1mol/L塩酸試液2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，メタノール5mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに溶かすとき，液はわずかに緑色を帯びた淡黄褐色澄明である．

（２） 塩化物〈1.03〉 本品0.3gに希硝酸6mL及び水10mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過する．残留物は水10mLずつで2回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.80mLを加える(0.095%以下).

（３） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（５） 類縁物質 本品0.40gを水酸化ナトリウム試液／アセトン混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液／アセトン混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液／アセトン混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／アンモニア試液混液(150：95：1)を展開溶媒として10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たヒドロキシジン及びパモ酸のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 3.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.5%以下(1g).

定量法 本品約0.6gを精密に量り，水酸化ナトリウム試液25mLを加えて振り混ぜ，クロロホルム25mLずつで6回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム5gを置いた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で濃縮して約30mLにする．これに酢酸(100)30mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.16mg $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot C_{23}H_{16}O_6$

貯法 容器 気密容器.

ヒドロキシプロピルセルロース

Hydroxypropylcellulose

[*9004-64-2*]

本品はセルロースのヒドロキシプロピルエーテルである．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシプロポキシ基(－OC_3H_6OH：75.09)53.4～77.5%を含む．

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水又はエタノール(95)を加えるとき，粘稠性のある液となる．

確認試験

（１） 本品1gに水100mLを加え，70℃の水浴中で5分間かき混ぜながら加熱した後，振り混ぜながら冷却する．更に均質な粘性の液になるまで室温で放置し，試料溶液とする．試料溶液2mLにアントロン試液1mLを穏やかに加えるとき，境界面は青色～緑色を呈する．

（２） (1)の試料溶液を水浴中で加熱するとき，白濁又は白色の沈殿を生じ，冷却するとき，白濁又は沈殿は消失する．

（３） 本品1gにエタノール(95)100mLを加え，かき混ぜて放置するとき，均質な粘稠性のある液となる．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

（１） 溶状 高さ250mm，内径25mm，厚さ2mmのガラス円筒の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを外管とし，高さ300mm，内径15mm，厚さ2mmのガラス円筒の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを内管とし，その外管に，本品1.0gを水100mLに加えてかき混ぜながら70℃の水浴中で加熱し，室温まで冷却した溶液を入れる．これを幅1mm，間隔1mmの15本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き，内管を上下して，その上部から観察し，線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する．この操作を3回繰り返して得た平均値は，次の比較液を用いて同様に操作して得た平均値より大きい．

比較液：0.005mol/L硫酸5.50mLに希塩酸1mL，エタノール(95)5mL及び水を加えて50mLとし，これに塩化バリウム試液2mLを加えて混和し，10分間放置した後，よく振り混ぜて用いる．

（２） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gを水30mLに加え，水浴中でかき混ぜながら30分間加熱した後，熱時ろ過する．残留物を熱湯15mLずつで3回洗い，洗液はろ液に合わせ，冷後，水を加えて100mLとする．この液10mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比

較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.142%以下).

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　(2)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下).

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（５）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g).

定量法

（ⅰ）　装置

分解瓶：5mLのガラス製耐圧ねじ口瓶で，底部の内側が円すい状となっており，外径20mm，首部までの高さが50mm，高さ約30mmまでの容積が2mLで，栓は耐熱性樹脂製，内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの.

加熱器：厚さ60～80mmの角型金属アルミニウム製ブロックに直径20.6mm，深さ32mmの穴をあけたもので，ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を有するもの.

（ⅱ）　操作法　本品を乾燥し，その約65mgを精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸65mg，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを加え，密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶を30秒間振り混ぜた後，加熱器を用い150℃で5分ごとに振り混ぜながら，30分間加熱し，更に30分間加熱を続ける．冷後，その質量を精密に量り，減量が10mg以下のものの上層を試料溶液とする．別にアジピン酸65mg，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり，密栓し，その質量を精密に量り，定量用ヨウ化イソプロピル50μLを加え，その質量を精密に量る．分解瓶を30秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒドロキシプロポキシ基($C_3H_7O_2$)の量(%)

$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 44.17$

M_S：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　*n*－オクタンの*o*－キシレン溶液(1→25)

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器.

カラム：内径約3mm，長さ約3mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度：100℃付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素

流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調整する.

カラムの選定：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

貯法　容器　密閉容器.

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

Low Substituted Hydroxypropylcellulose

[*9004-64-2*，ヒドロキシプロピルセルロース]

本品はセルロースの低置換度ヒドロキシプロピルエーテルである.

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシプロポキシ基(－OC_3H_6OH：75.09)5.0～16.0%を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム溶液(1→10)に溶け，粘稠性のある液となる.

本品に水，炭酸ナトリウム試液又は2mol/L塩酸試液を加えるとき，膨潤する.

確認試験

（１）　本品0.02gに水2mLを加え，振り混ぜて懸濁液とした後，アントロン試液1mLを穏やかに加えるとき，接界面は青色～青緑色を呈する.

（２）　本品0.1gに水10mLを加え，かき混ぜて懸濁させた後，水酸化ナトリウム1gを加え，更にかき混ぜ，均質となった液を試料溶液とする．試料溶液0.1mLをとり，薄めた硫酸(9→10)9mLを加え，よく振り混ぜ，水浴中で正確に3分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液0.6mLを注意して加え，振り混ぜて25℃で放置するとき，液は初め紅色を呈し，100分間以内に紫色に変わる.

（３）　(2)の試料溶液5mLをとり，アセトン／メタノール混液(4：1)10mLを加え，振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水100mLを加え，振り混ぜた液のpHは5.0～7.5である.

純度試験

（１）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gに熱湯30mLを加え，よくかき混ぜ，水浴上で10分間加熱した後，熱時傾斜して上澄液より順次ろ過し，残留物を熱湯50mLでよく洗い，洗液はろ液に合わせ，冷後，水を加えて100mLとする．この液5mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.355%以下).

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　6.0%以下(1g，105℃，1時間).

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g).

定量法

（ｉ）　装置

分解瓶：5mLのガラス製耐圧ねじ口瓶で，底部の内側が円すい状となっており，外径20mm，首部までの高さが50mm，高さ約30mmまでの容積が2mLで，栓は耐熱性樹脂製，内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの.

加熱器：厚さ60～80mmの角型金属アルミニウム製ブロックに直径20.6mm，深さ32mmの穴をあけたもので，ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を有するもの.

（ⅱ）　操作法　本品を乾燥し，その約65mgを精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸65mg，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを加え，密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶を30秒間振り混ぜた後，加熱器を用い150℃で，5分ごとに振り混ぜながら，30分間加熱し，更に30分間加熱を続ける．冷後，その質量を精密に量り，減量が10mg以下のものの上層を試料溶液とする．別にアジピン酸65mg，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり，密栓し，その質量を精密に量り，定量用ヨウ化イソプロピル15μLを加え，その質量を精密に量る．分解瓶を30秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒドロキシプロポキシ基($C_3H_7O_2$)の量(%)

$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 44.17$

M_S：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　*n*－オクタンの*o*－キシレン溶液(1→50)

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器.

カラム：内径約3mm，長さ約3mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度：100℃付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素

流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調整する.

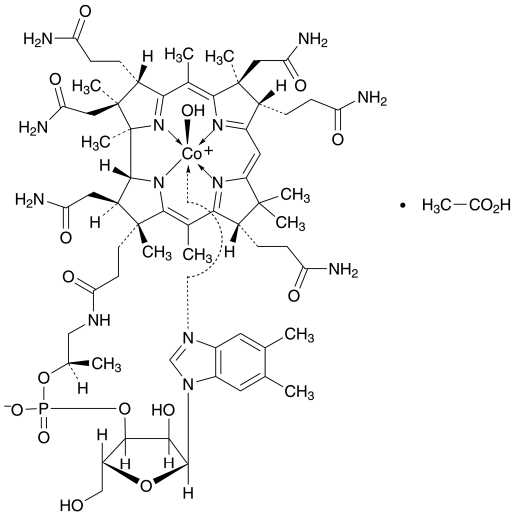
カラムの選定：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

貯法　容器　気密容器.

ヒドロキソコバラミン酢酸塩

Hydroxocobalamin Acetate

酢酸ヒドロキソコバラミン



$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$：1406.41

*Co*α-[α-(5,6-Dimethyl-1*H*-benzoimidazol-1-yl)]-*Co*β-hydroxocobamide monoacetate

[*13422-51-0*，ヒドロキソコバラミン]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロキソコバラミン酢酸塩($C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$)95.0%以上を含む.

性状　本品は暗赤色の結晶又は粉末で，においはない.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（１）　本品のpH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　本品1mgに硫酸水素カリウム0.05gを混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水3mLを加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物0.5g，希酢酸0.5mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→500)0.5mLを加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸0.5mLを追加し，1分間煮沸しても液の赤色は消えない.

（３）　本品0.02gにエタノール(99.5)0.5mL及び硫酸1mLを加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する.

純度試験　シアノコバラミン及び着色不純物　本品50mgずつを2本の試験管にとり，それぞれにpH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを正確に加えて溶かす．この液の一方にチオシアン酸カリウム試液0.15mLを加え，30分間放置し，試料溶液(1)とする．他方にシアン化カリウム試液0.10mLを

加え，30分間放置し，試料溶液(2)とする．別にシアノコバラミン標準品3.0mgをとり，pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液(1)，試料溶液(2)及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に，原線に沿って約10mmの間隔で，それぞれ長さ25mmにスポットする．次に水飽和2－ブタノールを展開溶媒として，薄層板を水平面から約15°の角度に傾斜させて18時間展開した後，風乾する．標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液(1)から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．また，試料溶液(2)から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　12%以下(50mg，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，100℃，6時間)．

定量法　本品約20mgを精密に量り，pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，50mLのメスフラスコに入れ，シアン化カリウム溶液(1→1000)1mLを加え，常温で30分間放置した後，pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品(別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長361nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヒドロキソコバラミン酢酸塩($C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1.038$

M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

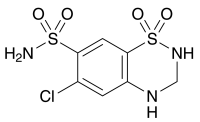
貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

ヒドロクロロチアジド

Hydrochlorothiazide



$C_7H_8ClN_3O_4S_2$：297.74

6-Chloro-3,4-dihydro-2*H*-1,2,4-benzothiadiazine-7-sulfonamide 1,1-dioxide

[*58-93-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約267℃(分解)．

確認試験

（1）　本品5mgにクロモトロープ酸試液5mLを加えて5分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品0.1gに炭酸ナトリウム十水和物0.5gを混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水10mLを加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液4mLに過酸化水素(30)2滴，薄めた塩酸(1→5)5mL及び塩化バリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　(2)のろ液4mLに希硝酸5mL及び硝酸銀試液3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（4）　本品12mgを水酸化ナトリウム試液100mLに溶かす．この液10mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒドロクロロチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.036%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLにアセトン30mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　芳香族第一アミン　本品80mgをとり，アセトンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，希塩酸3.0mL，水3.0mL及び亜硝酸ナトリウム試液0.15mLを加えて振り混ぜた後，1分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液1.0mLを加えて振り混ぜ，3分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1.0mLを加えて振り混ぜ，5分間放置する．この液につき，アセトン1.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長525nmにおける吸光度は0.10以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びヒドロクロロチアジド標準品を乾燥し，その約30mgずつを精密に量り，それぞれを移動相150mLに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を

加えて200mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ヒドロクロロチアジド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのアセトニトリル溶液(9→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.1mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(9：1)

流量：ヒドロクロロチアジドの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

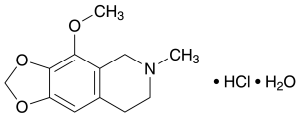
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒドロクロロチアジド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物

Hydrocotarnine Hydrochloride Hydrate
塩酸ヒドロコタルニン
ヒドロコタルニン塩酸塩



$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$：275.73
4-Methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-g]isoquinoline monohydrochloride monohydrate
[*5985-55-7*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコタルニン塩酸塩($C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$：257.71)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.17以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／トルエン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(20：20：3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　7.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

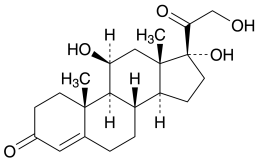
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.77mg $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone



$C_{21}H_{30}O_5$：362.46

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione

[*50-23-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン($C_{21}H_{30}O_5$)97.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品はメタノール，エタノール(95)又は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

融点：212～220℃(分解).

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，直ちに黄緑色の蛍光を発し，液の色はだいだい色を経て徐々に暗赤色に変わる．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色を経てだいだい黄色に変わり，緑色の蛍光を発し，少量の綿状の浮遊物を生じる.

（2）　本品0.01gをメタノール1mLに溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾン標準品のそれぞれをエタノール(95)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋150～＋156°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

純度試験　類縁物質　本品20mgをクロロホルム／メタノール混液(9：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(17：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びヒドロコルチゾン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをクロロホルム／メタノール混液(9：1)20mLに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ヒドロコルチゾン($C_{21}H_{30}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ヒドロコルチゾン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プレドニゾンのクロロホルム／メタノール混液(9：1)溶液(9→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする.

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：クロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(1000：20：1)

流量：ヒドロコルチゾンの保持時間が約15分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ヒドロコルチゾンの順に溶出し，その分離度は7以上である.

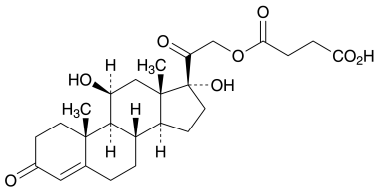
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル

Hydrocortisone Succinate

コハク酸ヒドロコルチゾン



$C_{25}H_{34}O_8$：462.53

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione

21-(hydrogen succinate)

[*2203-97-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾンコハク酸エステル($C_{25}H_{34}O_8$)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品3mgに硫酸2mLを加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋147～＋153°(乾燥後，0.1g，エタノール(99.5)，10mL，100mm).

純度試験 類縁物質 本品25mgをとり，メタノール10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン25mgをとり，メタノール10mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液3μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(99.5)／ギ酸混液(150：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(0.5g).

定量法 本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル($C_{25}H_{34}O_8$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ヒドロコルチゾンコハク酸エステルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

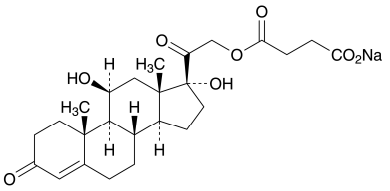
保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム

Hydrocortisone Sodium Succinate

コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム



$C_{25}H_{33}NaO_8$：484.51

Monosodium 11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-succinate

[*125-04-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム($C_{25}H_{33}NaO_8$)97.0～103.0%を含む．

性状 本品は白色の粉末又は塊で，においはない．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品0.2gを水20mLに溶かし，かき混ぜながら希塩酸0.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水10mLずつで2回洗った後，105℃で3時間乾燥する．乾燥物3mgに硫酸2mLを加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（２）　(1)で得た乾燥物0.01gをメタノール1mLに溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（３）　(1)で得た乾燥物0.1gを水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし，10分間放置する．析出した沈殿をろ過し，ろ液に希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，薄めたアンモニア試液(1→10)を加えてpH約6に調整し，塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（４）　(1)で得た乾燥物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

（５）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋135～＋145°(乾燥物に換算したもの0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm).

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　類縁物質　本品25mgをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン25mgをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液(1)とする．更に，標準溶液(1)6mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)3μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(99.5)／ギ酸混液(150：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，1個以下であり，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.5g，105℃，3時間).

定量法　本品約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム
($C_{25}H_{33}NaO_8$)の量(mg)
　$= M_S \times A_T / A_S \times 1.048$

M_S：ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法

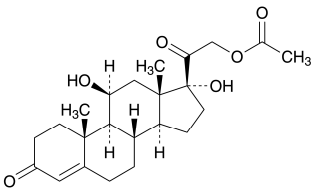
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ヒドロコルチゾン酢酸エステル

Hydrocortisone Acetate

酢酸ヒドロコルチゾン



$C_{23}H_{32}O_6$：404.50

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-acetate

[*50-03-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル($C_{23}H_{32}O_6$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約220℃(分解).

確認試験

（１）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（２）　本品0.01gにメタノール1mLを加え，加温して溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（３）　本品0.05gに水酸化カリウム・エタノール試液2mLを加え，水浴上で5分間加熱する．冷後，薄めた硫酸(2→7)2mLを加え，1分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（４）　本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれをエタノール(95)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋158～＋165°(乾燥後，50mg，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

純度試験　類縁物質　本品40mgをクロロホルム／メタノール

混液(9：1)25mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／ジエチルエーテル／メタノール／水混液(160：30：8：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒドロコルチゾン酢酸エステル($C_{23}H_{32}O_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)

流量：ヒドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏

Hydrocortisone and Diphenhydramine Ointment

製法

ヒドロコルチゾン酢酸エステル	5g
ジフェンヒドラミン	5g
白色ワセリン	適量
全量	1000g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性状　本品は白色～微黄色である．

確認試験

（1）　本品1gにエタノール(95)10mLを加え，時々振り混ぜながら水浴上で5分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液5mLをとり，エタノールを留去した後，残留物に硫酸2mLを加えるとき，液は初め黄緑色の蛍光を発し，徐々に黄色を経て黄褐色に変わる．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色に変わり，緑色の蛍光を発し，淡黄色の浮遊物を生じる(ヒドロコルチゾン酢酸エステル).

（2）　(1)のろ液1mLにpH4.6のフタル酸水素カリウム緩衝液5mL及びブロモフェノールブルー試液2mLを加え，更にクロロホルム5mLを加えてよく振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は黄色を呈する(ジフェンヒドラミン).

（3）　本品1gにメタノール5mLを加えて加温し，振り混ぜ，冷後，メタノール層を分取し，試料溶液とする．別に酢酸ヒドロコルチゾン及びジフェンヒドラミン0.01gずつをそれぞれメタノール10mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ジエチルエーテル混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．

貯法

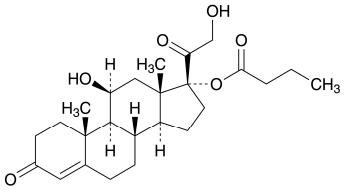
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ヒドロコルチゾン酪酸エステル

Hydrocortisone Butyrate

酪酸ヒドロコルチゾン



$C_{25}H_{36}O_6$：432.55

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 17-butanoate

[*13609-67-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン酪酸エステル($C_{25}H_{36}O_6$)96.0～104.0%を含む.

性状　本品は白色の粉末で，においはない.

本品はテトラヒドロフラン，クロロホルム又は1,2－ジクロロエタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約200℃(分解).

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液に紫外線(主波長254nm)を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．また，この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる.

（2）　本品0.01gにメタノール1mLを加え，加温して溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる.

（3）　本品0.05gに水酸化カリウム・エタノール試液2mLを加え，水浴上で5分間加熱する．冷後，薄めた硫酸(2→7)2mLを加え1分間穏やかに煮沸するとき，酪酸エチルのにおいを発する.

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋48～＋52°(乾燥後，0.1g，クロロホルム，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品25mgをテトラヒドロフラン5mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／メタノール／水混液(470：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長241nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する.

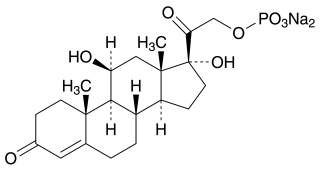
ヒドロコルチゾン酪酸エステル($C_{25}H_{36}O_6$)の量(mg)
　＝A／375 × 25000

貯法　容器　気密容器.

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

Hydrocortisone Sodium Phosphate

リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム



$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$：486.40

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione

21-(disodium phosphate)

[*6000-74-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム($C_{21}H_{29}Na_2O_8P$)96.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはない.

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線(主波長254nm)を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照

スペクトル又はヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

（3） 本品1.0gを少量の硫酸で潤し，徐々に加熱して灰化する．冷後，残留物を希硝酸10mLに溶かし，水浴中で30分間加熱する．冷後，必要ならばろ過する．この液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋123～＋131°(脱水物に換算したもの1g，pH7.0のリン酸塩緩衝液，100mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.5～9.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.30gを水20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて100mLとする．この液5mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.600%以下).

（3） 重金属〈1.07〉 本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(40ppm以下).

（4） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5） 遊離リン酸 本品約0.25gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液5mLずつを正確に量り，それぞれを25mLのメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に25mLとし，20±1℃で30分間放置する．これらの液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長740nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は1.0%以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の含量(%)＝A_T／A_S × 1／M × 258.0

M：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

（6） 遊離ヒドロコルチゾン 本品25mgをとり，移動相に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン標準品を105℃で3時間乾燥し，その25mgをとり，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のヒドロコルチゾンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヒドロコルチゾンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉 5.0%以下(30mg，電量滴定法).

定量法 本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを移動相50mLに溶かした後，内標準溶液10mLずつを正確に加え，移動相を加えて200mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム($C_{21}H_{29}Na_2O_8P$)の量(mg)

＝M_S × Q_T／Q_S

M_S：脱水物に換算したヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(3→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH2.6の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(1：1)

流量：ヒドロコルチゾンリン酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

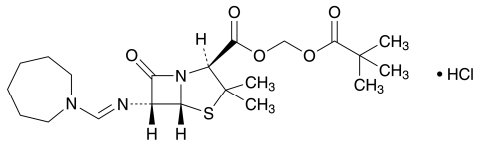
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ピブメシリナム塩酸塩

Pivmecillinam Hydrochloride

塩酸ピブメシリナム



$C_{21}H_{33}N_3O_5S$・HCl：476.03

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(azepan-1-ylmethylene)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*32887-03-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり630～710μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，メシリナム($C_{15}H_{23}N_3O_3S$：325.43)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピブメシリナム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品0.5gを水10mLに溶かし，希硝酸1mL及び硝酸銀試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋200～＋220°(脱水物に換算したもの1g，水，100mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法でなお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸3mLを加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加し，pH3～4に調整した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLをとり，以下検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgをアセトニトリル／酢酸(100)混液(97：3)4.0mLに溶かし，試料溶液とする．別にピブメシリナム塩酸塩標準品2.0mgを水4.0mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，30分間放置した後，試料溶液2μLをスポットする．直ちにアセトン／水／酢酸(100)混液(10：1：1)を展開溶媒として，約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中で10分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．また，試料溶液には主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.25g，電量滴定法)．

定量法　本品及びピブメシリナム塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピブメシリナムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メシリナム($C_{15}H_{23}N_3O_3S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム0.771gを水約900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH3.5に調整した後，更に水を加えて1000mLとする．この液400mLにアセトニトリル600mLを加える．

流量：ピブメシリナムの保持時間が約6.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピブメシリナム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピブメシリナムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ピブメシリナム塩酸塩錠

Pivmecillinam Hydrochloride Tablets

塩酸ピブメシリナム錠

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するメシリナム($C_{15}H_{23}N_3O_3S$：325.43)を含む．

製法　本品は「ピブメシリナム塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ピブメシリナム塩酸塩」35mg(力価)に対応する量をとり，アセトニトリル／

酢酸(100)混液(97：3)4mLに溶かし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にピブメシリナム塩酸塩標準品25mgをアセトニトリル／酢酸(100)混液(97：3)2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，直ちにアセトン／水／酢酸(100)混液(10：1：1)を展開溶媒として，約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に10分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

水分〈2.48〉　3.0%以下(本品を粉末としたもの1g，容量滴定法，直接滴定).

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相40mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に50mLとする．「ピブメシリナム塩酸塩」約10mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にピブメシリナム塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する．

メシリナム($C_{15}H_{23}N_3O_3S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25 / V$

M_S：ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→12500)

崩壊性〈6.09〉　補助盤を使用して試験を行うとき，適合する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「ピブメシリナム塩酸塩」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，移動相50mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にピブメシリナム塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する．

メシリナム($C_{15}H_{23}N_3O_3S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液(1→12500)

貯法　容器　気密容器.

ヒプロメロース

Hypromellose

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

[*9004-65-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである．

本品には1828，2208，2906及び2910の置換度タイプがあり，それぞれ定量するとき，換算した乾燥物に対し，以下の表に示すメトキシ基(－OCH_3：31.03)及びヒドロキシプロポキシ基(－OC_3H_6OH：75.09)を含む．

本品はその置換度タイプを表示すると共に，その粘度をミリパスカル秒(mPa･s)の単位で表示する．

置換度タイプ	メトキシ基(%)		ヒドロキシプロポキシ基(%)	
	下限	上限	下限	上限
1828	16.5	20.0	23.0	32.0
2208	19.0	24.0	4.0	12.0
2906	27.0	30.0	4.0	7.5
2910	28.0	30.0	7.0	12.0

◆**性状**　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である．

本品はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．◆

確認試験

（１）　本品1.0gをビーカーに入れた水100mLの表面に，必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら，均一に分散し，放置するとき，水面上で凝集する．

（２）　本品1.0gを熱湯100mLに加え，かき混ぜるとき，懸濁液となる．この懸濁液を10℃に冷却し，かき混ぜるとき，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．

（３）　(2)の試験終了後の溶液0.1mLに薄めた硫酸(9→10)9mLを加えて振り混ぜ，水浴中で正確に3分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液0.6mLを注意して加え，振り混ぜて25℃で放置するとき，液は初め紅色を呈し，更に100分間以内に紫色に変わる．

（４）　(2)の試験終了後の溶液2～3mLをスライドガラス上に薄く塗り，水を蒸発させるとき，透明なフィルムを形成する．

（５）　水50mLを正確に量り，(2)の試験終了後の溶液50mLを正確に加え，かき混ぜながら1分間に2～5℃上昇するように加温する．液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき，50℃以上である．

粘度〈2.53〉

第1法：本品の表示粘度が600mPa･s未満のものに適用する．本品の換算した乾燥物4.000gに対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて200.0gとし，容器にふたをした後，かき混ぜ機を用いて，均一な分散液となるまで毎分350～450回転で10～20分間かき混ぜる．必要ならば容器の器壁

に付着した試料をかき取り，分散液に加えた後，10℃以下の水浴中で20～40分間かき混ぜながら溶解する．必要ならば冷水を加えて200.0gとし，溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き，試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1℃で粘度測定法第1法により試験を行うとき，表示粘度の80～120%である．

第2法：本品の表示粘度が600mPa･s以上のものに適用する．本品の換算した乾燥物10.00gに対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて500.0gとし，以下第1法と同様に操作して試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1℃で粘度測定法第2法の単一円筒形回転粘度計により，次の条件で試験を行うとき，表示粘度の75～140%である．

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計LVモデル

円筒番号，回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う．

表示粘度(mPa･s)		円筒番号	回転数／分	換算乗数
600以上	1400未満	3	60	20
1400以上	3500未満	3	12	100
3500以上	9500未満	4	60	100
9500以上	99500未満	4	6	1000
99500以上		4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ，2分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り，2分間停止する．同様の操作を2回繰り返し，3回の測定値を平均する．

ｐＨ〈*2.54*〉　粘度試験の試料溶液を20±2℃とし，5分間放置した液のpHは5.0～8.0である．

純度試験　重金属　本品1.0gを100mLのケルダールフラスコにとり，硝酸／硫酸混液(5：4)を試料が十分に潤うまで加えて穏やかに加熱する．この操作を硝酸／硫酸混液(5：4)18mLを使用するまで繰り返す．液が黒色に変化するまで穏やかに煮沸する．冷後，硝酸2mLを加え，液が黒色に変化するまで加熱する．この操作を繰り返し，液が黒色に変化しなくなった後，濃い白煙を生じるまで強く加熱する．冷後，水5mLを加え，濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し，更に液量が2～3mLになるまで加熱する．冷後，水5mLを加えたとき，液がなお黄色を呈するときは，過酸化水素(30)1mLを加え，液量が2～3mLになるまで加熱する．冷後，水2～3mLを加えて希釈した液をネスラー管に入れ，水を加えて25mLとし，検液とする．別に鉛標準液2.0mLを100mLのケルダールフラスコに入れ，硝酸／硫酸混液(5：4)18mLを加え，更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え，濃い白煙を生じるまで加熱する．冷後，水10mLを加え，検液の調製に過酸化水素(30)を用いた場合には，その同量を加え，以下，検液の調製と同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にアンモニア水(28)を加え，液のpHを3.0～4.0に調整し，水を加えて40mLとする．更にそれぞれチオアセトアミド・グリセリン塩基性試液1.2mL，pH3.5の酢酸塩緩衝液2mL及び水を加えて50mLとし，5分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方から観察して液の色を比較する．検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(20ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，105℃，1時間).

強熱残分〈*2.44*〉　1.5%以下(1g).

定量法

（ｉ）　装置

分解瓶：5mLの耐圧セラムバイアルで，外径20mm，高さ50mm，首部の外径20mm及び内径13mm，セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で，アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの．又は同等の構造を持つもの．

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20mm，深さ32mmの穴をあけたもので分解瓶に適合するもの．加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか，又は振とう器に取り付けられて，毎分約100回の往復振とうができるもの．

（ⅱ）　操作法　本品約65mgを精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸0.06～0.10g，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを加え，直ちに密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶の内容物の温度が130±2℃になるようにブロックを加熱しながら，加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて60分間かき混ぜる．マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には，加熱時間の初めの30分間，5分ごとに手で振り混ぜる．冷後，その質量を精密に量り，減量が内容物質量の0.50%以下又は内容物の漏れがないとき，混合物の上層を試料溶液とする．別にアジピン酸0.06～0.10g，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり，直ちに密栓し，その質量を精密に量り，マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン45μL及び定量用ヨウ化イソプロピル15～22μLを加え，それぞれの質量を精密に量る．分解瓶をよく振り混ぜた後，内容物の上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1～2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比Q_{Ta}，Q_{Tb}及びQ_{Sa}，Q_{Sb}を求める．

メトキシ基(CH_3O)の量(%)

$= Q_{Ta} / Q_{Sa} \times M_{Sa} / M \times 21.86$

ヒドロキシプロポキシ基($C_3H_7O_2$)の量(%)

$= Q_{Tb} / Q_{Sb} \times M_{Sb} / M \times 44.17$

M_{Sa}：定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

M_{Sb}：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

M：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

内標準溶液　*n*－オクタンの*o*－キシレン溶液(3→100)

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム：内径3～4mm，長さ1.8～3mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを125～150μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10～20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100℃付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素．

流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1～2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヨードメタン，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークは完全に分離する．

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

ヒプロメロースフタル酸エステル

Hypromellose Phthalate

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート

[*9050-31-1*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はヒプロメロースのモノフタル酸エステルである．

本品はメトキシ基(－OCH_3：31.03)，ヒドロキシプロポキシ基(－$OCH_2CHOHCH_3$：75.09)及びカルボキシベンゾイル基(－COC_6H_4COOH：149.12)を含む．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，カルボキシベンゾイル基21.0～35.0%を含む．

◆本品は置換度タイプを表示すると共に，その粘度をミリパスカル秒(mPa･s)の単位で表示する．

置換度タイプ	カルボキシベンゾイル基(%)	
	下限	上限
200731	27.0	35.0
220824	21.0	27.0

◆

◆**性状**　本品は白色の粉末又は粒である．

本品は水，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品はメタノール／ジクロロメタン混液(1：1)又はエタノール(99.5)／アセトン混液(1：1)を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．◆

◆**確認試験**　本品を赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

粘度〈*2.53*〉　本品を105℃で1時間乾燥し，その10gをとり，メタノールとジクロロメタンをそれぞれの質量比で50%になるように混合した液90gを加え，かき混ぜた後更に振り混ぜて溶かし，20±0.1℃で第1法により試験を行うとき，表示粘度の80～120%である．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを0.2mol/L水酸化ナトリウム液40mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えた後，その赤色が消えるまで激しくかき混ぜながら希硝酸を滴加する．更にかき混ぜながら希硝酸20mLを加える．生成したゲル状の沈殿が粒子状になるまで水浴上でかき混ぜながら加熱し，冷後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水20mLずつで3回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて200mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.50mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム液10mL，希硝酸7mL及び水を加えて50mLとする(0.07%以下)．

◆（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．◆

（3）　フタル酸　本品約0.2gを精密に量り，アセトニトリル約50mLを加え，超音波処理を行って部分的に溶かした後，水10mLを加え，再び超音波処理を行って溶かし，冷後，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にフタル酸約12.5mgを精密に量り，アセトニトリル約125mLを加え，かき混ぜて溶かした後，水25mLを加え，次にアセトニトリルを加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のフタル酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，フタル酸($C_8H_6O_4$：166.13)の量は1.0%以下である．

フタル酸の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 40

M_S：フタル酸の秤取量(mg)

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235mm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に3～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：0.1%トリフルオロ酢酸／アセトニトリル混液(9：1)

流量：毎分約2.0mL

システム適合性

◆システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フタル酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2500段以上，1.5以下である．◆

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フタル酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール(99.5)／ジクロロメタン混液(3：2)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品約1gを精密に量り，エタノール(95)／アセトン／水混液(2：2：1)50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

カルボキシベンゾイル基($C_8H_5O_3$)の含量(%)

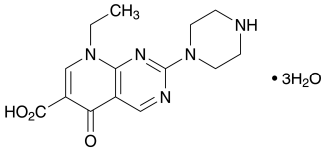
＝{(0.01×149.1×V)／M}－{(2×149.1×P)／166.1}

P：フタル酸の試験で得られたフタル酸の含量(%)
V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

貯法　容器　気密容器.

ピペミド酸水和物

Pipemidic Acid Hydrate
ピペミド酸三水和物



$C_{14}H_{17}N_5O_3 \cdot 3H_2O$：357.36
8-Ethyl-5-oxo-2-(piperazin-1-yl)-5,8-dihydropyrido[2,3-*d*]pyrimidine-6-carboxylic acid trihydrate
[*51940-44-4*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピペミド酸($C_{14}H_{17}N_5O_3$：303.32)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は微黄色の結晶性の粉末である.
本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，メタノールにほとんど溶けない.
本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.
本品は光によって徐々に着色する.
融点：約250℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.1gを水酸化ナトリウム試液20mLに溶かし，水を加えて200mLとする．この液1mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，水35mL及び水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，希硝酸15mLを加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する．ろ液30mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに水酸化ナトリウム試液5mL，希硝酸13.5mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，水35mL及び水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，希塩酸15mLを加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する．ろ液30mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに水酸化ナトリウム試液5mL，希塩酸7.5mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.10gを薄めた酢酸(100)(1→20)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→20)を加え，正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／ギ酸／トリエチルアミン混液(25：15：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

水分〈*2.48*〉　14.5～16.0%(20mg，電量滴定法).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

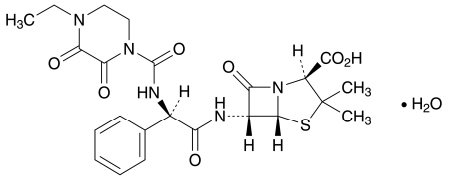
定量法　本品約0.35gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.33mg $C_{14}H_{17}N_5O_3$

貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　密閉容器.

ピペラシリン水和物

Piperacillin Hydrate



$C_{23}H_{27}N_5O_7S \cdot H_2O$：535.57
(2*S*,5*R*,6*R*)-6-{(2*R*)-2-[(4-Ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-phenylacetylamino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid monohydrate
[*66258-76-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり970～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ピペラシリン($C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.
本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)又はジメチルスルホキシドにやや溶けやすく，水に極めて溶けにく

い．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピペラシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→3)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.1ppm付近に三重線のシグナルAを，δ4.2ppm付近に単一線のシグナルBを，δ7.4ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：5である．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋162～＋172°(0.2g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2） 類縁物質1 試料溶液及び標準溶液は調製後，速やかに試験を行う．本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピペラシリンに対する相対保持時間約0.38及び約0.50のピークの合計面積は，標準溶液(2)のピペラシリンのピーク面積の2倍より大きくなく，試料溶液のピペラシリンに対する相対保持時間約0.82及び約0.86のピークの合計面積は標準溶液(2)のピペラシリンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のピペラシリン並びにピペラシリンに対する相対保持時間約0.38，約0.50，約0.82及び約0.86のピーク以外のピークの面積は，標準溶液(2)のピペラシリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のピペラシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のピペラシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピペラシリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(2)20μLから得たピペラシリンのピーク面積が標準溶液(1)20μLから得たピペラシリンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液(1)20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピペラシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液(2)20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピペラシリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

（3） 類縁物質2 本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピペラシリンに対する相対保持時間約6.6のピーク面積は，標準溶液(2)のピペラシリンのピーク面積の3倍より大きくなく，試料溶液のピペラシリン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液(2)のピペラシリンのピーク面積の1.4倍より大きくない．また，試料溶液のピペラシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のピペラシリンのピーク面積より大きくない．ただし，ピペラシリンに対する相対保持時間約6.6のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数2.0を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：酢酸(100)60.1g及びトリエチルアミン101.0gをとり，水を加えて1000mLとする．この液25mLにアセトニトリル300mL及び希酢酸25mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：ピペラシリンの保持時間が約1.2分になるように調整する．

面積測定範囲：ピペラシリンのピークの後からピペラシリンの保持時間の約8倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(2)20μLから得たピペラシリンのピーク面積が標準溶液(1)20μLから得たピペラシリンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液(1)20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピペラシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液(2)20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピペラシリンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（4） 残留溶媒〈2.46〉 本品10mgを正確に量り，内容量約3mLのバイアル瓶に入れ，飽和炭酸水素ナトリウム溶液1mLを正確に加えて溶かし，密栓をする．これを90℃で10分間加熱した後，容器内の気体を試料気体とする．別に酢酸エチル1mLを正確に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液2μLを正確に量り，あらかじめ，飽和炭酸水素ナトリウム溶液1mLを正確に量り，内容量約3mLのバイアル瓶に入れ，密栓をし，以下，試料と同様に操作を行い，標準気体とする．試料気体及び標準気体0.5mLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの気体の酢酸エチルのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料気体の酢酸エチルのピーク面積は標準気体の酢酸エチルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1mのガラス管に125～150μmのガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g)を充てんする．

カラム温度：145℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：酢酸エチルの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：内容量約3mLのバイアル瓶に飽和炭酸水素ナトリウム溶液1mLをとり，これに酢酸エチル溶液(1→400)及びアセトン溶液(1→400)2μLずつを加えて密栓をし，上記の条件で操作するとき，アセトン，酢酸エチルの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：内容量約3mLのバイアル瓶に飽和炭酸水素ナトリウム溶液1mLをとり，これに酢酸エチル溶液(1→400)2μLを加えて密栓をし，上記の条件で試験を行う．この操作を6回繰り返すとき，酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.2～3.8%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.07EU/mg(力価)未満.

定量法　本品及びピペラシリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比H_T及びH_Sを求める．

ピペラシリン($C_{23}H_{27}N_5O_7S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times H_T / H_S \times 1000$

M_S：ピペラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100)60.1g及びトリエチルアミン101.0gをとり，水を加えて1000mLとする．この液25mLにアセトニトリル210mL及び希酢酸25mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：ピペラシリンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

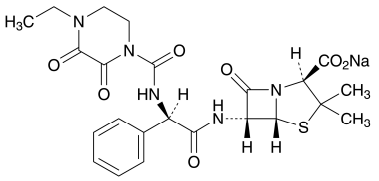
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ピペラシリンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ピペラシリンナトリウム

Piperacillin Sodium



$C_{23}H_{26}N_5NaO_7S$：539.54

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-phenylacetylamino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*59703-84-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり863μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，ピペラシリン($C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋175～＋190°(脱水物に換算したもの0.8g，水，20mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水4mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.1gを移動相A 50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク

面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の保持時間約7分のアンピシリンのピークの面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の1／2より大きくなく，保持時間約17分及び約21分の類縁物質1のピークの面積の和は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の2倍より大きくなく，保持時間約56分の類縁物質2のピークの面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積より大きくない．また，ピペラシリン以外のピークの合計面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の5倍より大きくない．ただし，アンピシリン，類縁物質1及び2のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.39，1.32及び1.11を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：水／アセトニトリル／0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(45：4：1)

移動相B：アセトニトリル／水／0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(25：24：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 7	100	0
7 ～ 13	100 → 83	0 → 17
13 ～ 41	83	17
41 ～ 56	83 → 20	17 → 80
56 ～ 60	20	80

流量：毎分1.0mL．この条件でピペラシリンの保持時間は約33分である．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，ピペラシリンの保持時間の約1.8倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピペラシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ15000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，ピペラシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉 1.0%以下(3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に，ピペラシリン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

ピペラシリン($C_{23}H_{27}N_5O_7S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ピペラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 アセトアニリドの移動相溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100)60.1g及びトリエチルアミン101.0gをとり，水を加えて正確に1000mLとする．この液25mLに希酢酸25mL及びアセトニトリル210mLを加え，更に水を加えて正確に1000mLとする．

流量：ピペラシリンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ピペラシリンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密封容器．

注射用ピペラシリンナトリウム

Piperacillin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するピペラシリン($C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55)を含む．

製法 本品は「ピペラシリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験 「ピペラシリンナトリウム」の確認試験を準用する．

ｐＨ〈2.54〉 本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水4mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（１） 溶状 本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」4.0g(力価)に対応する量を水17mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２） 類縁物質 「ピペラシリンナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

水分〈2.48〉 1.0%以下(3g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈4.01〉 0.04EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，

適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ピペラシリンナトリウム」約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にピペラシリン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．以下「ピペラシリンナトリウム」の定量法を準用する．

ピペラシリン($C_{23}H_{27}N_5O_7S$)の量[mg(力価)]＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ピペラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

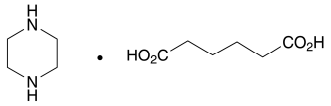
内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液(1→5000)

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

ピペラジンアジピン酸塩

Piperazine Adipate

アジピン酸ピペラジン



$C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$：232.28

Piperazine hexanedioate

[*142-88-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピペラジンアジピン酸塩($C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水又は酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約250℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.5gを水10mLに溶かし，塩酸1mLを加えてジエチルエーテル20mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は152～155℃である．

（2）　本品の水溶液(1→100)3mLにライネッケ塩試液3滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水30mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，非水滴定用酢酸20mL及び非水滴定用アセトン40mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液6滴)．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.61mg $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$

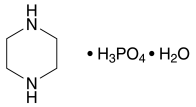
貯法　容器　密閉容器．

ピペラジンリン酸塩水和物

Piperazine Phosphate Hydrate

ピペラジンリン酸塩

リン酸ピペラジン



$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：202.15

Piperazine monophosphate monohydrate

[*18534-18-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピペラジンリン酸塩($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$：184.13)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品はギ酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約222℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)3mLにライネッケ塩試液3滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(3)を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～6.5である．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gに希硝酸6mL及び水を加えて溶かし，50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.018%以下)．

（２） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，希塩酸5mL，水30mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液を加え，pH3.3に調整し，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(1ppm以下).

（４） 類縁物質 本品50mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)／アセトン／エタノール(99.5)混液(8：3：3：2)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液を均等に噴霧した後，15分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

水分〈2.48〉 8.0～9.5%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品約0.15gを精密に量り，ギ酸10mLに溶かし，酢酸(100)60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝9.207mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$

貯法 容器 密閉容器.

ピペラジンリン酸塩錠

Piperazine Phosphate Tablets

リン酸ピペラジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するピペラジンリン酸塩水和物($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：202.15)を含む.

製法 本品は「ピペラジンリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ピペラジンリン酸塩水和物」0.1gに対応する量をとり，水10mLを加え，10分間加温しながら振り混ぜた後，放冷し，ろ過する．ろ液3mLにライネッケ塩試液3滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

崩壊性〈6.09〉 試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は10分間とする.

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ピペラジンリン酸塩水和物($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$)約0.15gに対応する量を精密に量り，ギ酸5mLを加えて5分間振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとる．残留物にギ酸5mLを加えて5分間振り混ぜ，再び遠心分離して上澄液をとる．更に酢酸(100)5mLを用いて同じ操作を2回繰り返し，全上澄液を合わせ，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

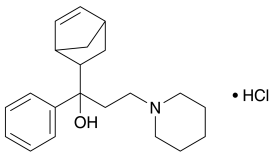
0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.11mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$

貯法 容器 気密容器.

ビペリデン塩酸塩

Biperiden Hydrochloride

塩酸ビペリデン



$C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$：347.92

1-(Bicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-yl)-1-phenyl-3-(piperidin-1-yl)propan-1-ol monohydrochloride

[*1235-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビペリデン塩酸塩($C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色～帯褐黄白色の結晶性の粉末である.

本品はギ酸に溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約270℃(分解).

確認試験

（１） 本品0.02gをリン酸5mLに溶かすとき，液は緑色を呈する.

（２） 本品0.01gに水5mLを加え，加熱して溶かし，冷後，臭素試液5～6滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じる.

（３） 本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（４） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（５） 本品0.02gに水10mLを加え，加熱して溶かし，冷却した液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（１） 酸又はアルカリ 本品1.0gに水50mLを加え，激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液20mLにメチルレッド試液1滴を加えるとき，液は赤色又は黄色を呈しない.

（２） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４） 類縁物質 本品0.10gをとり，メタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を

行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(80：15：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.79mg $C_{21}H_{29}NO$・HCl

貯法

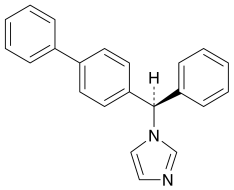
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

ビホナゾール

Bifonazole

ビフォナゾール



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{18}N_2$：310.39

1-[(*RS*)-(Biphenyl-4-yl)(phenyl)methyl]-1*H*-imidazole

[*60628-96-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビホナゾール($C_{22}H_{18}N_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品はジクロロメタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　147～151℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水40mLを加え，5分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液10mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)のろ液10mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液25mL及び5mLを正確に量り，それぞれメタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液(1)及び(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(49：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値約0.20のスポットは，標準溶液(1)のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ジクロロメタンに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水10mL，希硫酸5mL及びジクロロメタン25mLを加え，更に指示薬としてメチルエローのジクロロメタン溶液(1→500)2～3滴を加え，強く振り混ぜながら0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液で，最小目盛0.02mLのビュレットを用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，ジクロロメタン層の黄色がだいだい赤色に変わるときとする．

0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液1mL
＝3.104mg $C_{22}H_{18}N_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ヒマシ油

Castor Oil

OLEUM RICINI

本品はトウゴマ *Ricinus communis* Linné (*Euphorbiaceae*)の種子を圧搾して得た脂肪油である．

性状　本品は無色～微黄色澄明の粘性の油で，わずかに特異なにおいがあり，味は初め緩和で，後にわずかにえぐい．

本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は0℃に冷却するとき，粘性を増し，徐々に混濁する．

確認試験　本品3gに水酸化カリウム1gを加え，注意して加熱融解するとき，特異なにおいを発する．この融解物に水30mLを加えて溶かした後，過量の酸化マグネシウムを加えてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性にするとき，白色の結晶を析出する．

比重〈*1.13*〉　d^{25}_{25}：0.953～0.965

酸価〈*1.13*〉　1.5以下．

けん化価〈*1.13*〉　176～187

水酸基価〈*1.13*〉　155～177

ヨウ素価〈*1.13*〉　80～90

純度試験　偽和物　本品1.0gにエタノール(95)4.0mLを加えて振り混ぜるとき，澄明に溶け，エタノール(95)15mLを追加するとき，液は混濁しない．

貯法　容器　気密容器．

加香ヒマシ油

Aromatic Castor Oil

製法

ヒマシ油	990mL
オレンジ油	5mL
ハッカ油	5mL
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は無色～類黄色澄明の濃稠な液で，芳香がある．

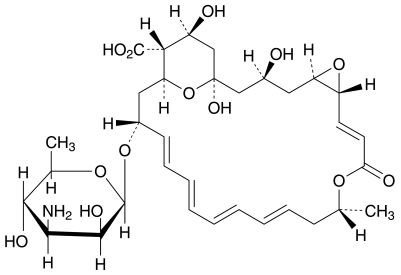
確認試験　本品3gに水酸化カリウム1gを加え，注意して加熱融解するとき，特異なにおいを発する．この融解物を水30mLに溶かした後，過量の酸化マグネシウムを加えてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性にするとき，白色の結晶を析出する．

貯法　容器　気密容器．

ピマリシン

Pimaricin

ナタマイシン



$C_{33}H_{47}NO_{13}$：665.73

(1*R**,3*S**,5*R**,7*R**,8*E*,12*R**,14*E*,16*E*,18*E*,20*E*,22*R**,24*S**,25*R**,26*S**)-22-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-1,3,26-trihydroxy-12-methyl-10-oxo-6,11,28-trioxatricyclo[22.3.1.0^{5,7}]octacosa-8,14,16,18,20-pentaene-25-carboxylic acid

[*7681-93-8*]

本品は，*Streptomyces natalensis*の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ピマリシン($C_{33}H_{47}NO_{13}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けにくく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品3mgに塩酸1mLを加えて振り混ぜるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品5mgを酢酸(100)のメタノール溶液(1→100)に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピマリシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋243～＋259°(0.1g，酢酸(100)，25mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品20mgをとり，メタノールに溶かして100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりピマリシン以外の物質の量を求めるとき，その合計は4.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：303nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に

10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム1.0gを水／メタノール／テトラヒドロフラン混液(47：44：2)1000mLに溶かす．

流量：ピマリシンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：ピマリシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たピマリシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のピマリシンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピマリシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ1500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピマリシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0～9.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びピマリシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLずつを正確に量り，それぞれに酢酸(100)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長295.5nm，303nm及び311nmにおける吸光度A_{T1}，A_{S1}，A_{T2}，A_{S2}，A_{T3}及びA_{S3}を測定する．

ピマリシン($C_{33}H_{47}NO_{13}$)の量[μg(力価)]

$$= M_S \times \frac{A_{T2} - \dfrac{A_{T1} + A_{T3}}{2}}{A_{S2} - \dfrac{A_{S1} + A_{S3}}{2}} \times 1000$$

M_S：ピマリシン標準品の秤取量[mg(力価)]

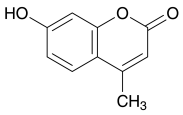
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ヒメクロモン

Hymecromone



$C_{10}H_8O_3$：176.17

7-Hydroxy-4-methylchromen-2-one

[*90-33-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒメクロモン($C_{10}H_8O_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品2mgをpH11.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLに溶かすとき，液は強い青紫色の蛍光を発する．

（２）　本品25mgを薄めたエタノール(1→2)5mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は初め黒褐色を呈し，放置するとき黄褐色に変わる．

（３）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　187～191℃

純度試験

（１）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.8gをアセトン／水混液(2：1)40mLに溶かし，希硝酸6mL及びアセトン／水混液(2：1)を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及びアセトン／水混液(2：1)を加えて50mLとする(0.011%以下)．

（２）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.8gをアセトン／水混液(2：1)40mLに溶かし，希塩酸1mL及びアセトン／水混液(2：1)を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに希塩酸1mL及びアセトン／水混液(2：1)を加えて50mLとする(0.024%以下)．

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（４）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（５）　類縁物質　本品80mgをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，エ

タノール(95)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に5分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

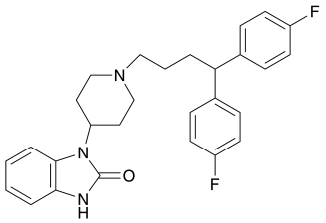
定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド90mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド90mLに水14mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝17.62mg $C_{10}H_8O_3$

貯法　容器　気密容器.

ピモジド

Pimozide



$C_{28}H_{29}F_2N_3O$：461.55

1-{1-[4,4-Bis(4-fluorophenyl)butyl]piperidin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one

[*2062-78-4*]

本品は定量するとき，ピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈2.60〉　216～220℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える．ただし，硫酸は5mLを用いる(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピモジド以外のピークの面積は，標準溶液のピモジドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のピモジド以外のピークの合計面積は，標準溶液のピモジドのピーク面積の1.5倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外可視吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：酢酸アンモニウム2.5g及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム8.5gを水に溶かし，1000mLとする.

移動相B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	80 → 70	20 → 30
10 ～ 15	70	30

流量：毎分2.0mL

面積測定範囲：ピモジドの保持時間の1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たピモジドのピーク面積が，標準溶液のピモジドのピーク面積の8～12%になることを確認する.

システムの性能：本品5mg及びメベンダゾール2mgをメタノールに溶かし，100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メベンダゾール，ピモジドの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（4）　残留溶媒　別に規定する.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約70mgを精密に量り，非水滴定用酢酸25mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.02mol/L過塩素酸1mL＝9.231mg $C_{28}H_{29}F_2N_3O$

貯法　容器　密閉容器.

沈降精製百日せきワクチン

Adsorbed Purified Pertussis Vaccine

本品は百日せき菌の防御抗原を含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきワクチンの条に適合する.

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する.

沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン

Adsorbed Diphtheria-Purified Pertussis-Tetanus Combined Vaccine

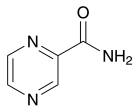
本品は百日せき菌の防御抗原を含む液及び「ジフテリアトキソイド」並びに破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得た破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチンの条に適合する.

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する.

ピラジナミド

Pyrazinamide



$C_5H_5N_3O$：123.11

Pyrazine-2-carboxamide

[*98-96-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピラジナミド($C_5H_5N_3O$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい.

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　188～193℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

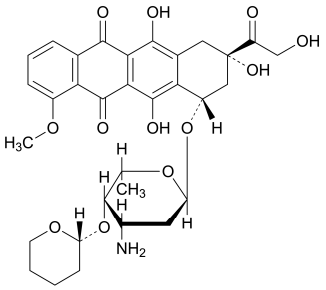
定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，無水酢酸50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝12.31mg $C_5H_5N_3O$

貯法　容器　密閉容器.

ピラルビシン

Pirarubicin



$C_{32}H_{37}NO_{12}$：627.64

(2*S*,4*S*)-4-{3-Amino-2,3,6-trideoxy-4-*O*-[(2*R*)-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy}-2,5,12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione

[*72496-41-4*]

本品は，ダウノルビシンの誘導体である.

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，ピラルビシン($C_{32}H_{37}NO_{12}$)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である.

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品10mgをメタノール80mL及び薄めた塩酸(1→5000)6mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液10mLをとり，薄めたメタノール(4→5)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピラルビシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びピラルビシン標準品5mgずつをクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤だいだい色を呈し，それらのR_f値は等しい．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋195～＋215°(10mg，クロロホルム，10mL，100mm)．

純度試験

（1） 溶状 本品10mgを0.01mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品10mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ピラルビシンのピークに対する相対保持時間約0.45のドキソルビシン及び相対保持時間約1.2のピークのピーク面積はそれぞれ標準溶液のピラルビシンのピーク面積より大きくなく，ピラルビシンのピークに対する相対保持時間約1.9及び相対保持時間約2.0のピークの合計面積は，標準溶液のピラルビシンのピーク面積の5倍より大きくない．ただし，ドキソルビシンのピーク面積は感度係数0.94を乗じた値とし，相対保持時間約1.9及び相対保持時間約2.0のピーク面積は感度係数1.09を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ピラルビシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たピラルビシンのピーク面積が，標準溶液のピラルビシンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

水分〈2.48〉 2.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品及びピラルビシン標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に10mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ピラルビシン($C_{32}H_{37}NO_{12}$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ピラルビシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 2－ナフトールの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH4.0の0.05mol/Lギ酸アンモニウム緩衝液／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ピラルビシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピラルビシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

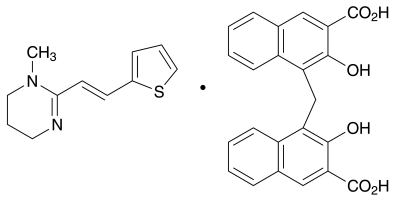
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密封容器．

ピランテルパモ酸塩

Pyrantel Pamoate

パモ酸ピランテル



$C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$：594.68

1-Methyl-2-[(1*E*)-2-(thien-2-yl)vinyl]-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine mono[4,4′-methylenebis(3-hydroxy-2-naphthoate)] (1/1)

[*22204-24-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピランテルパモ酸塩($C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$)98.0%以上を含む．

性状 本品は淡黄色～黄色の結晶性の粉末で，におい及び味は

ない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けにくく，水，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：256～264℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.05gにメタノール10mL及び塩酸／メタノール混液(1：1)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする[沈殿物は(2)の試験に用いる]．試料溶液0.5mLに2,3－インドリンジオンの硫酸溶液(1→1000)1mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　(1)で得た沈殿物をとり，メタノールで洗った後，105℃で1時間乾燥する．この0.01gをとり，メタノール10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

（3）　本品0.1gを*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，メタノールを加えて200mLとする．この液2mLをとり，塩酸のメタノール溶液(9→1000)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，希硝酸10mL及び水40mLを加えて水浴上で5分間振り混ぜながら加熱し，冷後，水を加えて50mLとし，ろ過する．ろ液20mLをとり，希硝酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.75gをとり，希塩酸5mL及び水を加えて100mLとし，水浴上で5分間振り混ぜながら加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液20mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.45mLを加える(0.144%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gを*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たピランテル及びパモ酸のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たピランテルのスポット(R_f値約0.3)より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，クロロホルム25mL及び水酸化ナトリウム試液25mLを加えて15分間振り混ぜて抽出する．更にクロロホルム25mLずつで同様に2回抽出する．クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム5gをおいた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，酢酸(100)30mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝59.47mg $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$

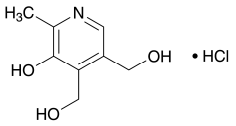
貯法　容器　気密容器．

ピリドキシン塩酸塩

Pyridoxine Hydrochloride

塩酸ピリドキシン

ビタミンB_6



$C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$：205.64

4,5-Bis(hydroxymethyl)-2-methylpyridin-3-ol monohydrochloride

[*58-56-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピリドキシン塩酸塩($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，無水酢酸，酢酸(100)にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約206℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピリドキシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したピリドキシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは2.5～3.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（3）　類縁物質　本品1.0gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後，アセトン／テトラヒドロフラン／ヘキサン／アンモニア水(28)混液(65：13：13：9)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール(3→10)溶液(1→20)を均等に噴霧した後，風乾し，更に2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミンのエタノール(99.5)溶液(1→1000)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.30%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)5mL及び無水酢酸5mLを加え，穏やかに煮沸して溶かす．冷後，無水酢酸30mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.56mg $C_8H_{11}NO_3$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ピリドキシン塩酸塩注射液

Pyridoxine Hydrochloride Injection

塩酸ピリドキシン注射液

ビタミンB_6注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するピリドキシン塩酸塩($C_8H_{11}NO_3$・HCl：205.64)を含む．

製法　本品は「ピリドキシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：3.0～6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ピリドキシン塩酸塩」0.05gに対応する容量をとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液2mLに，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長288～292nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品の表示量に従い「ピリドキシン塩酸塩」0.01gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にピリドキシン塩酸塩標準品0.01gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後，アセトン／テトラヒドロフラン／ヘキサン／アンモニア水(28)混液(65：13：13：9)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール(3→10)溶液(1→20)を均等に噴霧した後，風乾し，更に2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミンのエタノール(99.5)溶液(1→1000)を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し，それらのR_f値は等しい．

エンドトキシン〈4.01〉　3.0EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のピリドキシン塩酸塩($C_8H_{11}NO_3$・HCl)約20mgに対応する容量を，必要ならば水で薄めた後，正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．別にピリドキシン塩酸塩標準品をデシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1mLずつを正確に量り，それぞれにバルビタール緩衝液2.0mL，2－プロパノール9.0mL及び新たに製した2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミンのエタノール(95)溶液(1→4000)2.0mLを加えてよく振り混ぜ，更に2－プロパノールを加えて正確に25mLとし，90分間放置する．これらの液につき，水1mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長650nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ピリドキシン塩酸塩($C_8H_{11}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

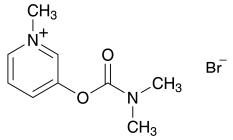
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ピリドスチグミン臭化物

Pyridostigmine Bromide

臭化ピリドスチグミン



$C_9H_{13}BrN_2O_2$：261.12

3-Dimethylcarbamoyloxy-1-methylpyridinium bromide

[*101-26-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピリドスチグミン臭化物($C_9H_{13}BrN_2O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

本品は潮解性である．

確認試験

（1）　本品0.02gを水10mLに溶かし，ライネッケ塩試液5mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.1gに水酸化ナトリウム試液0.6mLを加えるとき，ジメチルアミンの不快なにおいを発する．

（3）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→30000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→50)は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　153～157℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／塩化アンモニウム試液混液(5：4：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，100℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

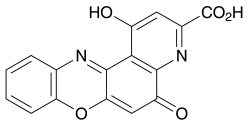
定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)10mLを加えて溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.11mg $C_9H_{13}BrN_2O_2$

貯法　容器　密封容器．

ピレノキシン

Pirenoxine



$C_{16}H_8N_2O_5$：308.25

1-Hydroxy-5-oxo-5*H*-pyrido[3,2-*a*]phenoxazine-3-carboxylic acid

[*1043-21-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピレノキシン($C_{16}H_8N_2O_5$)98.0%以上を含む．

性状　本品は黄褐色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けにくく，水，アセトニトリル，エタノール(95)，テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約250℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgをpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLに溶かし，L－アスコルビン酸溶液(1→50)5mLを加えて激しく振り混ぜるとき，暗紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品のpH6.5のリン酸塩緩衝液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品10mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液

5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピレノキシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピレノキシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：塩化テトラ*n*－ブチルアンモニウム1.39g及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物4.5gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH6.5に調整する．この液700mLにアセトニトリル200mL及びテトラヒドロフラン30mLを加えて混和する．

流量：ピレノキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：ピレノキシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に30mLとする．この液5μLから得たピレノキシンのピーク面積が，標準溶液のピレノキシンのピーク面積の5～8%になることを確認する．

システムの性能：本品3mg及びパラオキシ安息香酸メチル16mgを移動相100mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピレノキシン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピレノキシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.5%以下(0.5g，減圧，80℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，ジメチルスルホキシド140mLを加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，水30mLを加え，直ちに0.02mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝6.165mg $C_{16}H_8N_2O_5$

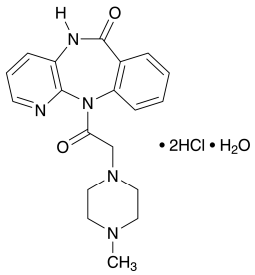
貯法　容器　気密容器．

ピレンゼピン塩酸塩水和物

Pirenzepine Hydrochloride Hydrate

塩酸ピレンゼピン

塩酸ピレンゼピン水和物



$C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl・H_2O：442.34

11-[(4-Methylpiperazin-1-yl)acetyl]-5,11-dihydro-6*H*-pyrido[2,3-*b*][1,4]benzodiazepin-6-one dihydrochloride monohydrate

[*29868-97-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピレンゼピン塩酸塩($C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl：424.32)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品1gを水10mLに溶かした液のpHは1.0～2.0である．

融点：約245℃(分解)．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液F 1.2mLに薄めた塩酸(1→40)8.8mLを加える．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.3gを水10mLに溶かす．この液1mLを量り，メタノール5mLを加えた後，移動相Aを加えて10mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，メタノール5mLを加えた後，移動相Aを加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノール5mLを加えた後，移動相Aを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で

液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピレンゼピン以外のピークの面積は，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のピレンゼピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の3／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：ラウリル硫酸ナトリウム2gを水900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH3.2に調整した後，水を加えて1000mLとする．

移動相B：メタノール

移動相C：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A，移動相B及び移動相Cの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)	移動相C (vol%)
0 ～ 15	55 → 25	30	15 → 45
15 ～	25	30	45

流量：ピレンゼピンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピレンゼピンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノール5mLを加えた後，移動相Aを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たピレンゼピンのピークの面積が，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：塩酸フェニルピペラジン0.1gをメタノール10mLに溶かす．この液1mL及び試料溶液1mLを混和し，メタノール5mLを加えた後，移動相Aを加えて10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピレンゼピン，フェニルピペラジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピレンゼピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.5～5.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.2gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.14mg $C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

ピロ亜硫酸ナトリウム

Sodium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_5$：190.11

本品は定量するとき，ピロ亜硫酸ナトリウム($Na_2S_2O_5$)95.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，二酸化イオウのにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は酸性である．

本品は吸湿性である．

本品は空気中で徐々に分解する．

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び亜硫酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　チオ硫酸塩　本品1.0gを水15mLに溶かし，希塩酸5mLを徐々に加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを水10mLに溶かし，塩酸5mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水10mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色となるまで加え，次に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸5mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gを水10mLに溶かし，硫酸1mLを加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下).

定量法　本品約0.15gを精密に量り，直ちに正確に0.05mol/Lヨウ素液50mLを入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に5分間放置する．次に塩酸1mLを加え，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝4.753mg $Na_2S_2O_5$

貯法

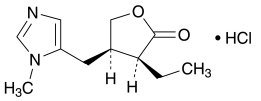
保存条件　遮光して，なるべく全満し，30℃以下で保存する．

容器　気密容器.

ピロカルピン塩酸塩

Pilocarpine Hydrochloride

塩酸ピロカルピン



$C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl：244.72

(3*S*,4*R*)-3-Ethyl-4-(1-methyl-1*H*-imidazol-5-ylmethyl)-4,5-dihydrofuran-2(3*H*)-one monohydrochloride

[*54-71-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl)99.0%以上を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である.

本品は吸湿性である.

本品は光によって変化する.

確認試験

（1）　本品0.1gを水5mLに溶かし，希硝酸1滴，過酸化水素試液1mL，クロロホルム1mL及び二クロム酸カリウム溶液(1→300)1滴を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈し，水層は無色～淡黄色である.

（2）　本品の水溶液(1→20)1mLに希硝酸1mL及び硝酸銀試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿又は混濁を生じる.

融点〈*2.60*〉　200～203℃

純度試験

（1）　硫酸塩　本品0.5gを水20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5.0mLに希塩酸1mL及び塩化バリウム試液0.5mLを加えるとき，液は混濁しない.

（2）　硝酸塩　(1)の試料溶液2.0mLに硫酸鉄(Ⅱ)試液2mLを加え，これを硫酸4mL上に層積するとき，境界面は暗褐色を呈しない.

（3）　類縁物質　本品0.3gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア試液混液(85：14：2)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を105℃で10分間乾燥し，冷後，ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（4）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Bより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(0.1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.47mg $C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl

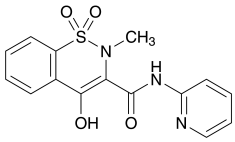
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ピロキシカム

Piroxicam



$C_{15}H_{13}N_3O_4S$：331.35

4-Hydroxy-2-methyl-*N*-(pyridin-2-yl)-2*H*-1,2-benzothiazine-3-carboxamide 1,1-dioxide

[*36322-90-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ピロキシカム($C_{15}H_{13}N_3O_4S$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である.

本品は無水酢酸にやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約200℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.1gをメタノール／0.5mol/L塩酸試液混液(490：1)に溶かし，200mLとする．この液1mLを量り，メタノール／0.5mol/L塩酸試液混液(490：1)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をジクロロメタンに溶かした後，ジクロロメタンを蒸発し，残留物を水浴上で乾燥したものにつき，同様の試験を行う.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品75mgを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，液体

クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピロキシカム以外のピークの面積は，標準溶液のピロキシカムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のピロキシカム以外のピークの合計面積は，標準溶液のピロキシカムのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：2)

流量：ピロキシカムの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロキシカムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たピロキシカムのピーク面積が，標準溶液のピロキシカムのピーク面積の17.5～32.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピロキシカムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品約0.25gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(1：1)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.14mg $C_{15}H_{13}N_3O_4S$

貯法　容器　気密容器.

ピロキシリン

Pyroxylin

本品はセルロースの硝酸エステルで，通例，2－プロパノール又はその他の適当な溶媒で潤したものである．

性状　本品は白色で，綿状又はフレーク状である．

本品はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は熱及び光によって分解し，亜硝酸ガスを発生する．

確認試験　本品は点火するとき，光輝ある炎を上げて極めて良く燃える．

純度試験

（1）　溶状　本品を80℃で2時間乾燥し，その1.0gをジエチルエーテル／エタノール(95)混液(3：1)25mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸　本品を80℃で2時間乾燥し，その1.0gに水20mLを加え，10分間振り混ぜてろ過するとき，ろ液は中性である．

（3）　水可溶物　(2)のろ液10mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，残留物の量は1.5mg以下である．

（4）　強熱残留物　本品を80℃で2時間乾燥し，その約2gを精密に量り，ヒマシ油のアセトン溶液(1→20)10mLで潤して試料をゲル化する．内容物に点火して試料を炭化した後，約500℃で2時間強熱し，デシケーター(シリカゲル)で放冷するとき，残留物の量は0.30%以下である．

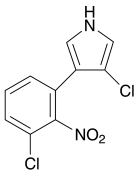
貯法

保存条件　遮光して，ゆるやかに詰め，火気を避け，なるべく冷所に保存する．

容器　気密容器.

ピロールニトリン

Pyrrolnitrin



$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$：257.07

3-Chloro-4-(3-chloro-2-nitrophenyl)pyrrole

[*1018-71-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり970～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ピロールニトリン($C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピロールニトリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピロールニトリン標準品のスペクト

ルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　124～128℃

純度試験　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にキシレン／酢酸エチル／ギ酸混液(18：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これに薄めた硫酸(1→3)を均等に噴霧し，100℃で30分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びピロールニトリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル(3→5)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(3→5)を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ピロールニトリン($C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ピロールニトリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　安息香酸ベンジルの薄めたアセトニトリル(3→5)溶液(3→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(11：9)

流量：ピロールニトリンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピロールニトリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

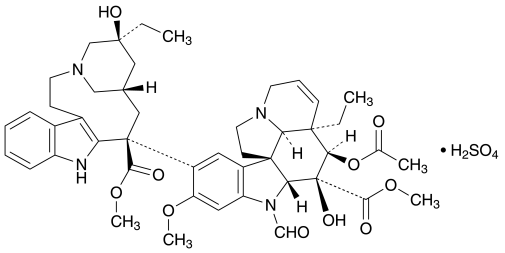
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ビンクリスチン硫酸塩

Vincristine Sulfate

硫酸ビンクリスチン



$C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$：923.04

Methyl (3a*R*,4*R*,5*S*,5a*R*,10b*R*,13a*R*)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[(5*S*,7*S*,9*S*)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-azacycloundecino[5,4-*b*]indol-9-yl]-6-formyl-5-hydroxy-8-methoxy-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1*H*-indolizino[8,1-*cd*]carbazole-5-carboxylate monosulfate

[*2068-78-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ビンクリスチン硫酸塩($C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$)95.0～105.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

旋光度　$[\alpha]_D^{20}$：＋28.5～＋35.5°(乾燥物に換算したもの0.2g，水，10mL，100mm)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンクリスチン硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンクリスチン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品10mgを水10mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品50mgを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品10mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mL

とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液200μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のビンクリスチンのピークに対する相対保持時間約0.9のデスアセチルビンクリスチン及び相対保持時間約1.6のビンブラスチンのピーク面積は，標準溶液のビンクリスチンのピーク面積のそれぞれ1／8及び3／20より大きくない．試料溶液のビンクリスチン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のビンクリスチンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のビンクリスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンクリスチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：297nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：メタノール

移動相B：水／ジエチルアミン混液(197：3)にリン酸を加えてpH7.5に調整する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 12	62	38
12 ～ 27	62 → 92	38 → 8

流量：ビンクリスチンの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンクリスチンの保持時間の約1.7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液200μLから得たビンクリスチンのピーク面積が，標準溶液のビンクリスチンのピーク面積の1.75～3.25%になることを確認する．

システムの性能：本品及び硫酸ビンブラスチン15mgずつを水100mLに溶かす．この液200μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液200μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ビンクリスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量　本品約10mgにつき，次の操作条件で熱分析法第2法〈2.52〉により試験を行うとき，12.0%以下である．

操作条件

加熱速度：毎分5℃

測定温度範囲：室温～200℃

雰囲気ガス：乾燥窒素

雰囲気ガスの流量：毎分40mL

定量法　本品及びビンクリスチン硫酸塩標準品(別途本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のビンクリスチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ビンクリスチン硫酸塩($C_{46}H_{56}N_4O_{10}$・H_2SO_4)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したビンクリスチン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：297nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／ジエチルアミン混液(59：1)にリン酸を加えてpH7.5に調整する．この液300mLにメタノール700mLを加える．

流量：ビンクリスチンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ビンブラスチン5mgずつを水5mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ビンクリスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

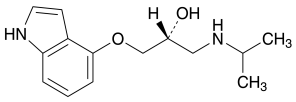
貯法

保存条件　遮光して，－20℃以下に保存する．

容器　気密容器．

ピンドロール

Pindolol



及び鏡像異性体

$C_{14}H_{20}N_2O_2$：248.32

(2*RS*)-1-(1*H*-Indol-4-yloxy)-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol

[*13523-86-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピンドロール($C_{14}H_{20}N_2O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希硫酸又は酢酸(100)に溶ける．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)1mLに塩酸1－(4－ピリジル)ピリジニウムクロリド溶液(1→1000)1mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えた後，塩酸1mLを加えるとき，液は青色～青紫色を呈し，次に赤紫色に変わる．

（2）　本品0.05gを希硫酸1mLに溶かし，ライネッケ塩試液1mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$(264nm)：333～350(10mg，メタノール，500mL).

融点〈2.60〉　169～173℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを酢酸(100)10mLに溶かし，直ちに観察するとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液A 4mLを正確に量り，水6mLを正確に加えて，混和する．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／イソプロピルアミン混液(5：4：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(3→5)及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→50)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，メタノール80mLを加えて溶かし，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L塩酸1mL＝24.83mg $C_{14}H_{20}N_2O_2$

貯法

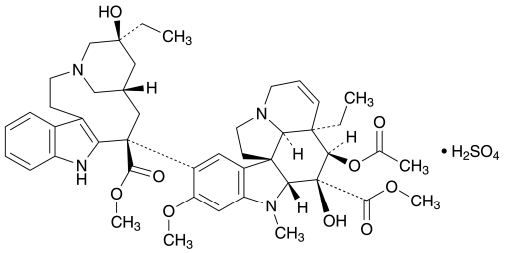
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ビンブラスチン硫酸塩

Vinblastine Sulfate

硫酸ビンブラスチン



$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$：909.05

Methyl (3a*R*,4*R*,5*S*,5a*R*,10b*R*,13a*R*)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[(5*S*,7*S*,9*S*)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-azacycloundecino[5,4-*b*]indol-9-yl]-5-hydroxy-8-methoxy-6-methyl-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1*H*-indolizino[8,1-*cd*]carbazole-5-carboxylate monosulfate

[*143-67-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

旋光度　$[\alpha]^{20}_{D}$：－28～－35°(乾燥物に換算したもの20mg，メタノール，10mL，100mm).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品15mgを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品50mgを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品約4mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液200μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測

定するとき，試料溶液のビンブラスチン以外のピークの面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のビンブラスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の3／4より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンブラスチンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2.5mLを正確にとり，水を加えて正確に100mLとする．この液200μLから得たビンブラスチンのピーク面積が，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の1.7～3.3%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液200μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量　本品約10mgにつき，次の操作条件で熱分析法第2法〈*2.52*〉により試験を行うとき，15.0%以下である．

操作条件

加熱速度：毎分5℃

測定温度範囲：室温～200℃

雰囲気ガス：乾燥窒素

雰囲気ガスの流量：毎分40mL

定量法　本品及びビンブラスチン硫酸塩標準品(別途本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のビンブラスチンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

ビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：262nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン7mLに水を加えて500mLとし，リン酸を加えてpH7.5に調整する．この液380mLにメタノール／アセトニトリル混液(4：1)620mLを加える．

流量：ビンブラスチンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ビンクリスチン10mgずつを水25mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，－20℃以下に保存する．

容器　気密容器．

注射用ビンブラスチン硫酸塩

Vinblastine Sulfate for Injection

注射用硫酸ビンブラスチン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$：909.05)を含む．

製法　本品は「ビンブラスチン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～微黄色の軽質の塊又は粉末である．

本品は水に溶けやすい．

本品の水溶液(1→1000)のpHは3.5～5.0である．

確認試験　「ビンブラスチン硫酸塩」の確認試験(1)を準用する．

純度試験　類縁物質　本品4mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液200μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のビンブラスチン以外のピークの面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のビンブラスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　10EU/mg未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$)約0.4mgを含む液となるように，水に溶かし，正確にV mLとし，試料溶液とする．別にビンブラスチン硫酸塩標準品(別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mgを精密に量り，水に溶かして正確に25mLとし，標準溶液とする．以下「ビンブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する．

ビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 25 / V$

M_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品につき，ビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9$・H_2SO_4)0.10gに対応する個数をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，100mLのメスフラスコに移す．各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にビンブラスチン硫酸塩標準品(別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mgを精密に量り，水に溶かして正確に25mLとし，標準溶液とする．以下「ビンブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する．

ビンブラスチン硫酸塩($C_{46}H_{58}N_4O_9$・H_2SO_4)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 10$

M_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

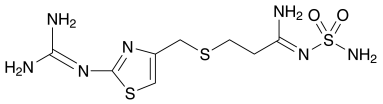
貯法

保存条件　遮光して，2～8℃に保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ファモチジン

Famotidine



$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45

N-Aminosulfonyl-3-{[2-(diaminomethyleneamino)-1,3-thiazol-4-yl]methylsulfanyl}propanimidamide

[*76824-35-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は0.5mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約164℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを0.5mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.20gを酢酸(100)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，酢酸(100)を加えて正確に100mLとする．この液1mL，2mL及び3mLを正確に量り，それぞれに酢酸(100)を加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5～7μm，蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし，窒素気流中で乾燥する．次に酢酸エチル／メタノール／トルエン／アンモニア水(28)混液(40：25：20：2)を展開溶媒として約8cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液(3)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポットと比較して総量を求めるとき，0.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.87mg $C_8H_{15}N_7O_2S_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ファモチジン散

Famotidine Powder

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45)を含む．

製法　本品は「ファモチジン」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01gに対応する量をとり，0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペク

トルを測定するとき，波長263～267nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)10mg当たり水10mLを加え，よく振り混ぜ，次にメタノール10mLを加え，更によく振り混ぜた後，1mL中にファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約0.4mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mLとする．

溶出性〈6.10〉　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20mg/g散及び100mg/g散の15分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び85%以上である．

本品の表示量に従いファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約20mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し，その約40mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長266nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)
C：1g中のファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の表示量(mg)

定量法　本品のファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約20mgに対応する量を精密に量り，水20mLを加え，よく振り混ぜる．次にメタノール20mLを加え，更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し，その約0.1gを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2gを水900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液にアセトニトリル240mL及びメタノール40mLを加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は11以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ファモチジン錠
Famotidine Tablets

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45)を含む．

製法　本品は「ファモチジン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，その表示量に従い「ファモチジン」0.01gに対応する量をとり，0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長263～267nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノールを加え，更によく振り混ぜた後，1mL中にファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約0.2mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し，その約0.1gを精密に量り，メタノールに溶かし，正

確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mLとする．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品のファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)0.2gに対応する個数をとり，水50mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール100mLを加え，更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に200mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し，その約0.1gを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2gを水900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液にアセトニトリル240mL及びメタノール40mLを加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は11以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ファモチジン注射液

Famotidine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の92.0～108.0%に対応するファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45)を含む．

製法　本品は「ファモチジン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ファモチジン」10mgに対応する容量をとり，水を加えて100mLとする．この液1mLをカラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル約0.4gを内径約1cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れて流出させる．水15mLで洗い，メタノール5mLで流出する．流出液にメタノールを加えて10mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長285～289nmに吸収の極大を示す．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「ファモチジン」25mgに対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジン約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，次式により，それらの量を求めるとき，ファモチジンに対する相対保持時間約1.3及び約1.5の類縁物質の量はそれぞれ3.0%以下，上記以外の類縁物質の量は0.5%以下であり，総量は5.0%以下である．

類縁物質の量(%)$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$
類縁物質の総量(%)$= M_S \times \Sigma A_T / A_S \times 1/10$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)
A_S：標準溶液のファモチジンのピーク面積
A_T：試料溶液の類縁物質のピーク面積
ΣA_T：試料溶液の類縁物質のピークの合計面積

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.74gを水900mLに溶かし，薄めた酢酸(100)(1→10)を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液840mLにメタノール80mL及びアセトニトリル40mLを加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約17分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファモチジンの保

持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たファモチジンのピーク面積が，標準溶液のファモチジンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：定量用ファモチジン20mgをとり，パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(1→500)2mLを加えた後，メタノールを加えて溶かし，20mLとする．この液5mLを量り，移動相を加えて50mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は19以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ファモチジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　15EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約25mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液2.5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとする．この液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.74gを水900mLに溶かし，薄めた酢酸(100)(1→10)を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液750mLにメタノール200mL及びアセトニトリル50mLを加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は26以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器.

注射用ファモチジン

Famotidine for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45)を含む．

製法　本品は「ファモチジン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の多孔性の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01gに対応する量をとり，0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLを加えて溶かす．この液5mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長263～267nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02gに対応する量をとり，水1mLを加えて溶かした液のpHは4.9～5.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02gに対応する量をとり，水1mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　類縁物質　本品につき，ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約0.1gに対応する個数をとり，開封し，それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のファモチジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のファモチジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファモチジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たファモチジ

ンのピーク面積が，標準溶液のファモチジンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ファモチジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.5%以下(0.1g，電量滴定法).

エンドトキシン〈4.01〉　15EU/mg未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品につき，ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)約0.1gに対応する個数をとり，開封し，それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ファモチジン($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2gを水900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液にアセトニトリル240mL及びメタノール40mLを加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は11以上である．

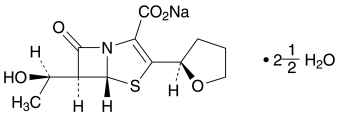
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器.

ファロペネムナトリウム水和物

Faropenem Sodium Hydrate

ファロペネムナトリウム



$C_{12}H_{14}NNaO_5S \cdot 2\frac{1}{2}H_2O$：352.34

Monosodium (5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-7-oxo-3-[(2*R*)-tetrahydrofuran-2-yl]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylate hemipentahydrate

[*122547-49-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり870～943μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgを塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液1mLに溶かし，3分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色～褐色を呈する．

（2）　本品及びファロペネムナトリウム標準品の水溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品及びファロペネムナトリウム標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋145～＋150°(脱水物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　類縁物質　本品の0.10g(力価)に対応する量を水200mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のファロペネムに対する相対保持時間約1.1のエピマー体のピーク面積は，標準溶液のファロペネムのピーク面積の3／10より大きくない．また試料溶液のファロペネム以外のピークの合計面積は，標準溶液のファロペネムのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファロペネムの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとした液20μLから得たファロペネムのピーク面積が，標準溶液のファロペネムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：定量法の標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ファロペネムの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ファロペネムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　12.6～13.1%(20mg，電量滴定法).

定量法　本品及びファロペネムナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて溶かし，50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファロペネムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノン0.5gをアセトニトリル20mLに溶かし，水を加えて200mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：305nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム4.8g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物5.4g及び臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム1.0gを水に溶かして1000mLとする．この液870mLにアセトニトリル130mLを加える．

流量：ファロペネムの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ファロペネムの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ファロペネムナトリウム錠

Faropenem Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の94.0～106.0%に対応するファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32)を含む．

製法　本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」70mg(力価)に対応する量をとり，水を加えて100mLとする．この液5mLに水を加えて100mLとし，必要ならばろ過した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長254～258nm及び304～308nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品5個以上をとり粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」約25mg(力価)に対応する量をとり，水約10mLを加えてよく振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のファロペネムに対する相対保持時間約0.71の開裂体のピーク面積は，標準溶液のファロペネムのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のファロペネム以外のピークの合計面積は，標準溶液のファロペネムのピーク面積の2.5倍より大きくない．ただし，ファロペネムに対する相対保持時間約0.71の開裂体のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.37を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素カリウム6.12g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.79g及び臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム1.61gをとり，水に溶かし，1000mLとする．

移動相B：移動相A／アセトニトリル混液(1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 54	84 → 30	16 → 70

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファロペネムの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たファロペネムのピーク面積が，標準溶液のファロペネムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：定量法の標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ファロペネムの順に溶出し，その分離度は11以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ファロペネムのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水130mLを加えて崩壊するまで激しく振り混ぜた後，1mL中に「ファロペネムナトリウム水和物」約1mg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長275nm，305nm及び354nmにおける吸光度A_{T275}，A_{T305}，及びA_{T354}並びにA_{S275}，A_{S305}，及びA_{S354}を測定し，A_T及びA_Sを計算する．

$A_T = A_{T305} - (49 \times A_{T275} + 30 \times A_{T354}) / 79$

$A_S = A_{S305} - (49 \times A_{S275} + 30 \times A_{S354}) / 79$

ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$

M_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「ファロペネムナトリウム水和物」約56μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約18mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長306nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 225$

M_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えてよく振り混ぜた後，50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて溶かし，50mLとし，標準溶液とする．以下「ファロペネムナトリウム水和物」の定量法を準用する．

ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)の量[mg(力価)]$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノン0.5gをアセトニトリル20mLに溶かし，水を加えて200mLとする．

貯法　容器　気密容器．

シロップ用ファロペネムナトリウム

Faropenem Sodium for Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～106.0%に対応するファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32)を含む．

製法　本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」25mg(力価)に対応する量をとり，水を加えて50mLとする．この液5mLに水を加えて50mLとし，必要ならばろ過し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長254～258nm及び304～308nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」約25mg(力価)に対応する量をとり，水約10mLを加えてよく振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のファロペネムに対する相対保持時間約0.71の開裂体のピーク面積は，標準溶液のファロペネムのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のファロペネム以外のピークの合計面積は，標準溶液のファロペネムのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，ファロペネムに対する相対保持時間約0.71の開裂体のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.37を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素カリウム6.12g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.79g及び臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム1.61gをとり，水に溶かし，1000mLとする．

移動相B：移動相A／アセトニトリル混液(1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 54	84 → 30	16 → 70

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファロペネムの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たファロペネムのピーク面積が，標準溶液のファロペネムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：定量法の標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ファロペネムの順に溶出し，その分離度は11以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ファロペネムのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.5～2.1%(80mg，電量滴定法).

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えてよく振り混ぜ，水を加えて50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて溶かし，50mLとし，標準溶液とする．以下「ファロペネムナトリウム水和物」の定量法を準用する．

ファロペネム($C_{12}H_{15}NO_5S$)の量[mg(力価)]＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノン0.5gをアセトニトリル20mLに溶かし，水を加えて200mLとする．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

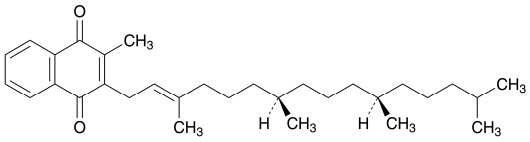
容器　気密容器．

フィトナジオン

Phytonadione

ビタミンK_1

フィトメナジオン



$C_{31}H_{46}O_2$：450.70

2-Methyl-3-[(2*E*,7*R*,11*R*)-3,7,11,15-tetramethylhexadec-2-en-1-yl]-1,4-naphthoquinone

[*84-80-0*]

本品は定量するとき，フィトナジオン($C_{31}H_{46}O_2$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色～だいだい黄色の澄明な粘性の液である．

本品はイソオクタンと混和する．

本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解し，赤褐色になる．

比重　d_{20}^{20}：約0.967

確認試験

（1）　本品のイソオクタン溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のイソオクタン溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.525～1.529

純度試験

（1）　吸光度の比　本品のイソオクタン溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長248.5nm，253.5nm及び269.5nmにおける吸光度A_1，A_2及びA_3を測定するとき，A_2/A_1は0.69～0.73，A_2/A_3は0.74～0.78である．また，本品のイソオクタン溶液(1→10000)につき，波長284.5nm及び326nmにおける吸光度A_4及びA_5を測定するとき，A_4/A_5は0.28～0.34である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　メナジオン　本品20mgを水／エタノール(95)混液(1：1)0.5mLに溶かし，3－メチル－1－フェニル－5－ピラ

ゾロンのエタノール(95)溶液(1→20)1滴及びアンモニア水(28)1滴を加え，2時間放置するとき，液は青紫色を呈しない．

異性体比　本操作は，光を避け，速やかに行う．本品30mgを移動相50mLに溶かす．この液4mLに移動相を加えて25mLとする．この液10mLに移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．試料溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，*Z*体のピーク面積A_{TZ}及び*E*体のピーク面積A_{TE}を測定するとき，$A_{TZ}/(A_{TZ}+A_{TE})$は0.05～0.18である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，*Z*体，*E*体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*E*体及び*Z*体のピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は，光を避け，速やかに行う．本品及びフィトナジオン標準品約30mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液4mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液7mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する*E*体及び*Z*体のピークの合計面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フィトナジオン($C_{31}H_{46}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：フィトナジオン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸コレステロールの移動相溶液(1→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／*n*－アミルアルコール混液(4000：3)

流量：フィトナジオンの2つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*Z*体，*E*体の順に溶出し，*Z*体と*E*体の分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する*E*体及び*Z*体のピークの合計面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器．

乾燥弱毒生風しんワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Rubella Vaccine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は弱毒生風しんウイルスを含む．

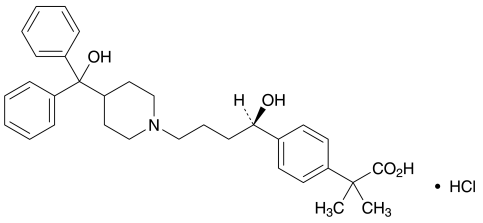
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生風しんワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液となる．

フェキソフェナジン塩酸塩

Fexofenadine Hydrochloride

塩酸フェキソフェナジン



及び鏡像異性体

$C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$：538.12

2-(4-{(1*RS*)-1-Hydroxy-4-[4-(hydroxydiphenylmethyl)piperidin-1-yl]butyl}phenyl)-2-methylpropanoic acid monohydrochloride

[*153439-40-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品のメタノール溶液(3→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフェキソフェナジン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフェキソフェナジン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，別に規定する方法により再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水／メタノール混液(1：1)溶液(3→200)は塩化

物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品25mgをとり，リン酸二水素ナトリウム二水和物7.51g及び過塩素酸ナトリウム0.84gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整した液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)に溶かして25mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフェキソフェナジン以外のピークの面積は，標準溶液のフェキソフェナジンのピーク面積より大きくない．ただし，フェキソフェナジンに対する相対保持時間約1.8及び約3.3のピーク面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.5及び0.9を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェキソフェナジンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フェキソフェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フェキソフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈2.48〉　0.5%以下(0.25g，電量滴定法)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びフェキソフェナジン塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgずつを精密に量り，それぞれをリン酸二水素ナトリウム二水和物7.51g及び過塩素酸ナトリウム0.84gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整した液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液3mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のフェキソフェナジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

フェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したフェキソフェナジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.51g及び過塩素酸ナトリウム0.84gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整した液650mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル350mL及びトリエチルアミン3mLを加える．

流量：フェキソフェナジンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フェキソフェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

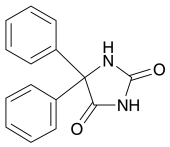
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フェキソフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

フェニトイン

Phenytoin

ジフェニルヒダントイン



$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27

5,5-Diphenylimidazolidine-2,4-dione

[*57-41-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品はエタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約296℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.02gをアンモニア試液2mLに溶かし，硝酸銀試液5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gにアンモニア試液1mL及び水1mLを加えて煮沸し，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→20)50mLにアンモニア試液10mLを加えた液2mLを滴加するとき，赤色の結晶性の沈殿を生じる．

（3）　本品0.1gに水酸化ナトリウム0.2gを混ぜ，加熱して融

解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（4） 本品0.1gにサラシ粉試液3mLを加え，5分間振り混ぜ，熱湯15mLを加えて油状の沈降物を溶かす．冷後，希塩酸1mLを滴加し，更に水4mLを加え，生じた白色の沈殿をろ取し，水で洗った後，沈殿に付着する水分をろ紙で圧して除く．次に沈殿をクロロホルム1mLに溶かし，薄めたエタノール(9→10)5mLを加え，ガラス棒で器壁をこすって白色の結晶性の沈殿を生成させる．この沈殿をエタノール(95)で洗った後，乾燥するとき，その融点〈2.60〉は，165～169℃である．

純度試験

（1） 溶状 本品0.20gを0.2mol/L水酸化ナトリウム液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．また，これを加熱するとき，白濁を生じない．冷後，これにアセトン5mLを混和するとき，液は無色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ 本品2.0gに水40mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（i） 試料溶液10mLにフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は無色である．また，0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.15mLを追加するとき，液は赤色を呈する．

（ii） 試料溶液10mLに0.01mol/L塩酸0.30mL及びメチルレッド試液5滴を加えるとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品0.30gをアセトン30mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.60mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.071%以下)．

（4） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(2g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)40mLを加え，加温して溶かし，直ちにチモールフタレイン試液0.5mLを加え，液が淡青色を呈するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，次にピリジン1mL，フェノールフタレイン試液5滴及び硝酸銀試液25mLを加え，液が1分間持続する淡赤色を呈するまで，更に0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝25.23mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

貯法 容器 密閉容器．

フェニトイン散

Phenytoin Powder

ジフェニルヒダントイン散

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27)を含む．

製法 本品は「フェニトイン」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「フェニトイン」0.3gに対応する量をとり，ジエチルエーテル100mLずつで2回よくかき混ぜて抽出し，抽出液を合わせてろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

溶出性 別に規定する．

定量法 本品のフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，メタノール30mLを加え，時々振り混ぜながら15分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，メタノールを加え，正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用フェニトインを105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフェニトインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用フェニトインの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液混液(11：9)

流量：フェニトインの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フェニトイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフェニトインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

フェニトイン錠

Phenytoin Tablets

ジフェニルヒダントイン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27)を含む．

製法 本品は「フェニトイン」をとり，錠剤の製法により製す

る．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「フェニトイン」0.3gに対応する量をとり，分液漏斗に入れ，希塩酸1mL及び水10mLを加え，ジエチルエーテル100mLで1回，次に25mLずつで4回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，残留物を105℃で2時間乾燥する．残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル混液(1：1)3V／5 mLを加え，時々振り混ぜながら15分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，1mL中にフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)約1mgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(1：1)を加え，正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：定量用フェニトインの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→25000)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)30mLを加え，時々振り混ぜながら15分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，水／アセトニトリル混液(1：1)を加え，正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用フェニトインを105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフェニトインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：定量用フェニトインの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液混液(11：9)

流量：フェニトインの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フェニトイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

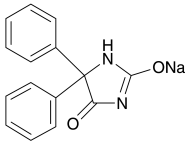
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフェニトインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

注射用フェニトインナトリウム

Phenytoin Sodium for Injection

注射用ジフェニルヒダントインナトリウム



$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$：274.25

Monosodium 5,5-diphenyl-4-oxoimidazolidin-2-olate

[*630-93-3*]

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニトインナトリウム($C_{15}H_{11}N_2NaO_2$)98.5%以上を含み，表示量の92.5～107.5%に対応するフェニトインナトリウム($C_{15}H_{11}N_2NaO_2$)を含む．

製法　本品は注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール(95)にやや溶けやすく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは約12である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に二酸化炭素を吸収してフェニトインの結晶を析出する．

確認試験

（1）　定量法で得た残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

（2）　本品0.5gを強熱し，冷後，残留物を水10mLに溶かした液は，赤色リトマス紙を青変する．また，この液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である．また，わずかに混濁することがあっても，0.1mol/L水酸化ナトリウム液4.0mLを加えるとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.5%以下(1g，105℃，4時間)．

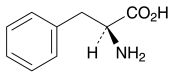
定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．これを乾燥し，その約0.3gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水50mLに溶かし，希塩酸10mLを加え，ジエチルエーテル100mLで抽出する．更にジエチルエーテル25mLずつで4回抽出し，全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥し，質量を量り，フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27)の量とする．

フェニトインナトリウム($C_{15}H_{11}N_2NaO_2$)の量(mg)
＝フェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の量(mg)×1.087

貯法　容器　密封容器.

Lーフェニルアラニン

L-Phenylalanine



$C_9H_{11}NO_2$：165.19
(2*S*)-2-Amino-3-phenylpropanoic acid
[*63-91-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーフェニルアラニン($C_9H_{11}NO_2$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33.0～－35.5°(乾燥後，0.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは5.3～6.3である.

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（４）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水40mL及び希酢酸2mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（６）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，水15mLを加え，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（７）　類縁物質　本品0.10gを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1ーブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

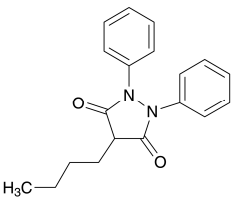
定量法　本品を乾燥し，その約0.17gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.52mg $C_9H_{11}NO_2$

貯法　容器　気密容器.

フェニルブタゾン

Phenylbutazone



$C_{19}H_{20}N_2O_2$：308.37
4-Butyl-1,2-diphenylpyrazolidine-3,5-dione
[*50-33-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニルブタゾン($C_{19}H_{20}N_2O_2$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い.

本品はアセトンに溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（１）　本品0.1gに酢酸(100)1mL及び塩酸1mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱した後，水10mLを加え，氷冷する．この液をろ過し，ろ液に亜硝酸ナトリウム試液3～4滴を加える．この液1mLに2ーナフトール試液1mL及びクロロホルム3mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は濃赤色を呈する.

（２）　本品1mgを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペ

クトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　104～107℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水酸化ナトリウム溶液(2→25)20mLに溶かし，25±1℃で3時間放置するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.05以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　硫酸呈色物　本品1.0gを硫酸20mLに溶かし，25±1℃で正確に30分間放置するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は，0.10以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，アセトン25mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液5滴)．ただし，滴定の終点は液の青色が15秒間持続するときとする．別にアセトン25mLに水16mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

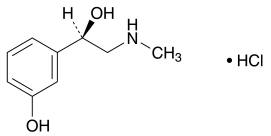
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝30.84mg $C_{19}H_{20}N_2O_2$

貯法　容器　気密容器．

フェニレフリン塩酸塩

Phenylephrine Hydrochloride

塩酸フェニレフリン



$C_9H_{13}NO_2$・HCl：203.67

(1*R*)-1-(3-Hydroxyphenyl)-2-methylaminoethanol monohydrochloride

[*61-76-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニレフリン塩酸塩($C_9H_{13}NO_2$・HCl)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLに硫酸銅(Ⅱ)試液1滴を加え，更に水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は青色を呈する．次にジエチルエーテル1mLを加えて振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層は青色を呈しない．

（2）　本品の水溶液(1→100)1mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は持続する紫色を呈する．

（3）　本品0.3gを水3mLに溶かし，アンモニア試液1mLを加え，ガラス棒で試験管の内壁をこするとき，沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷冷した水数滴で洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は170～177℃である．

（4）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－42.0～－47.5°(乾燥後，0.5g，水，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　140～145℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（3）　ケトン　本品0.20gを水1mLに溶かし，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液2滴及び水酸化ナトリウム試液1mLを加え，酢酸(100)0.6mLを加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：本品を用いないで，同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水40mLに溶かし，0.05mol/L臭素液50mLを正確に加える．更に塩酸5mLを加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，15分間放置する．次にヨウ化カリウム試液10mLを注意して加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，5分間放置し，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝3.395mg $C_9H_{13}NO_2$・HCl

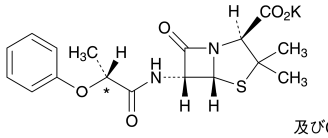
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

フェネチシリンカリウム

Phenethicillin Potassium



及びC*位エピマー

$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$：402.51

Monopotassium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*RS*)-2-phenoxypropanoylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*132-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり1400～1480単位を含む．ただし，本品の力価は，フェネチシリンカリウム($C_{17}H_{19}KN_2O_5S$)としての量を単位で示し，その1単位はフェネチシリンカリウム($C_{17}H_{19}KN_2O_5S$)0.68μgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋217～＋244°(乾燥物に換算したもの1g，リン酸塩試液100mL，100mm)．

L－α－フェネチシリンカリウム　本品50mgを移動相に溶かして50mLとし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，D－α－フェネチシリン及びL－α－フェネチシリンのピーク面積A_D及びA_Lを自動積分法により測定するとき，$A_L/(A_D+A_L)$は0.50～0.70である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(1→150)／アセトニトリル混液(41：10)にリン酸を加えてpH7.0に調整する．

流量：L－α－フェネチシリンの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，D－α－フェネチシリン，L－α－フェネチシリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，L－α－フェネチシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のD－α－フェネチシリン及びL－α－フェネチシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のD－α－フェネチシリン及びL－α－フェネチシリンのピーク面積の和の5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量はL－α－フェネチシリンカリウムの試験条件を準用する．

面積測定範囲：L－α－フェネチシリンの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性はL－α－フェネチシリンカリウムのシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たL－α－フェネチシリンのピーク面積が，標準溶液のL－α－フェネチシリンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　本品及び乾燥したフェネチシリンカリウム標準品約40000単位に対応する量を精密に量り，それぞれをpH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，100mLの共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液2.0mLずつを加え，正確に15分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸(1→10)2.0mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，正確に15分間放置する．次に，デンプン試液0.2～0.5mLを加え，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．別に，試料溶液及び標準溶液にそれぞれ0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，以下，同様に操作して空試験を行い(ただし，15分間放置しない)，補正する．試料溶液及び標準溶液の消費した0.005mol/Lヨウ素液の量(mL)をそれぞれV_T及びV_Sとする．

フェネチシリンカリウム($C_{17}H_{19}KN_2O_5S$)の量(単位)

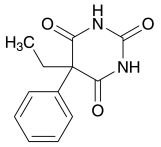
$= M_S \times V_T / V_S$

M_S：フェネチシリンカリウム標準品の秤取量(単位)

貯法　容器　密閉容器．

フェノバルビタール

Phenobarbital



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

5-Ethyl-5-phenylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

[*50-06-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液のpHは5.0～6.0である．

確認試験

（1）　本品のpH9.6ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　175～179℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.30gをアセトン20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　フェニルバルビツール酸　本品1.0gにエタノール(95)5mLを加え，3分間煮沸して溶かすとき，液は澄明である．

（5）　類縁物質　本品0.10gをアセトニトリル100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフェノバルビタール以外のピークの面積は，標準溶液のフェノバルビタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(11：9)

流量：フェノバルビタールの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェノバルビタールの保持時間の約12倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たフェノバルビタールのピーク面積が，標準溶液のフェノバルビタールのピーク面積の20～30%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フェノバルビタールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フェノバルビタールのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色に変わるときとする．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLにエタノール(95)22mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

＝23.22mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯法　容器　密閉容器．

フェノバルビタール散10%

10% Phenobarbital Powder

フェノバルビタール散

本品は定量するとき，フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24)9.3～10.7%を含む．

製法

フェノバルビタール	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長238～242nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品6gをとり，エタノール150mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で約5mLまで濃縮し，水約50mLを加えて析出した結晶をろ取し，この結晶を105℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとフェノバルビタールの参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品約0.3gを精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用フェノバルビタールを105℃で2時間乾燥し，その約17mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液／水混液(2：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用フェノバルビタールの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

定量法　本品約0.2gを精密に量り，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用フェノバルビタールを105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

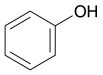
M_S：定量用フェノバルビタールの秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

フェノール

Phenol

石炭酸



C_6H_6O：94.11

Phenol

[*108-95-2*]

本品は定量するとき，フェノール(C_6H_6O)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色～わずかに赤色の結晶又は結晶性の塊で，特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．

本品10gに水1mLを加えるとき，液状となる．

本品は光又は空気によって徐々に赤色を経て暗赤色となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

凝固点：約40℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10000)5mLに臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0gを水15mLに溶かすとき，液は澄明で，中性又はわずかに酸性を呈し，メチルオレンジ試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　蒸発残留物　本品約5gを精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.05%以下である．

定量法　本品約1.5gを精密に量り，水に溶かし正確に1000mLとし，この液25mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に0.05mol/L臭素液30mLを加え，更に塩酸5mLを加え，直ちに密栓して30分間しばしば振り混ぜ，15分間放置する．次にヨウ化カリウム試液7mLを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，クロロホルム1mLを加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝1.569mg C_6H_6O

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

液状フェノール

Liquefied Phenol

液状石炭酸

本品は「フェノール」に，その10%に相当する「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて液状にしたものである．

本品は定量するとき，フェノール(C_6H_6O：94.11)88.0%以上を含む．

性状　本品は無色又はわずかに赤色を帯びた液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又はグリセリンと混和する．

本品とグリセリンの等容量混液は水と混和する．

本品は光又は空気によって徐々に暗赤色となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

比重　d_{20}^{20}：約1.065

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10000)5mLに臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

沸点〈2.57〉　182℃以下．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0gを水15mLに溶かすとき，液は澄明で，中性又はわずかに酸性を呈し，メチルオレンジ試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　蒸発残留物　本品約5gを精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.05%以下である．

定量法　本品約1.7gを精密に量り，水に溶かし正確に1000mLとし，この液25mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に0.05mol/L臭素液30mLを加え，更に塩酸5mLを加え，直ちに密栓して30分間しばしば振り混ぜ，15分間放置する．次にヨウ化カリウム試液7mLを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，クロロホルム1mLを加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝1.569mg C_6H_6O

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

消毒用フェノール

Phenol for Disinfection

消毒用石炭酸

本品は定量するとき，フェノール(C_6H_6O：94.11)95.0%以上を含む．

性状　本品は無色～わずかに赤色の結晶，結晶の塊又はこれらを含む液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

本品10gに水1mLを加えるとき，液状となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

凝固点：約30℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10000)5mLに臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水15mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　蒸発残留物　本品約5gを精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.10%以下である．

定量法　本品約1gを精密に量り，水に溶かし正確に1000mLとする．この液25mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に0.05mol/L臭素液30mLを加え，更に塩酸5mLを加え，直ちに密栓して30分間振り混ぜ，15分間放置する．次にヨウ化カリウム試液7mLを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝1.569mg C_6H_6O

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

フェノール水

Phenolated Water

石炭酸水

本品は定量するとき，フェノール(C_6H_6O：94.11)1.8～2.3w/v%を含む．

製法

液状フェノール	22mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は無色澄明の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1）　本品10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→200)5mLに臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

定量法　本品2mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水25mLを

加え，次に正確に0.05mol/L臭素液40mLを加え，更に塩酸5mLを加え，直ちに密栓して30分間振り混ぜ，15分間放置する．次にヨウ化カリウム試液7mLを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝1.569mg C_6H_6O

貯法　容器　気密容器.

消毒用フェノール水

Phenolated Water for Disinfection

消毒用石炭酸水

本品は定量するとき，フェノール(C_6H_6O：94.11)2.8～3.3w/v%を含む.

製法

消毒用フェノール	31g
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する.

性状　本品は無色澄明の液で，フェノールのにおいがある.

確認試験

（1）　本品10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色を呈する.

（2）　本品の水溶液(1→200)5mLにつき，「消毒用フェノール」の確認試験(2)を準用する.

定量法　本品5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，この液25mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「消毒用フェノール」の定量法を準用する.

0.05mol/L臭素液1mL＝1.569mg C_6H_6O

貯法　容器　気密容器.

フェノール・亜鉛華リニメント

Phenol and Zinc Oxide Liniment

カチリ

製法

液状フェノール	22mL
トラガント末	20g
カルメロースナトリウム	30g
グリセリン	30mL
酸化亜鉛	100g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

「液状フェノール」，「グリセリン」及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」を混和し，「トラガント末」を少量ずつかき混ぜながら加えて，一夜放置し，これに「カルメロースナトリウム」を少量ずつかき混ぜながら加えてのり状とし，「酸化亜鉛」を少量ずつ加え，混和して製する．ただし，「トラガント末」及び「カルメロースナトリウム」のそれぞれ5g以内の量を互いに増減して，全量50gとすることができる.

性状　本品は白色ののり状で，わずかにフェノールのにおいがある.

確認試験

（1）　本品1gにジエチルエーテル10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に希水酸化ナトリウム試液10mLを加え，よく振り混ぜて水層を分取する．水層1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール).

（2）　本品1gを磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

（3）　本品0.5gに水1mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にフェノール0.01gをクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

貯法　容器　気密容器.

歯科用フェノール・カンフル

Dental Phenol with Camphor

製法

フェノール	35g
d－又は*dl*－カンフル	65g
全量	100g

「フェノール」を加温して溶かし，これに「*d*－カンフル」又は「*dl*－カンフル」を加え，混和して製する.

性状　本品は無色～淡赤色の液で，特異なにおいがある.

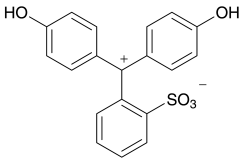
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

フェノールスルホンフタレイン

Phenolsulfonphthalein



$C_{19}H_{14}O_5S$：354.38

2-[Bis(4-hydroxyphenyl)methyliumyl]benzenesulfonate

[*143-74-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェノールスルホンフタレイン($C_{19}H_{14}O_5S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は鮮赤色～暗赤色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品5mgを水酸化ナトリウム試液2～3滴に溶かし，0.05mol/L臭素液2mL及び希硫酸1mLを加えてよく振り混ぜ，5分間放置した後，水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，液は濃青紫色を呈する．

（2）　本品0.01gに薄めた炭酸ナトリウム試液(1→10)を加えて溶かし，200mLとする．この液5mLをとり，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→10)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　不溶物　本品約1gを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→40)20mLを加え，しばしば振り混ぜて1時間放置した後，水を加えて100mLとし，24時間放置する．不溶物を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)25mLで1回及び水5mLずつで5回洗い，105℃で1時間乾燥するとき，残留物は0.2%以下である．

（2）　類縁物質　本品0.10gを希水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，*t*―アミルアルコール／酢酸(100)／水混液(4：1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをアンモニア蒸気中に放置した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水酸化ナトリウム溶液(1→250)30mLに溶かし，水を加えて200mLとする．これに正確に0.05mol/L臭素液50mLを加え，更に塩酸10mLを速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜて5分間放置し，次にヨウ化カリウム試液7mLを加え，直ちに密栓して1分間穏やかに振り混ぜた後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝4.430mg $C_{19}H_{14}O_5S$

貯法　容器　密閉容器．

フェノールスルホンフタレイン注射液

Phenolsulfonphthalein Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，フェノールスルホンフタレイン($C_{19}H_{14}O_5S$：354.38)0.54～0.63w/v%を含む．

製法

フェノールスルホンフタレイン	6g
塩化ナトリウム	9g
炭酸水素ナトリウム	1.43g
(又は水酸化ナトリウム	0.68g)
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品はだいだい黄色～赤色澄明の液である．

確認試験　本品1mLに水酸化ナトリウム試液2～3滴を加え，以下「フェノールスルホンフタレイン」の確認試験(1)を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　6.0～7.6

エンドトキシン〈*4.01*〉　7.5EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

感度　本品1.0mLに水5mLを加えた液0.20mLをとり，これに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき，液は濃赤紫色を呈する．また，0.005mol/L硫酸0.40mLを追加するとき，液の色は淡黄色に変わる．

定量法　本品5mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．別に定量用フェノールスルホンフタレインをデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)に溶かし，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長559nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

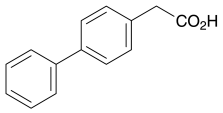
フェノールスルホンフタレイン($C_{19}H_{14}O_5S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用フェノールスルホンフタレインの秤取量(mg)

貯法　容器　密封容器.

フェルビナク

Felbinac



$C_{14}H_{12}O_2$：212.24
Biphenyl-4-ylacetic acid
[*5728-52-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェルビナク($C_{14}H_{12}O_2$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.
本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　163～166℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをアセトン40mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘプタン／アセトン／酢酸(100)混液(50：25：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

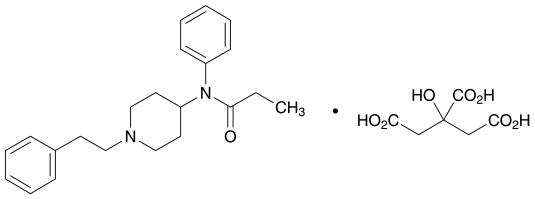
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，更に水15mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝21.22mg $C_{14}H_{12}O_2$

貯法　容器　気密容器.

フェンタニルクエン酸塩

Fentanyl Citrate
クエン酸フェンタニール
クエン酸フェンタニル



$C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$：528.59
N-(1-Phenethylpiperidin-4-yl)-*N*-phenylpropanamide monocitrate
[*990-73-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フェンタニルクエン酸塩($C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.
本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

確認試験

（1）　本品0.05gを0.1mol/L塩酸試液10mL及びエタノール(95)に溶かし，100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液(1→100)はクエン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である.

融点〈*2.60*〉　150～154℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，

試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(20ppm以下).

（２） 類縁物質　本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.2g，減圧，シリカゲル，60℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g).

定量法　本品約75mgを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.02mol/L過塩素酸1mL＝10.57mg $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$

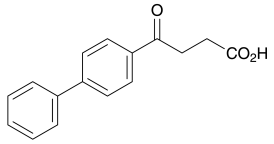
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

フェンブフェン

Fenbufen



$C_{16}H_{14}O_3$：254.28

4-(Biphenyl-4-yl)-4-oxobutanoic acid

[*36330-85-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェンブフェン($C_{16}H_{14}O_3$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，味は苦い.

本品はアセトンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約188℃(分解).

確認試験

（１） 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（１） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，硫酸2mLを加え，弱く加熱して炭化する．以下，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２） ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（３） 類縁物質　本品0.1gを，アセトン20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(80：20：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，エタノール(99.5)100mLに溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

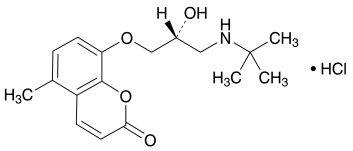
0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝25.43mg $C_{16}H_{14}O_3$

貯法　容器　気密容器.

ブクモロール塩酸塩

Bucumolol Hydrochloride

塩酸ブクモロール



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$：341.83

8-{(2*RS*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-5-methylchromen-2-one monohydrochloride

[*36556-75-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブクモロール塩酸塩($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約228℃(分解).

確認試験

（1） 本品0.01gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かした液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性にするとき，蛍光は消える．更にこの液に希塩酸を加えて酸性とするとき，再び蛍光を発する．

（2） 本品0.1gを水5mLに溶かし，ライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液(1→60000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(296nm)：330～360(乾燥後，40mg，水，2500mL).

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液混液(30：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，5時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

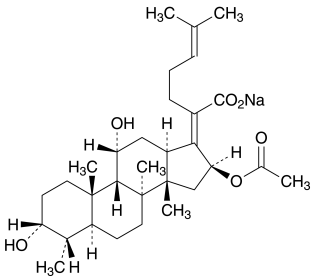
定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)45mLを加え，60℃に加温して溶かし，冷後，無水酢酸105mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.18mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器.

フシジン酸ナトリウム

Sodium Fusidate



$C_{31}H_{47}NaO_6$：538.69

Monosodium (17*Z*)-*ent*-16α-acetoxy-3β,11β-dihydroxy-4β,8β,14α-trimethyl-18-nor-5β,10α-cholesta-17(20),24-dien-21-oate

[*751-94-0*]

本品は，*Fusidium coccineum*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり935～969μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，フシジン酸($C_{31}H_{48}O_6$：516.71)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

水分〈2.48〉 2.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

(ii) 培地 培地(1)の3)のiiを用いる．

(iii) 標準溶液 フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，エタノール(95)2mLに溶かし，水を加えて正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

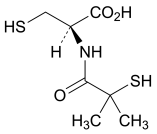
貯法

保存条件　遮光して，2～8℃で保存する．

容器　気密容器．

ブシラミン

Bucillamine



$C_7H_{13}NO_3S_2$：223.31

(2*R*)-2-(2-Methyl-2-sulfanylpropanoylamino)-3-sulfanylpropanoic acid

[*65002-17-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→250)5mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，次にペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋33.0～＋36.5°(乾燥後，2g，エタノール(95)，50mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　136～140℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品60mgを水／メタノール混液(1：1)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブシラミンに対する相対保持時間約2.3及び相対保持時間約3.1のピーク面積は，それぞれ標準溶液のブシラミンのピーク面積の8／15及び2／5より大きくなく，試料溶液のブシラミン及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のブシラミンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.01mol/Lクエン酸試液／メタノール混液(1：1)

流量：ブシラミンの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブシラミンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加え，正確に10mLとする．この液20μLから得たブシラミンのピーク面積が，標準溶液のブシラミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：ブシラミン0.10g及び4－フルオロ安息香酸10mgをメタノール100mLに溶かす．この液10mLに水を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブシラミン，4－フルオロ安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，6時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，メタノール35mLに溶かし，水15mLを加え，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝11.17mg $C_7H_{13}NO_3S_2$

貯法　容器　気密容器．

ブシラミン錠

Bucillamine Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$：223.31)を含む．

製法　本品は「ブシラミン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ブシラミン」0.1gに対応する量をとり，炭酸水素ナトリウム0.1g及び水10mLを加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液にニンヒドリン試液1～2滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「ブシラミン」0.1gに対応する量をとり，水25mLを加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液5mLに希水酸化ナトリウム試液2mL及びペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1～2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

試料溶液及び標準溶液は，調製後冷所に保存する．本品1個をとり，ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)0.1g当たり内標準溶液1mLを正確に加えた後，ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)0.1g当たり水3mL及びメタノール6mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまでよくかき混ぜる．この液1mLをとり，移動相を加えて25mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C \times 1/200$

M_S：定量用ブシラミンの秤取量(mg)
C：1錠中のブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)の表示量(mg)

内標準溶液　4－フルオロ安息香酸のメタノール溶液(1→100)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

試料溶液及び標準溶液は，調製後冷所に保存する．本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ブシラミンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で6時間減圧乾燥し，表示量に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，ブシラミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/C \times 90$

M_S：定量用ブシラミンの秤取量(mg)
C：1錠中のブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)の表示量(mg)

試験条件
検出器，カラム，カラム温度は定量法の試験条件を準用する．
移動相：薄めたリン酸(1→1000)／メタノール混液(11：9)
流量：ブシラミンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブシラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　試料溶液及び標準溶液は，調製後冷所に保存する．本品10個をとり，ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)0.1g当たり内標準溶液1mLを正確に加え，更に水3mL及びメタノール6mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまでよくかき混ぜる．この液1mLをとり，移動相を加えて25mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別に定量用ブシラミンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で6時間減圧乾燥し，その約0.2gを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水6mL及びメタノール12mLを加えて溶かす．この液1mLをとり，移動相を加えて25mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブシラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C \times 1/200$

M_S：定量用ブシラミンの秤取量(mg)
C：1錠中のブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$)の表示量(mg)

内標準溶液　4－フルオロ安息香酸のメタノール溶液(1→100)

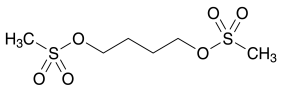
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸(1→1000)／メタノール混液(3：2)
流量：ブシラミンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブシラミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブシラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ブスルファン

Busulfan



$C_6H_{14}O_6S_2$：246.30
Tetramethylenedimethanesulfonate
[*55-98-1*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブスルファン($C_6H_{14}O_6S_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール(95)に

極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品0.1gに水10mL及び水酸化ナトリウム試液を5mLを加え，加熱して溶かし，試料溶液とする．

（ｉ）　試料溶液7mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤紫色は，青紫色から青色を経て緑色に変わる．

（ii）　試料溶液7mLに希硫酸を加えて酸性とした後，過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の色は変化しない．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　115～118℃

純度試験

（１）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに水40mLを加え，加熱して溶かし，15分間氷冷した後，ろ過する．残留物を水5mLで洗い，洗液をろ液に合わせ，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下)．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，水40mLを加え，還流冷却器を付けて30分間穏やかに煮沸し，冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.32mg $C_6H_{14}O_6S_2$

貯法

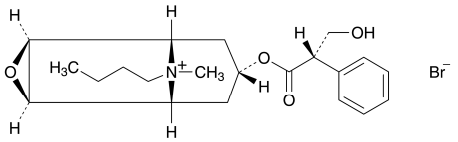
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ブチルスコポラミン臭化物

Scopolamine Butylbromide

臭化ブチルスコポラミン



$C_{21}H_{30}BrNO_4$：440.37

(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Butyl-7-[(2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-9-methyl-3-oxa-9-azoniatricyclo[3.3.1.0^{2,4}]nonane bromide

[*149-64-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブチルスコポラミン臭化物($C_{21}H_{30}BrNO_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約140℃(分解)．

確認試験

（１）　本品1mgに発煙硝酸3～4滴を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物を*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－18.0～－20.0°(乾燥後，1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液F0.5mLに薄めた塩酸(1→40)を加えて20mLとする．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品0.10gを移動相に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別に臭化水素酸スコポラミン10mgを移動相に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のスコポラミンのピーク面積は，標準溶液(2)のピーク面積より大きくない．また，試料溶液の最初に溶出するピーク並びにスコポラミン及びブチルスコポラミン以外のピークの面積は，それぞれ標準溶液(1)のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2gを水370mL及びメタノール680mLに溶かした後，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.6に調整する．

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：ブチルスコポラミンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及び臭化水素酸スコポラミン5mgずつを移動相50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，ブチルスコポラミンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液(2)20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スコポラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，酢酸(100)40mL及び無水酢酸30mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

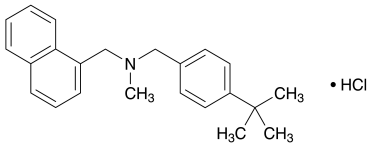
0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.04mg $C_{21}H_{30}BrNO_4$

貯法　容器　気密容器．

ブテナフィン塩酸塩

Butenafine Hydrochloride

塩酸ブテナフィン



$C_{23}H_{27}N$・HCl：353.93

N-[4-(1,1-Dimethylethyl)benzyl]-*N*-methyl-1-(naphthalen-1-yl)methylamine monohydrochloride

[*101827-46-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品0.20gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは3.0～4.0である．

融点：約214℃(分解)．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の希エタノール溶液(1→200)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，エタノール(99.5)20mLに溶かし，希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（２）　類縁物質　本品30mgを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：2)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：2)を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：2)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブテナフィンに対する相対保持時間約0.16のピーク面積は，標準溶液のブテナフィンのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のブテナフィン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のブテナフィンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：217nm)

カラム：内径3.0mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→1000)

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	60 → 20	40 → 80
10 ～ 60	20	80

流量：毎分0.4mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後60分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：2)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たブテナフィンのピーク面積が，標準溶液のブテナフィンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブテナフィンのピークの理論段数及び

シンメトリー係数は，それぞれ20000段以上，0.9～1.2である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブテナフィンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.39mg $C_{23}H_{27}N$・HCl

貯法　容器　気密容器．

ブテナフィン塩酸塩液

Butenafine Hydrochloride Solution

塩酸ブテナフィン液

本品は外用の液剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl：353.93)を含む．

製法　本品は「ブテナフィン塩酸塩」をとり，外用液剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ブテナフィン塩酸塩」10mgに対応する容量をとり，メタノールを加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長272～276nm，281～285nm，311～315nm及び316～320nmに吸収の極大を示し，波長289～299nmに吸収の肩を示す．

定量法　本品のブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)約20mgに対応する容量を正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ブテナフィン塩酸塩を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ブテナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径3.0mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→500)混液(4：1)

流量：ブテナフィンの保持時間が約2.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ブテナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ブテナフィン塩酸塩クリーム

Butenafine Hydrochloride Cream

塩酸ブテナフィンクリーム

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl：353.93)を含む．

製法　本品は「ブテナフィン塩酸塩」をとり，クリーム剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ブテナフィン塩酸塩」20mgに対応する量をとり，アセトニトリル20mLを加えて水浴上で加温し，基剤を融解させる．これをよく振り混ぜた後，適量の塩化ナトリウムを加えて0℃以下に保った氷水中に30分間放置し，基剤を析出させる．これを遠心分離した後，上澄液をとり，適量の塩化ナトリウムを加えて0℃以下に保った氷水中に1時間放置し，冷時ろ過する．ろ液1mLにメタノールを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長272～276nm，281～285nm，311～315nm及び316～320nmに吸収の極大を示し，波長289～299nmに吸収の肩を示す．

定量法　本品のブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)約5mgに対応する量を精密に量り，メタノール20mLを加え，内標準溶液10mLを正確に加える．これを水浴中で5分間加温した後，20分間激しく振り混ぜる．次に15分間氷冷した後，遠心分離し，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ブテナフィン塩酸塩を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液20 mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：定量用ブテナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液(3→2000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)
カラム：内径3.0mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：アセトニトリル／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→500)混液(4：1)
流量：ブテナフィンの保持時間が約2.5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ブテナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ブテナフィン塩酸塩スプレー

Butenafine Hydrochloride Spray
塩酸ブテナフィンスプレー

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl：353.93)を含む．

製法　本品は「ブテナフィン塩酸塩」をとり，ポンプスプレー剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ブテナフィン塩酸塩」10mgに対応する容量をとり，メタノールを加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長272～276nm，281～285nm，311～315nm及び316～320nmに吸収の極大を示し，波長289～299nmに吸収の肩を示す．

定量法　本品のブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)約20mgに対応する容量を正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ブテナフィン塩酸塩を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，メタノールを加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ブテナフィン塩酸塩($C_{23}H_{27}N$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ブテナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液(3→2000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)
カラム：内径3.0mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：アセトニトリル／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→500)混液(4：1)
流量：ブテナフィンの保持時間が約2.5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ブテナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ブドウ酒

Wine

本品はブドウ　*Vitis vinifera* Linné (*Vitaceae*)又はその他の品変種の果実を発酵して得た果実酒である．

本品は定量するとき，エタノール(C_2H_6O：46.07)11vol%以上，14vol%未満(比重による)及び酒石酸($C_4H_6O_6$：150.09)0.10～0.40w/v%を含む．

本品は合成甘味料及び合成着色料を含まない．

性状　本品は淡黄色又は帯赤紫色～赤紫色の液で，特異な芳香があり，味はわずかに渋く，やや刺激性である．

比重〈2.56〉　d^{20}_{20}：0.990～1.010

旋光度〈2.49〉　本品160mLを加熱して沸騰したとき，水酸化カリウム試液を加えて中性とした後，水浴上で加熱濃縮して80mLとする．冷後，水を加えて160mLとし，次酢酸鉛試液16mLを加え，よく振り混ぜてろ過する．ろ液100mLに硫酸ナトリウム飽和溶液10mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液20mLを24時間放置した後，活性炭0.5gを加えて振り混ぜ，密栓して10分間放置してろ過する．ろ液につき，層長200mmで旋光度を測定する．この旋光度に1.21を乗じて本品の旋光度とするとき，－0.3～＋0.3°である．

純度試験
(1)　総酸[酒石酸($C_4H_6O_6$)として]　本品10mLを正確に量

り，新たに煮沸して冷却した水250mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液1mL).

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝7.504mg $C_4H_6O_6$

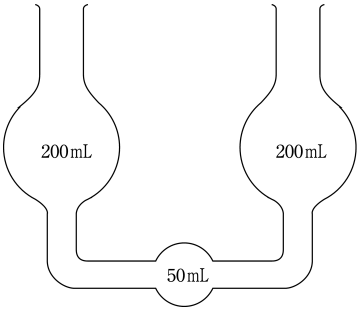
総酸の量は0.40～0.80w/v%である.

（２） 揮発酸[酢酸($C_2H_4O_2$：60.05)として] 本品100mLをビーカーにとり，(1)の試験に要した0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量に1mLを加えた容量の1mol/L水酸化ナトリウム液を加えてアルカリ性とし，50mLとなるまで水浴上で加熱濃縮する．冷後，水を加えて全量を100mLとし，これをあらかじめ塩化ナトリウム100gを加えた1000mLの蒸留フラスコに入れ，次に水100mLでビーカーを洗い，洗液は蒸留フラスコに合わせる．これにL－酒石酸溶液(3→20)5mLを加え，蒸留フラスコ中の液量が増減しないように注意して45分間で留液450mLを得るまで水蒸気蒸留を行う．留液に水を加えて正確に500mLとし，試料溶液とする．試料溶液250mLをとり，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝6.005mg $C_2H_4O_2$

揮発酸の量は0.15w/v%以下である.

（３） 二酸化イオウ 750mLの丸底フラスコに2孔のある栓をし，その1孔にはフラスコの底部にほとんど達するガラス管Aを，他の1孔にはフラスコの首のところで終わるガラス管Bを挿入する．B管はリービッヒ冷却管に連結し，冷却器の先端は下端の内径5mmの接続管に，接続管の他端はゴム栓に穴をあけて図のような球付きU字管に連結する．A管から過マンガン酸カリウム溶液(3→100)で洗った二酸化炭素を通じ，装置内の空気を置換した後，U字管に，新たに製した薄めたデンプン試液(1→5)50mL及びヨウ化カリウム1gを加え，U字管の他端からビュレットを用い，0.01mol/Lヨウ素液1～2滴を加える．二酸化炭素を通じながら蒸留フラスコの栓を少し開き，本品25mLを正確に量って加え，更に新たに煮沸して冷却した水180mL，タンニン酸0.2g及びリン酸30mLを加え，栓を閉じ，更に二酸化炭素を15分間通じた後，蒸留フラスコを注意して加熱し，1分間に留液40～50滴を得るような速度で蒸留する．このとき，U字管のデンプン試液が脱色したときは，ビュレットから0.01mol/Lヨウ素液を滴加し，デンプン試液の呈色が淡青色～青色を常に保つようにする．留液が蒸留し始めてから正確に60分間経過したときの0.01mol/Lヨウ素液の消費量を読みとる．ただし，0.01mol/Lヨウ素液1滴によるデンプン試液の呈色は1分間以上持続するものとする．



0.01mol/Lヨウ素液1mL＝0.6406mg SO_2

二酸化イオウ(SO_2：64.06)の量は7.5mg以下である.

（４） 総硫酸 本品10mLをビーカーにとり，加熱して沸騰させ，塩化バリウム二水和物5.608g及び塩酸50mLに水を加えて1000mLとした液50mLを加え，ふたをし，蒸発する水を補いながら水浴上で2時間加熱し，冷後，遠心分離して上澄液を別のビーカーに傾斜し，この液に希硫酸1～2滴を加え，1時間放置するとき，白色の沈殿を生じる.

（５） ヒ素〈1.11〉 本品10mLを水浴上で蒸発乾固した後，残留物につき，第3法により検液を調製し，試験を行う(0.2ppm以下).

（６） グリセリン 本品100mLを正確に量り，150mLの磁製皿に入れ，水浴上で加熱濃縮して10mLとし，海砂(1号)1gを加えて混ぜ，水酸化カルシウム4gに水6mLを加えた混合物を加えて強アルカリ性とし，絶えずかき混ぜて皿の内側に生じる付着物をはがしながら水浴上で蒸発し，軟塊とする．冷後，エタノール(99.5)5mLを加えてすり混ぜ，かゆ状とする．これを水浴上で加熱し，かき混ぜながらエタノール(99.5)10～12mLを加え，加熱して沸騰させ，100mLのメスフラスコに移し，熱エタノール(99.5)10mLで7回洗い，洗液はメスフラスコに加え，冷後，更にエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．ろ液90mLをとり，水浴上で沸騰しないように加熱して蒸発し，残留物をエタノール(99.5)少量に溶かし，50mLの共栓メスシリンダーに入れ，エタノール(99.5)少量で数回洗い，洗液をフラスコに加えて15mLとする．これに無水ジエチルエーテル7.5mLずつを3回加え，毎回強く振り混ぜて放置し，液が全く澄明となったとき，平たいはかり瓶に注入する．メスシリンダーは無水ジエチルエーテル／エタノール(99.5)混液(3：2)5mLで洗い，洗液ははかり瓶に移し，水浴上で注意して加熱して蒸発し，液が粘稠となったとき，105℃で1時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，質量を量る．その量は0.45～0.90gである.

（７） 還元糖 旋光度の試料溶液25mLを正確に量り，沸騰フェーリング試液50mLに加え，更に正確に2分間煮沸する．析出した沈殿を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ取し，熱湯，エタノール(95)及びジエチルエーテルで順次洗い，更に吸引しながら乾燥した後，ろ過管を初め弱く，次に強く加熱し，沈殿が全く黒色になったとき，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，質量を量り，酸化銅(Ⅱ)の量とする．その量は0.325g以下である.

（８） ショ糖 旋光度の試料溶液50mLをとり，100mLのフラスコに入れ，薄めた塩酸(1→30)を加えて中性とし，更に薄めた塩酸(1→30)5mLを加え，水浴中で30分間加熱し，冷

後，水酸化カリウム溶液(1→100)を加えて中性とし，炭酸ナトリウム試液4滴を加え，100mLのメスフラスコにろ過し，水で洗い，ろ液，洗液及び水を加えて100mLとする．この液25mLをとり，沸騰フェーリング試液50mLに加え，以下(7)と同様に操作して質量を量り，酸化銅(Ⅱ)の量とする．この酸化銅(Ⅱ)の量(g)に2を乗じた数から(7)の酸化銅(Ⅱ)の量(g)を減じ，これに1.2を乗じた数は0.104(g)以下である．

（９） 安息香酸，ケイヒ酸又はサリチル酸 (2)の試料溶液50mLを正確に量り，分液漏斗に入れ，塩化ナトリウム10g及び希塩酸2mLを加えた後，ジエチルエーテル10mLずつで3回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水5mLずつで2回洗い，0.1mol/L水酸化ナトリウム液10mLずつで3回抽出する．アルカリ抽出液を合わせ，水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発し，冷後，1mol/L塩酸で中和した後，塩化カリウム・塩酸緩衝液5mL及び水を加えて正確に50mLとする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長220～340nmにおける吸光度は0.15以下である．

(10) ホウ酸 本品50mLを磁製皿にとり，これに炭酸ナトリウム試液5mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，強熱する．残留物の半量はホウ酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈しない．また，残りの半量を塩酸5mLに溶かすとき，液はホウ酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈しない．

(11) メタノール アルコール数測定法〈*1.01*〉の第1法により操作して得たエタノール層1mLを正確に量り，メタノール試験法〈*1.12*〉により試験を行うとき，これに適合する．ただし，炭酸カルシウム0.5gを加えて振り混ぜ，水を加えないで蒸留する．

(12) ホルムアルデヒド 本品25mLに塩化ナトリウム5g及びL－酒石酸0.2gを加えて蒸留し，留液15mLを得る．留液5mLにアセチルアセトン試液5mLを混和し，水浴中で10分間加熱するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：留液の代わりに水5mLを用い，以下同様に操作する．

エキス含量 1.9～3.5w/v%．本品25mLを，105℃で2.5時間乾燥した海砂(1号)10gの入った質量既知の200mLのビーカーに正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，105℃で2時間乾燥し，デシケーター(シリカゲル)中で放冷し，質量を量る．

灰分 0.13～0.40w/v%．本品50mLを正確に量り，質量既知の磁製皿に入れ，水浴上で蒸発乾固し，更に恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量る．

定量法

（１） エタノール 本品を15℃において100mLのメスフラスコに正確に量り，300～500mLのフラスコに移し，このメスフラスコを水15mLずつで2回洗い，洗液をフラスコの試料に加え，フラスコにしぶき止めの付いた蒸留管を連結し，受器にはそのメスフラスコを用い，蒸留する．留液約80mL(所要時間は20分前後)を得たとき，蒸留を止め，15℃の水中に30分間放置した後，15℃で水を加えて正確に100mLとし，よく振り混ぜた後，比重及び密度測定法第3法〈*2.56*〉により，15℃における比重を測定するとき，比重d^{15}_{15}は0.982～0.985である．

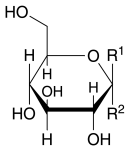
（２） 酒石酸 本品100mLを正確に量り，酢酸(100)2mL，酢酸カリウム溶液(1→5)0.5mL及び塩化カリウムの粉末15gを加え，激しくかき混ぜてできるだけ溶かした後，エタノール(95)10mLを加え，1分間ビーカーの内壁を強くこすり，結晶を析出させ，0～5℃に15時間以上放置する．結晶を吸引ろ取し，塩化カリウムの粉末15gを薄めたエタノール(1→6)120mLに溶かした溶液3mLでビーカー及び結晶を順次洗う．この操作を5回繰り返し，結晶をろ紙と共に先のビーカーに移し，ろ過器を熱湯50mLで洗い，洗液をビーカーに合わせ，加熱して結晶を溶かし，直ちに0.2mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液1mL)．滴定数(mL)に0.75を加えて0.2mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)とする．

0.2mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝30.02mg $C_4H_6O_6$

貯法 容器 気密容器．

ブドウ糖

Glucose



α-D-グルコピラノース：R^1=H, R^2=OH
β-D-グルコピラノース：R^1=OH, R^2=H

$C_6H_{12}O_6$：180.16
D-Glucopyranose
[*50-99-7*]

本品は，α－D－グルコピラノース，β－D－グルコピラノース又はその混合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ブドウ糖[D－グルコピラノース($C_6H_{12}O_6$)]99.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液(1→20)2～3滴を沸騰フェーリング試液5mLに加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

純度試験

（１） 溶状 本品25gを水30mLを入れたネスラー管に加え，60℃の水浴中で加温して溶かす．冷後，水を加えて50mLとするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液3.0mLをとり，水を加えて50mLとする．

（２） 酸 本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶かし，フェノールフタレイン試液3滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（３） 塩化物〈*1.03*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較

液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下).

（4） 硫酸塩〈1.14〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下).

（5） 重金属〈1.07〉　本品5.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(4ppm以下).

（6） ヒ素〈1.11〉　本品1.5gを水5mLに溶かし，希硫酸5mL及び臭素試液1mLを加え，水浴上で5分間加熱し，更に濃縮して5mLとする．冷後，これを検液とし，試験を行う(1.3ppm以下).

（7） デキストリン　本品1.0gにエタノール(95)20mLを加え，還流冷却器を付け，煮沸するとき，液は澄明である.

（8） 溶性でんぷん又は亜硫酸塩　本品1.0gを水10mLに溶かし，ヨウ素試液1滴を加えるとき，液は黄色を呈する.

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，6時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(2g).

定量法　本品を乾燥し，その約10gを精密に量り，アンモニア試液0.2mL及び水に溶かし，正確に100mLとし，30分間放置した後，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する.

ブドウ糖($C_6H_{12}O_6$)の量(mg)＝α_D×1895.4

貯法　容器　気密容器.

ブドウ糖注射液

Glucose Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するブドウ糖($C_6H_{12}O_6$：180.16)を含む.

製法　本品は「ブドウ糖」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性状　本品は無色澄明の液で，味は甘い．ただし，表示濃度が40%以上のとき，色調は無色～微黄色澄明の液である.

確認試験　本品の表示量に従い「ブドウ糖」0.1gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えるか，又は水浴上で濃縮して2mLとし，この液2～3滴を沸騰フェーリング試液5mLに加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

ｐＨ〈2.54〉　3.5～6.5　ただし，表示濃度が5%を超えるときは，水を用いて5%溶液を調製し，この液につき，試験を行う.

純度試験　5－ヒドロキシメチルフルフラール類　本品の表示量に従い「ブドウ糖」2.5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長284nmにおける吸光度は0.80以下である.

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mL未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のブドウ糖($C_6H_{12}O_6$)約4gに対応する容量を正確に量り，アンモニア試液0.2mL及び水を加えて正確に100mLとし，よく振り混ぜて30分間放置した後，旋光度測定法〈2.49〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する.

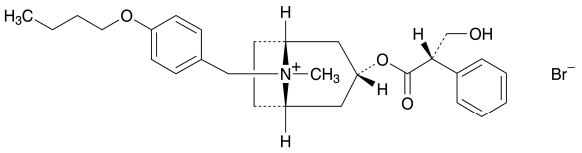
ブドウ糖($C_6H_{12}O_6$)の量(mg)＝α_D×1895.4

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

ブトロピウム臭化物

Butropium Bromide

臭化ブトロピウム



$C_{28}H_{38}BrNO_4$：532.51

(1*R*,3*r*,5*S*)-8-(4-Butyloxybenzyl)-3-[(2*S*)-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-methyl-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide

[*29025-14-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブトロピウム臭化物($C_{28}H_{38}BrNO_4$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテル又は無水酢酸にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品1mgに発煙硝酸3滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を*N*,*N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する.

（2） 本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品のメタノール溶液(1→20)は臭化物の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－14.0～－17.0°(乾燥後，0.5g，メタノール，20mL，100mm).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをエタノール(95)40mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液

とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　類縁物質　本品50mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブトロピウムに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は標準溶液のピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液の最初に溶出するピーク，ブトロピウムに対する相対保持時間約0.5のピーク及びブトロピウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のブトロピウムのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.15gをアセトニトリル／0.005mol/L硫酸混液(3：2)1000mLに溶かす.

流量：ブトロピウムの保持時間が約5分になるように調整する.

カラムの選定：本品0.50gをとり，エタノール(99.5)9mL及び0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール試液1mLを加えて溶かし，70℃で15分間加熱する．冷後，この液1mLに移動相を加えて100mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブトロピウムのピークとブトロピウムに対する相対保持時間約0.7のピークとの分離度が2.5以上のものを用いる.

検出感度：標準溶液5μLから得たブトロピウムのピーク高さが10～30mmになるように調整する.

面積測定範囲：ブトロピウムの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，無水酢酸100mLを加え，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝53.25mg $C_{28}H_{38}BrNO_4$

貯法

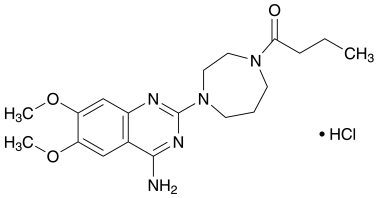
保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

ブナゾシン塩酸塩

Bunazosin Hydrochloride

塩酸ブナゾシン



$C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl：409.91

4-Amino-2-(4-butanoyl-1,4-diazepan-1-yl)-6,7-dimethoxyquinazoline monohydrochloride

[*72712-76-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブナゾシン塩酸塩($C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約273℃(分解).

確認試験

（１）　本品0.1gを0.2mol/L塩酸試液10mLに溶かし，直火で加熱して3分間沸騰するとき，酪酸臭を発する.

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（３）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　類縁物質　本品0.05gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブナゾシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブナゾシンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.44gを水に溶かし，酢酸(100)10mL及びアセトニトリル500mLを加え，更に水を加えて1000mLとする.

流量：ブナゾシンの保持時間が約5分になるように調整

する．

カラムの選定：標準溶液／塩酸プロカインの移動相溶液(1→20000)混液(1：1)20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，ブナゾシンの順に溶出し，その分離度が3.0以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液20μLから得たブナゾシンのピーク高さがフルスケールの20～60%になるように調整する．

面積測定範囲：ブナゾシンの保持時間の約6倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸6mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で20分間加熱する．冷後，酢酸(100)20mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.99mg $C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl

貯法

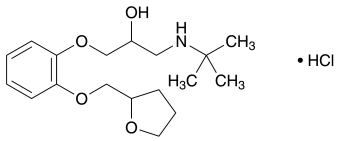
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

ブフェトロール塩酸塩

Bufetolol Hydrochloride

塩酸ブフェトロール



$C_{18}H_{29}NO_4$・HCl：359.89

1-(1,1-Dimethylethyl)amino-3-[2-(tetrahydrofuran-2-ylmethoxy)phenoxy]propan-2-ol monohydrochloride

[*35108-88-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブフェトロール塩酸塩($C_{18}H_{29}NO_4$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

（2）　本品の水溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

融点〈*2.60*〉　153～157℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.20gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(40：20：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

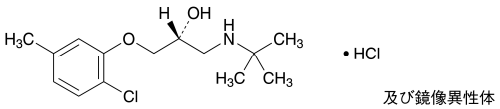
0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.99mg $C_{18}H_{29}NO_4$・HCl

貯法　容器　気密容器.

ブプラノロール塩酸塩

Bupranolol Hydrochloride

塩酸ブプラノロール



$C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl：308.24

(2*RS*)-3-(2-Chloro-5-methylphenoxy)-1-(1,1-dimethylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

[*15148-80-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブプラノロール塩酸塩($C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノールにやや溶けにくく，水，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，

ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水1000mLに溶かした液のpHは5.2～6.2である.

確認試験

（1）　本品0.01gを試験管にとり，ヨウ化カリウム25mg及びシュウ酸二水和物25mgを加えて混ぜ合わせ，2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミンのエタノール(95)溶液(1→100)で潤したろ紙を試験管の口に当て数分間弱く加熱する．このろ紙をアンモニアガスに接触するとき青色を呈する.

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(275nm)：57～60(乾燥後，50mg，0.1mol/L塩酸試液，500mL).

融点〈*2.60*〉　223～226℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水15mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸　本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水15mLに溶かし，メチルレッド試液1滴を加えるとき，液は淡赤色を呈する．これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.05mLを加えるとき，液の色は黄色に変わる.

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.168%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（6）　類縁物質　本品0.30gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用ポリアミド(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)／水混液(16：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.18gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(2：1)60mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

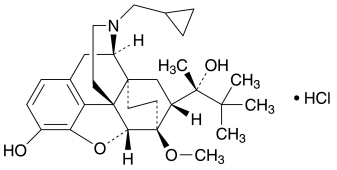
0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.82mg $C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

ブプレノルフィン塩酸塩

Buprenorphine Hydrochloride

塩酸ブプレノルフィン



$C_{29}H_{41}NO_4$・HCl：504.10

(2*S*)-2-[(5*R*,6*R*,7*R*,14*S*)-17-(Cyclopropylmethyl)-4,5-epoxy-3-hydroxy-6-methoxy-6,14-ethanomorphinan-7-yl]-3,3-dimethylbutan-2-ol monohydrochloride

[*53152-21-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブプレノルフィン塩酸塩($C_{29}H_{41}NO_4$・HCl)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい.

融点：約268℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液(1→100)は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－92～－98°(乾燥後，0.4g，メタノール，20mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品0.1gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブプレノ

ルフィン以外のピークの面積は，標準溶液のブプレノルフィンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のブプレノルフィン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブプレノルフィンのピーク面積の13／20より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／酢酸アンモニウム溶液(1→100)／酢酸(100)混液(6000：1000：1)

流量：ブプレノルフィンの保持時間が約17分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブプレノルフィンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たブプレノルフィンのピーク面積が，標準溶液のブプレノルフィンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブプレノルフィンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6500段以上，1.2以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブプレノルフィンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，115℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)5mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

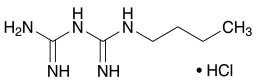
0.1mol/L過塩素酸1mL＝50.41mg $C_{29}H_{41}NO_4$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

ブホルミン塩酸塩

Buformin Hydrochloride

塩酸ブホルミン



$C_6H_{15}N_5$・HCl：193.68

1-Butylbiguanide hydrochloride

[*1190-53-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)5mLに希ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液1mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　175～180℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを移動相200mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブホルミン以外のピークの面積は，標準溶液のブホルミンのピーク面積の1／5より大きくない．また試料溶液のブホルミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブホルミンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液(7→250)／アセトニトリル混液(7：1)

流量：ブホルミンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブホルミンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たブホルミンのピーク面積が，標準溶液のブホルミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブホルミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，ブホルミンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，直ちに0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝9.684mg $C_6H_{15}N_5$・HCl

貯法 容器 気密容器.

ブホルミン塩酸塩錠

Buformin Hydrochloride Tablets

塩酸ブホルミン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl：193.68)を含む.

製法 本品は「ブホルミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ブホルミン塩酸塩」1gに対応する量をとり，水100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液4mLに希ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液1mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水を加えて正確に200mLとし，5分間超音波処理する．この液40mLをとり，遠心分離する．ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)約0.5mgに対応する上澄液V mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ブホルミンを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長233nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / V$

M_S：定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ブホルミンを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長233nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)
C：1錠中のブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)約60mgに対応する量を精密に量り，水を加えて正確に200mLとし，5分間超音波処理する．この液40mLをとり，遠心分離し，上澄液2mLを正確にとり，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ブホルミンを105℃で3時間乾燥し，その約60mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確にとり，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長233nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

貯法 容器 密閉容器.

ブホルミン塩酸塩腸溶錠

Buformin Hydrochloride Enteric-coated Tablets

塩酸ブホルミン腸溶錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl：193.68)を含む.

製法 本品は「ブホルミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ブホルミン塩酸塩」0.1gに対応する量をとり，水10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液4mLに過酸化水素試液／ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液／水酸化ナトリウム溶液(1→10)混液(2：1：1)1mLを加えるとき，液は赤色～赤紫色を呈する.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，エタノール(99.5)／アセトン混液(1：1)5mLを加え，超音波処理により皮膜を小さく分散させた後，ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)50mg当たり内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて$13V/20$ mLとする．次に超音波処理により崩壊させた後，更に20分間振り混ぜ，1mL中にブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)約0.5mgを含む液となるように薄めたアセトニトリル(1→2)を加えてV mLとする．この液を遠心分離

し，上澄液1mLをとり，移動相を加えて50mLとする．必要ならば孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→150)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第1液及び溶出試験第2液900mLずつを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，試験液に溶出試験第1液を用いた場合の本品の120分間の溶出率は5%以下であり，試験液に溶出試験第2液を用いた場合の本品の90分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ブホルミンを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のブホルミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)
C：1錠中のブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の表示量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：過塩素酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液(7→500)／アセトニトリル混液(7：1)
流量：ブホルミンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブホルミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブホルミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品のブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)0.5gに対応する個数をとり，エタノール(99.5)／アセトン混液(1：1)20mLを加え，超音波処理により皮膜を小さく分散させた後，更に薄めたアセトニトリル(1→2)100mLを加える．次に超音波処理により錠剤を崩壊させた後，更に20分間振り混ぜ，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとする．この液1mLをとり，移動相を加えて50mLとする．必要ならば孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別に定量用塩酸ブホルミンを105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとする．この液1mLをとり，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブホルミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ブホルミン塩酸塩($C_6H_{15}N_5$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

M_S：定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→150)

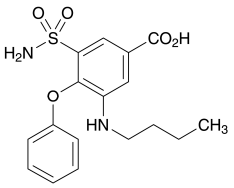
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：233nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：薄めた過塩素酸ナトリウム溶液(7→250)／アセトニトリル混液(7：1)
流量：ブホルミンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブホルミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブホルミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ブメタニド

Bumetanide



$C_{17}H_{20}N_2O_5S$：364.42

3-Butylamino-4-phenoxy-5-sulfamoylbenzoic acid

[*28395-03-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブメタニド($C_{17}H_{20}N_2O_5S$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はピリジンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は水酸化カリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

（1）　本品0.01gをピリジン1mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜ，更に水3mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡青色を呈する.

（2）　本品0.04gをpH7.0のリン酸塩緩衝液100mLに溶かす. この液10mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　232～237℃

純度試験

（1）　溶状　本品50mgを水酸化カリウム溶液(1→30)2mL及び水8mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液それぞれ0.5mLずつを正確に量り，混和し，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gに硝酸カリウム0.7g及び無水炭酸ナトリウム1.2gを加えてよく混和した後，少量ずつ赤熱した白金るつぼに入れ，反応が終わるまで赤熱する. 冷後，残留物に希硫酸14mL及び水6mLを加え，5分間煮沸した後，ろ過し，残留物は水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする. これを検液とし，試験を行う. 比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う. 比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う. 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする. この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする. この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする. これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にクロロホルム／酢酸(100)／シクロヘキサン／メタノール混液(32：4：4：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝36.44mg $C_{17}H_{20}N_2O_5S$

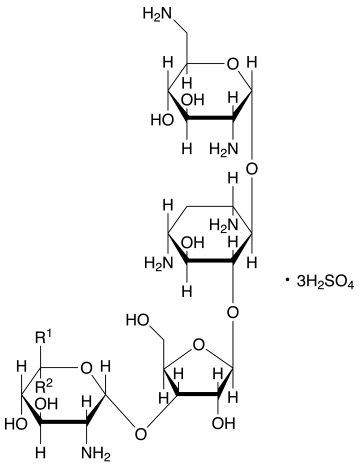
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

フラジオマイシン硫酸塩

Fradiomycin Sulfate
ネオマイシン硫酸塩
硫酸ネオマイシン
硫酸フラジオマイシン



フラジオマイシンB：R^1=H　R^2=CH_2NH_2
フラジオマイシンC：R^1=CH_2NH_2　R^2=H

$C_{23}H_{46}N_6O_{13}$・$3H_2SO_4$：908.88
フラジオマイシンB硫酸塩
2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-β-L-idopyranosyl-(1→3)-β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate
[*119-04-0*，ネオマイシンB]
フラジオマイシンC硫酸塩
2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→3)-β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate
[*66-86-4*，ネオマイシンC]
[*1405-10-3*，ネオマイシン硫酸塩]

本品は，*Streptomyces fradiae*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1mg当たり623～740μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，フラジオマイシン($C_{23}H_{46}N_6O_{13}$：614.64)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びフラジオマイシン硫酸塩標準品50mgずつを水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)／ジクロロメタン混液(3：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，110℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

（2）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋53.5～＋59.0°(乾燥物に換算したもの1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品　1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.63gを水5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)／ジクロロメタン混液(3：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，110℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得たR_f値0.4のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0%以下(0.2g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

（ii）　種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地

ブドウ糖	1.0g
ペプトン	6.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	3.0g
塩化ナトリウム	2.5g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは7.8～8.0とする．pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

(iii)　標準溶液　フラジオマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，14日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品を乾燥し，その約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて

1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料液とする．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

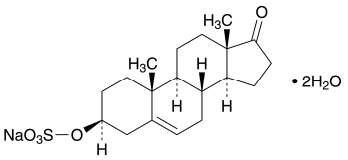
容器　気密容器．

プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物

Sodium Prasterone Sulfate Hydrate

プラステロン硫酸エステルナトリウム

プラステロン硫酸ナトリウム



$C_{19}H_{27}NaO_5S \cdot 2H_2O$：426.50

Monosodium 17-oxoandrost-5-en-3β-yl sulfate dihydrate

[*1099-87-2*，無水物]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，プラステロン硫酸エステルナトリウム($C_{19}H_{27}NaO_5S$：390.47)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けにくく，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

融点：約160℃(分解，ただし乾燥後)．

確認試験

（１）　本品0.01gをエタノール(95)4mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→8)2mLを加えるとき，液は赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

（２）　本品の水溶液(1→200)10mLに臭素試液0.5mLを加えるとき，試液の色は直ちに消える．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品の水溶液(1→200)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋10.7～＋12.1°(乾燥物に換算したもの0.73g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（１）　溶状　本品0.25gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをアセトン20mL及び水20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下)．

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.2gに水20mLを加え，5分間振り混ぜてろ過する．ろ液10mLをとり，アセトン20mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLにアセトン20mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.032%以下)．

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（５）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／水混液(75：22：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸／エタノール(95)混液(1：1)を均等に噴霧し，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0～9.0%(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

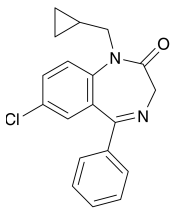
定量法　本品約0.25gを精密に量り，水30mLに溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)5mLを用いて調製した直径10mmのカラムに入れ，1分間に4mLの流速で流出させる．次に水100mLでカラムを洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝19.52mg $C_{19}H_{27}NaO_5S$

貯法　容器　気密容器．

プラゼパム

Prazepam



$C_{19}H_{17}ClN_2O$：324.80

7-Chloro-1-(cyclopropylmethyl)-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*2955-38-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，におい

はない.

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（１）　本品0.01gを硫酸3mLに溶かし，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，灰青色の蛍光を発する.

（２）　本品0.01gを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)1000mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（３）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルのスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（４）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する.

融点〈2.60〉　145～148℃

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液20mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下).

（２）　硫酸塩〈1.14〉　(1)のろ液20mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５）　類縁物質　本品0.40gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.20%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.48mg $C_{19}H_{17}ClN_2O$

貯法　容器　気密容器.

プラゼパム錠

Prazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するプラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$：324.80)を含む.

製法　本品は「プラゼパム」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（１）　本品を粉末とし，表示量に従い「プラゼパム」0.05gに対応する量をとり，アセトン25mLを加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液5mLをとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を硫酸3mLに溶かす．この液につき，「プラゼパム」の確認試験(1)を準用する.

（２）　本品を粉末とし，表示量に従い「プラゼパム」0.02gに対応する量をとり，硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)200mLを加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液5mLに硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長241～245nm，283～287nm及び363～367nmに吸収の極大を示し，263～267nm及び334～338nmに吸収の極小を示す.

溶出性〈6.10〉　試験液に0.1mol/L塩酸試液900mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$)約5μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用プラゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約5mgを精密に量り，試験液200mLを加えて振り混ぜ，必要ならば超音波処理して溶かし，更に，試験液を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長240nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

プラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：定量用プラゼパムの秤取量(mg)

C：1錠中のプラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プラゼパム($C_{19}H_{17}ClN_2O$)約50mgに対応する量を精密に量り，アセトン30mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．同様の操作をアセトン30mLずつを用いて2回繰り返し，全上澄液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物を無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

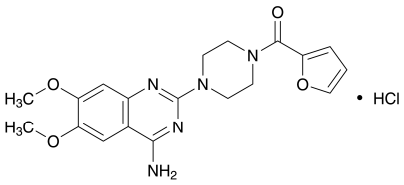
0.02mol/L過塩素酸1mL＝6.496mg $C_{19}H_{17}ClN_2O$

貯法　容器　気密容器.

プラゾシン塩酸塩

Prazosin Hydrochloride

塩酸プラゾシン



$C_{19}H_{21}N_5O_4$・HCl：419.86

1-(4-Amino-6,7-dimethoxy-quinazolin-2-yl)-4-(2-furoyl)piperazine monohydrochloride

[*19237-84-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プラゾシン塩酸塩($C_{19}H_{21}N_5O_4$・HCl)97.0～103.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に微黄白色になる.

融点：約270℃(分解).

確認試験

（1） 本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品0.1gに水5mL及びアンモニア試液1mLを加えて振り混ぜ，5分間放置した後，ろ過する．ろ液に酢酸(100)を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラゾシン以外のピークの面積は，標準溶液のプラゾシンのピーク面積の2倍より大きくない．また，試料溶液のプラゾシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラゾシンのピーク面積の5倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム3.484g及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシド18mLを水900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH5.0に調整した後，水を加えて1000mLとした液に，メタノール1000mLを加える.

流量：プラゾシンの保持時間が約9分になるように調整する.

面積測定範囲：プラゾシンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たプラゾシンのピーク面積が，標準溶液のプラゾシンのピーク面積の35～65%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（3） 残留溶媒 別に規定する.

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品及びプラゾシン塩酸塩標準品を乾燥し，その約25mgを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液3mLずつを正確に量り，それぞれにメタノール／水混液(7：3)を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のプラゾシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

プラゾシン塩酸塩($C_{19}H_{21}N_5O_4$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水／酢酸(100)／ジエチルアミン混液(3500：1500：50：1)

流量：プラゾシンの保持時間が約8分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラゾシンのピークの理論段数及びシ

ンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

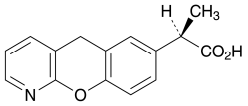
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

プラノプロフェン

Pranoprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}NO_3$：255.27

(2*RS*)-2-(10*H*-9-Oxa-1-azaanthracen-6-yl)propanoic acid

[*52549-17-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プラノプロフェン($C_{15}H_{13}NO_3$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル，エタノール(95)又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→30)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品0.02gを1mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液10mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　186～190℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをメタノール40mL及び希硝酸6mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにメタノール40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラノプロフェン以外のピークの面積はそれぞれ標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積の2倍より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径約6mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム7.02gを水1000mLに溶かし，過塩素酸を用いてpH2.5に調整する．この液2容量にアセトニトリル1容量を加える．

流量：プラノプロフェンの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル4mgずつを移動相200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラノプロフェン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度が2.1以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たプラノプロフェンのピーク高さが10～20mmになるように調整する．

面積測定範囲：プラノプロフェンの保持時間の約3倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.53mg $C_{15}H_{13}NO_3$

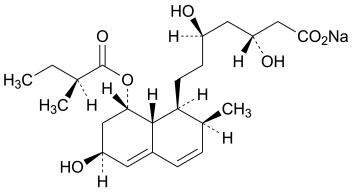
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

プラバスタチンナトリウム

Pravastatin Sodium



$C_{23}H_{35}NaO_7$：446.51

Monosodium (3*R*,5*R*)-3,5-dihydroxy-7-{(1*S*,2*S*,6*S*,8*S*,8a*R*)-6-hydroxy-2-methyl-8-[(2*S*)-2-methylbutanoyloxy]-1,2,6,7,8,8a-hexahydronaphthalen-1-yl}heptanoate

[*81131-70-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物に対し，プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数2970cm^{-1}，2880cm^{-1}，1727cm^{-1}及び1578cm^{-1}付近に吸収を認める．

（3）　本品50mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品24mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(80：16：1)を展開溶媒として約8cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

（4）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋153～＋159°(脱水及び脱溶媒物に換算したもの0.1g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは7.2～8.2である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.10gを水／メタノール混液(11：9)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLを正確に量り，水／メタノール混液(11：9)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水／メタノール混液(11：9)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積より大きくない．試料溶液及び標準溶液は15℃以下に保存する．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプラバスタチンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／メタノール混液(11：9)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たプラバスタチンのピーク面積が，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：プラバスタチンナトリウム5mgを水／メタノール混液(11：9)50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラバスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.6以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　4.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，水／メタノール混液(11：9)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(11：9)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途0.5gにつき，容量滴定法，直接滴定により水分〈*2.48*〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，水／メタノール混液(11：9)に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(11：9)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4 \times 1.052$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの水／メタノール混液(11：9)溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(550：450：1：1)

流量：プラバスタチンの保持時間が約21分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

プラバスタチンナトリウム液

Pravastatin Sodium Solution

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$：446.51)を含む．

製法　本品は「プラバスタチンナトリウム」をとり，経口液剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」1mgに対応する容量をとり，あらかじめメタノール1mL及び水1mLで洗ったカラム(30μmのカラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体30mgを内径5.5mmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，水1mLで洗い，メタノール1mLで流出する．流出液0.1mLをとり，水を加えて10mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長237～241nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　類縁物質　試料溶液及び標準溶液は調製後，15℃以下で保存する．本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」2mgに対応する容量をとり，メタノール／水混液(5：3)を加えて10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラバスタチンに対する相対保持時間約0.24及び約0.85のピーク面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の2倍より大きくなく，試料溶液のプラバスタチン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3.5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプラバスタチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たプラバスタチンのピーク面積が，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3400段以上，1.6以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

微生物限度〈4.05〉　本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は10^1CFUである．また，大腸菌は認めない．

定量法　本品のプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)2mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，リン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液(1→200)に溶かし，正確に50mLとする．この液6mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プラバスタチンナトリウムの量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3/25 \times 1.052$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(500：500：1：1)

流量：プラバスタチンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

プラバスタチンナトリウム細粒

Pravastatin Sodium Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$：446.51)を含む．

製法 本品は「プラバスタチンナトリウム」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」10mgに対応する量をとり，水20mLを加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液1mLに水を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長237～241nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 試料溶液及び標準溶液は調製後，5℃以下で保存する．本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」25mgに対応する量をとり，水／メタノール混液(1：1)25mLを加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラバスタチンに対する相対保持時間約0.36及び約1.9のピーク面積は，それぞれ標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の1／2及び3倍より大きくなく，試料溶液のプラバスタチン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の4.5倍より大きくない．ただし，プラバスタチンに対する相対保持時間約0.36，約0.28及び約0.88のピーク面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.58，0.86及び0.82を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：水／メタノール／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(750：250：1：1)

移動相B：メタノール／水／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(650：350：1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 50	50	50
50 ～ 75	50 → 0	50 → 100

流量：毎分1.3mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後75分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たプラバスタチンのピーク面積が，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.6以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，1mL中にプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)0.25mgを含む液となるように内標準溶液V mLを正確に加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液2mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて20mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100 \times 1.052$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水／メタノール混液(1：1)溶液(3→10000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従いプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)約5mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約23mgを精密に量り，水に溶かし，

正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長238nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長265nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1 / C \times 27 \times 0.806$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の表示量(mg)

粒度〈*6.03*〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品のプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)約5mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液2mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約32mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 1.052$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの水／メタノール混液(1：1)溶液(3→10000)

試験条件

「プラバスタチンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

プラバスタチンナトリウム錠

Pravastatin Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$：446.51)を含む．

製法　本品は「プラバスタチンナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」10mgに対応する量をとり，水20mLを加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液1mLに水を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長237～241nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　試料溶液及び標準溶液は調製後，15℃以下で保存する．本品を粉末とし，表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」50mgに対応する量をとり，水／メタノール混液(1：1)40mLを加え，超音波処理した後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラバスタチンに対する相対保持時間約0.36及び約1.9のピーク面積は，それぞれ標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3／10及び2倍より大きくなく，試料溶液のプラバスタチン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3倍より大きくない．ただし，プラバスタチンに対する相対保持時間約0.36，約0.28及び約0.88のピーク面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.58，0.86及び0.82を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：水／メタノール／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(750：250：1：1)

移動相B：メタノール／水／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(650：350：1：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 50	50	50
50 ～ 75	50 → 0	50 → 100

流量：毎分1.3mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後75分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たプラバスタチンのピーク面積が，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プラバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.6以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)0.25mgを含む液となるように内標準溶液V mLを正確に加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液2mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて20mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100 \times 1.052$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの水／メタノール混液(1：1)溶液(3→10000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプラバスタチン($C_{23}H_{36}O_7$)約5.5μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約23mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長238nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長265nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times 27 \times 0.806$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のプラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)約10mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液40mLを正確に加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液をろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液2mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約32mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プラバスタチンナトリウム($C_{23}H_{35}NaO_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5 \times 1.052$

M_S：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3－テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの水／メタノール混液(1：1)溶液(3→10000)

試験条件

「プラバスタチンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

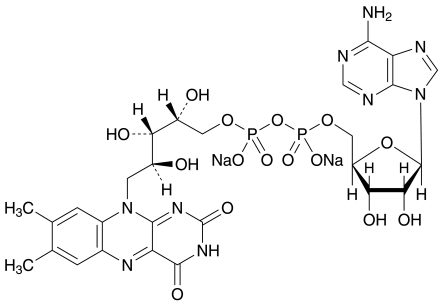
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

Flavin Adenine Dinucleotide Sodium



$C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$：829.51

Disodium adenosine 5′-[(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-trihydroxypentyl diphosphate]

[*84366-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム($C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$)93.0%以上を含む．

性状　本品はだいだい黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，エチレングリコール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02gを加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.1gに硝酸10mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，更に強熱する．残留物に薄めた硝酸(1→50)10mLを加えて5分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過するとき，液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(3)を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－21.0～－25.5°(脱水物に換算したもの0.3g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水10mLに溶かすとき，液はだいだい黄色澄明である．

（2）　遊離リン酸　本品約20mgを精密に量り，水10mLに溶かし，試料溶液とする．別にリン酸標準液2mLを正確に量り，水10mLを加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに薄めた過塩素酸(100→117)2mLを加え，七モリブデン酸六アンモニウム試液1mL及び塩酸2,4－ジアミノフェノール試液2mLを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に25mLとし，20±1℃で30分間放置する．これらの液につき，水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長730nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は0.25%以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の量(%)＝A_T／A_S × 1／M × 5.16

M：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.10gを移動相200mLに溶かし，試料溶液とする．この液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積A及びそれ以外のピークの合計面積Sを自動積分法により測定するとき，S／(A＋S)は0.10以下である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相，流量及び面積測定範囲は定量法(1)操作法(ⅱ)の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

システム適合性

システムの性能は定量法(1)操作法(ⅱ)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液20μLから得たフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が，試料溶液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　水分測定用メタノール／水分測定用エチレングリコール混液(1：1)50mLを乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に本品約0.1gを精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，10分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は10.0%以下である．

定量法

（1）　操作法

（ⅰ）　総フラビン量　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約0.1gを水200mLに溶かす．この液5mLを正確に量り，塩化亜鉛試液5mLを加え，水浴中で30分間

加熱し，冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→100)200mLに加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に500mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長450nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

総フラビン量(mg)＝M_S × A_T／A_S × 4／5

M_S：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

(ⅱ) フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比　本品0.1gを水200mLに溶かし，試料溶液とする．この液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積A及びそれ以外のピークの合計面積Sを求める．

フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比
＝1.08A／(1.08A＋S)

試験条件
検出器：可視吸光光度計(測定波長：450nm)
カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム溶液(1→500)／メタノール混液(4：1)
流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約10分になるように調整する．
面積測定範囲：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間の約4.5倍の範囲

システム適合性
検出の確認：試料溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の8～12%になることを確認する．
システムの性能：本品及びリン酸リボフラビンナトリウム20mgずつを水100mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチド，リン酸リボフラビンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（2） 計算式

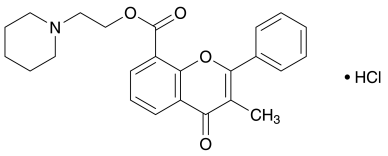
フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム
($C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$)の量(mg)
＝f_T×f_R×2.2040

f_T：操作法(ⅰ)より得られる本品中の総フラビン量(mg)
f_R：操作法(ⅱ)より得られる本品中のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

フラボキサート塩酸塩

Flavoxate Hydrochloride
塩酸フラボキサート



$C_{24}H_{25}NO_4$・HCl：427.92
2-(Piperidin-1-yl)ethyl 3-methyl-4-oxo-2-phenyl-4*H*-chromene-8-carboxylate monohydrochloride
[*3717-88-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フラボキサート塩酸塩($C_{24}H_{25}NO_4$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は酢酸(100)又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1） 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3） 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験
（1） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（2） ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．
（3） 類縁物質　本品80mgをとり，クロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製し

た薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として，約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

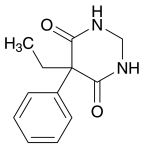
定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)10mL及びアセトニトリル40mLを加えて溶かした後，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝42.79mg $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

プリミドン

Primidone



$C_{12}H_{14}N_2O_2$：218.25

5-Ethyl-5-phenyl-2,3-dihydropyrimidine-4,6(1*H*,5*H*)-dione

[*125-33-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プリミドン($C_{12}H_{14}N_2O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，ピリジンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.5gを薄めた硫酸(1→2)5mLと加熱するとき，ホルムアルデヒド臭を発する．

（2）　本品0.2gに無水炭酸ナトリウム0.2gを混ぜ，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

融点〈2.60〉　279～284℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　2－エチル－2－フェニルマロンジアミド　本品0.10gをピリジン2mLに溶かし，内標準溶液2mLを正確に加え，更にビストリメチルシリルアセトアミド1mLを加え，よく振り混ぜた後，100℃で5分間加熱する．冷後，ピリジンを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に2－エチル－2－フェニルマロンジアミド50mgをピリジンに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，以下本品と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対する2－エチル－2－フェニルマロンジアミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　ステアリルアルコールのピリジン溶液(1→2000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ150cmのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用50%フェニル－メチルシリコーンポリマーを125～150μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：195℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ステアリルアルコールの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，2－エチル－2－フェニルマロンジアミド，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する2－エチル－2－フェニルマロンジアミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びプリミドン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれに20mLのエタノール(95)を加え，加温して溶かす．冷後，エタノール(95)を加えて正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長257nm付近の吸収極大波長における吸光度A_1並びに波長254nm及び261nm付近の吸収極小波長における吸光度A_2及びA_3を測定する．

プリミドン($C_{12}H_{14}N_2O_2$)の量(mg)

$= M_S \times (2A_1 - A_2 - A_3)_T / (2A_1 - A_2 - A_3)_S$

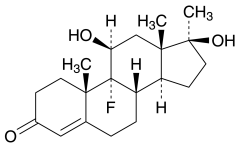
M_S：プリミドン標準品の秤取量(mg)

ただし，$(2A_1 - A_2 - A_3)_T$は試料溶液についての，$(2A_1 - A_2 - A_3)_S$は標準溶液についての値である．

貯法　容器　気密容器．

フルオキシメステロン

Fluoxymesterone



$C_{20}H_{29}FO_3$：336.44

9-Fluoro-11β,17β-dihydroxy-17-methylandrost-4-en-3-one

[*76-43-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオキシメステロン($C_{20}H_{29}FO_3$)97.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品5mgを硫酸2mLに溶かすとき，液は黄色を呈する.

（2）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

（3）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオキシメステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオキシメステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びフルオキシメステロン標準品をそれぞれエタノール(99.5)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋104～＋112°(乾燥後，0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.03gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／エタノール(95)／酢酸エチル混液(3：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g，白金るつぼ).

定量法　本品及びフルオキシメステロン標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

フルオキシメステロン($C_{20}H_{29}FO_3$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：フルオキシメステロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　メチルプレドニゾロンのクロロホルム／メタノール混液(19：1)溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：塩化*n*－ブチル／水飽和塩化*n*－ブチル／テトラヒドロフラン／メタノール／酢酸(100)混液(95：95：14：7：6)

流量：フルオキシメステロンの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルオキシメステロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である.

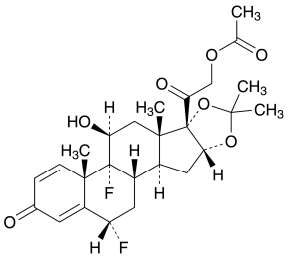
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

フルオシノニド

Fluocinonide



$C_{26}H_{32}F_2O_7$：494.52

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate

[*356-12-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオシノニド($C_{26}H_{32}F_2O_7$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール(95)又は酢酸エチルに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gに水4mL及びフェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオシノニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれを酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋81～＋89°(乾燥後，0.2g，クロロホルム，20mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品10mgをクロロホルム2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(97：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル50mLに溶かし，次に内標準溶液8mLずつを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フルオシノニド($C_{26}H_{32}F_2O_7$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：フルオシノニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：フルオシノニドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

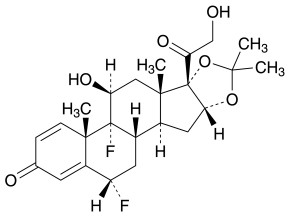
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルオシノニド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

フルオシノロンアセトニド

Fluocinolone Acetonide



$C_{24}H_{30}F_2O_6$：452.49

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione

[*67-73-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオシノロンアセトニド($C_{24}H_{30}F_2O_6$)97.0～102.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は酢酸(100)又はアセトンに溶けやすく，エタノール(95)又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：266～274℃(分解).

確認試験

（1） 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は黄色を呈する.

（2） 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる.

（3） 本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びフルオシノロンアセトニド標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋98～＋108°(乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm).

純度試験 類縁物質 本品15mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルオシノロンアセトニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水飽和クロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(200：3：2)

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約12分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルオシノロンアセトニドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たフルオシノロンアセトニドのピーク面積が，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積の4～6%になることを確認する.

システムの性能：本品及びトリアムシノロンアセトニド15mgずつを移動相25mLに溶かす．この液5mLに移動相を加えて20mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロンアセトニド，フルオシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は1.9以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルオシノロンアセトニドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(0.2g，減圧，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(0.2g，白金るつぼ).

定量法 本品及びフルオシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール40mLに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

フルオシノロンアセトニド($C_{24}H_{30}F_2O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：フルオシノロンアセトニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約20分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル5mgずつをアセトニトリル50mLに溶かし，更に水を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は1.9以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

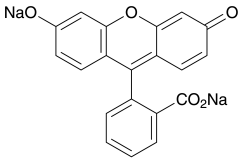
貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

フルオレセインナトリウム

Fluorescein Sodium



$C_{20}H_{10}Na_2O_5$：376.27

Disodium 2-(6-oxido-3-oxo-3*H*-xanthen-9-yl)benzoate

[*518-47-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フルオレセインナトリウム($C_{20}H_{10}Na_2O_5$)98.5%以上を含む．

性状　本品はだいだい色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)は緑色の強い蛍光を発し，この蛍光は多量の水を加えても消えないが，塩酸を加えて酸性にするとき消え，次に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，蛍光は再び現れる．

（2）　本品の水溶液(1→2000)1滴をろ紙片に滴下するとき，黄色の斑点を生じる．このろ紙片を湿ったまま臭素蒸気中に1分間放置し，次にアンモニアガスに接触するとき，斑点は赤色を呈する．

（3）　本品0.5gを強熱して炭化し，冷後，残留物に水20mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1gを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.15gを水20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて30mLとし，ろ過する．ろ液20mLに希硝酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.355%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20gを水30mLに溶かし，希塩酸2.5mL及び水を加えて40mLとし，ろ過する．ろ液20mLに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下)．

（4）　亜鉛　本品0.10gを水10mLに溶かし，塩酸2mLを加えてろ過する．ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液0.1mLを加えるとき，液は直ちに混濁を生じない．

（5）　類縁物質　本品0.20gをとり，メタノール10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)(30：15：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾するとき，主スポット以外の着色スポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0%以下(1g，105℃，恒量)．

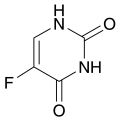
定量法　本品約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水20mLに溶かし，希塩酸5mLを加え，2－メチル－1－プロパノール／クロロホルム混液(1：1)20mLずつで4回抽出する．各抽出液は毎回同じ水10mLで洗う．全抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら，2－メチル－1－プロパノール及びクロロホルムを蒸発し，残留物をエタノール(99.5)10mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥し，質量を量り，フルオレセイン($C_{20}H_{12}O_5$：332.31)の量とする．

フルオレセインナトリウム($C_{20}H_{10}Na_2O_5$)の量(mg)
＝フルオレセイン($C_{20}H_{12}O_5$)の量(mg)×1.132

貯法　容器　気密容器．

フルオロウラシル

Fluorouracil



$C_4H_3FN_2O_2$：130.08

5-Fluorouracil

[*51-21-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオロウラシル($C_4H_3FN_2O_2$)98.5％以上を含み，また，フッ素(F：19.00)13.1～16.1%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約282℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに臭素試液0.2mLを加えるとき，試液の色は消える．更に水酸化バリウム試液2mLを加えるとき，紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水20mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　フッ化物　本品0.10gをとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)10.0mLに溶かす．この液5.0mLを20mLのメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試

液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)10mLを加え，更に水を加えて20mLとした後，1時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液1.0mLを20mLのメスフラスコにとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)10mLを加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長600nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(0.012%以下).

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，750～850℃で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（5） 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水混液(7：4：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，減圧，80℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法

（1） フルオロウラシル 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

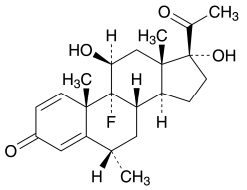
0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝13.01mg $C_4H_3FN_2O_2$

（2） フッ素 本品を乾燥し，その約4mgを精密に量り，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う.

貯法 容器 気密容器.

フルオロメトロン

Fluorometholone



$C_{22}H_{29}FO_4$：376.46

9-Fluoro-11β,17-dihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione

[*426-13-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオロメトロン($C_{22}H_{29}FO_4$)97.0～103.0%を含む.

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品はピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はテトラヒドロフランに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品7mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

（2） 本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオロメトロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオロメトロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋52～＋60°(乾燥後，0.1g，ピリジン，10mL，100mm).

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） 類縁物質 本品20mgをテトラヒドロフラン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／アセトン／メタノール混液(45：5：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.2g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.2g，白金るつぼ).

定量法　本品及びフルオロメトロン標準品を乾燥し，その約0.1gずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに薄めたメタノール(7→10)を加え，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(7→10)を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオロメトロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フルオロメトロン($C_{22}H_{29}FO_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：フルオロメトロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール(7→10)

流量：フルオロメトロンの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルオロメトロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

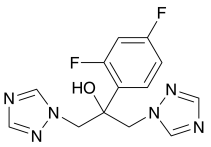
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

フルコナゾール

Fluconazole



$C_{13}H_{12}F_2N_6O$：306.27

2-(2,4-Difluorophenyl)-1,3-bis(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)propan-2-ol

[*86386-73-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルコナゾール($C_{13}H_{12}F_2N_6O$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.1gを希塩酸10mLに溶かし，ライネッケ塩試液1mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→4000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　137～141℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本品30mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルコナゾールに対する相対保持時間約0.60の類縁物質Ⅰのピーク面積は，標準溶液のフルコナゾールのピーク面積の6倍より大きくなく，試料溶液のフルコナゾール及び類縁物質Ⅰ以外のピークの面積は，標準溶液のフルコナゾールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のフルコナゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルコナゾールのピーク面積の8倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)

流量：フルコナゾールの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルコナゾールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たフルコナゾールのピーク面積が，標準溶液のフルコナゾールのピーク面積の35～65%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルコナゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，フルコナゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

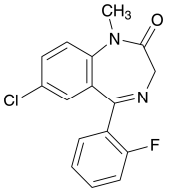
定量法 本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝15.31mg $C_{13}H_{12}F_2N_6O$

貯法 容器 気密容器.

フルジアゼパム

Fludiazepam



$C_{16}H_{12}ClFN_2O$：302.73

7-Chloro-5-(2-fluorophenyl)-1-methyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*3900-31-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルジアゼパム($C_{16}H_{12}ClFN_2O$)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する.

（2） 本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（4） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する.

融点〈2.60〉 91～94℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gをジエチルエーテル50mLに溶かし，水50mLを加えて振り混ぜ，水層を分取してジエチルエーテル20mLずつで2回洗った後，水層をろ過する．ろ液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／酢酸エチル混液(10：7)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.30%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g，白金るつぼ).

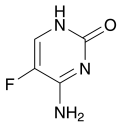
定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.28mg $C_{16}H_{12}ClFN_2O$

貯法 容器 気密容器.

フルシトシン

Flucytosine



$C_4H_4FN_3O$：129.09

5-Fluorocytosine

[*2022-85-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルシトシン($C_4H_4FN_3O$)98.5％以上を含み，また，フッ素(F：19.00)14.0～15.5%を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水にやや溶けにくく，メタノール，エタノール(95)，無水酢酸又は酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける.

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．本品はやや吸湿性である．

融点：約295℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに臭素試液0.2mLを加えるとき，試液の黄褐色は直ちに消える．更に水酸化バリウム試液2mLを加えるとき，紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.1gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水100mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水80mLを加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，この液40mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下).

（3）　フッ化物　本品0.10gをとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)10.0mLに溶かす．この液5.0mLを20mLのメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)10mLを加え，更に水を加えて20mLとした後，1時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液4.0mLを20mLのメスフラスコにとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)10mLを加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長600nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(0.048%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（6）　類縁物質　本品50mgを薄めたメタノール(1→2)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(5：3：2)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法

（1）　フルシトシン　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)40mLを加え，更に無水酢酸100mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法).同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝12.91mg $C_4H_4FN_3O$

（2）　フッ素　本品を乾燥し，その約10mgを精密に量り，0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯法

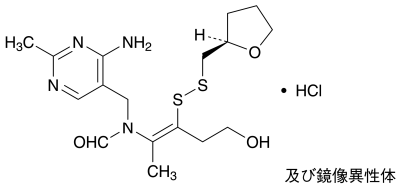
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

フルスルチアミン塩酸塩

Fursultiamine Hydrochloride

塩酸フルスルチアミン



$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl：435.00

N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-*N*-{(1*Z*)-4-hydroxy-1-methyl-2-[(2*RS*)-tetrahydrofuran-2-ylmethyldisulfanyl]but-1-en-1-yl}formamide monohydrochloride

[*804-30-8*，フルスルチアミン]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フルスルチアミン塩酸塩($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgを0.1mol/L塩酸試液6mLに溶かし，亜鉛粉末0.1gを加え，数分間放置した後，ろ過する．ろ液3mLに水酸化ナトリウム試液3mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え，次に2－メチル－1－プロパノール5mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，2－メチル－1－プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2）　本品をデシケーター(減圧，酸化リン(Ⅴ))で24時間乾

燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥したフルスルチアミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かした後，水を蒸発し，残留物をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3） 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品1.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.011%以下).

（3） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルスルチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルスルチアミンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液10μLから得たフルスルチアミンのピーク高さが20～30mmになるように調整する．

面積測定範囲：フルスルチアミンの保持時間の約3倍の範囲

水分〈2.48〉 5.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びフルスルチアミン塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約55mgずつを精密に量り，それぞれを水50mLに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，水を加えて100mLとする．この液8mLずつに水を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルスルチアミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フルスルチアミン塩酸塩($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したフルスルチアミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 4－アミノ安息香酸イソプロピルのエタノール(95)溶液(3→400)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.01gを薄めた酢酸(100)(1→100)1000mLに溶かす．この液675mLにメタノール／アセトニトリル混液(3：2)325mLを加える．

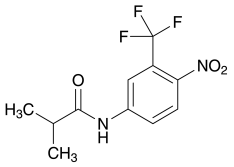
流量：フルスルチアミンの保持時間が約9分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルスルチアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が10以上のものを用いる．

貯法 容器 気密容器.

フルタミド

Flutamide



$C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$：276.21

2-Methyl-*N*-[4-nitro-3-(trifluoromethyl) phenyl] propanamide

[*13311-84-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルタミド($C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$)98.5～101.5%を含む．

性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルタミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルタミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉 109～113℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２）　類縁物質　本品40mgをメタノール50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，フルタミド以外のピークの量は0.3%以下である．また，フルタミド以外のピークの合計量は0.5%以下である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルタミドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液1mLを量り，メタノールを加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たフルタミドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のフルタミドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルタミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（３）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びフルタミド標準品を乾燥し，その約40mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に25mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するフルタミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

フルタミド($C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：フルタミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　テストステロンのメタノール溶液(9→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(7：4)

流量：フルタミドの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

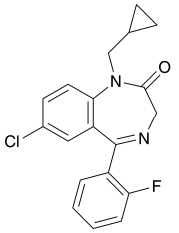
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルタミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するフルタミドのピーク高さの比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

フルトプラゼパム

Flutoprazepam



$C_{19}H_{16}ClFN_2O$：342.79

7-Chloro-1-cyclopropylmethyl-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*25967-29-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸エチルに溶けやすく，エタノール(99.5)又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品2mgを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)200mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　118～122℃

純度試験

（１）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液20mLをとり，希硝酸6mL及び水を加え50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下)．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品0.10gを酢酸エチル20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(3：2)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットよりも濃くない．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.20%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.28mg $C_{19}H_{16}ClFN_2O$

貯法 容器 密閉容器.

フルトプラゼパム錠

Flutoprazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するフルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$：342.79)を含む.

製法 本品は「フルトプラゼパム」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「フルトプラゼパム」10mgに対応する量をとり，硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)20mLを加え，よく振り混ぜた後，硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)を加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLをとり，硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240～244nm，279～285nm及び369～375nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，移動相60mLを加えて15分間振り混ぜて崩壊させ，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1mL中にフルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)約20μgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する.

フルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 1000$

M_S：定量用フルトプラゼパムの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)約2.2μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用フルトプラゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

フルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用フルトプラゼパムの秤取量(mg)

C：1錠中のフルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルトプラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)約2mgに対応する量を精密に量り，移動相60mLを加え，15分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用フルトプラゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

フルトプラゼパム($C_{19}H_{16}ClFN_2O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$

M_S：定量用フルトプラゼパムの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

リカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(3：1)

流量：フルトプラゼパムの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルトプラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．

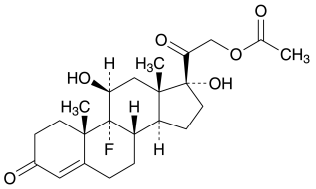
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

フルドロコルチゾン酢酸エステル

Fludrocortisone Acetate

酢酸フルドロコルチゾン



$C_{23}H_{31}FO_6$：422.49

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-acetate

[*514-36-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルドロコルチゾン酢酸エステル($C_{23}H_{31}FO_6$)97.5～102.5%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約220℃(分解)．

確認試験

（1）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋131～＋138°(乾燥後，0.1g，アセトン，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン混液(13：7)

流量：フルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の4.0～6.0%になることを確認する．

システムの性能：本品及び酢酸ヒドロコルチゾン2mgずつを移動相50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル，フルドロコルチゾン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，100℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．これらの液4mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長238nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

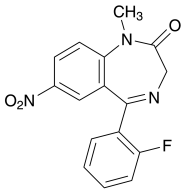
フルドロコルチゾン酢酸エステル($C_{23}H_{31}FO_6$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　密閉容器.

フルニトラゼパム

Flunitrazepam



$C_{16}H_{12}FN_3O_3$：313.28
5-(2-Fluorophenyl)-1-methyl-7-nitro-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one
[*1622-62-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルニトラゼパム($C_{16}H_{12}FN_3O_3$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である.
本品は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験
（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　168～172℃

純度試験
（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液20mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.022%以下).
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを白金るつぼにとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).
（3）　類縁物質　本品50mgをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／ジエチルエーテル／アンモニア水(28)混液(200：100：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

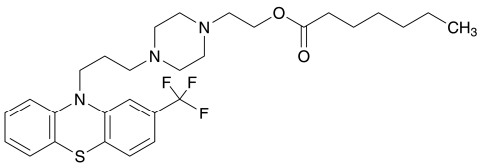
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.33mg $C_{16}H_{12}FN_3O_3$

貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　気密容器.

フルフェナジンエナント酸エステル

Fluphenazine Enanthate
エナント酸フルフェナジン



$C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$：549.69
2-(4-{3-[2-(Trifluoromethyl)-10*H*-phenothiazin-10-yl]propyl}piperazin-1-yl)ethyl heptanoate
[*2746-81-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルフェナジンエナント酸エステル($C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$)98.5%以上を含む.

性状　本品は淡黄色～帯黄だいだい色の粘稠な液で，通例，澄明であるが，結晶を生じて不透明となることがある.
本品はメタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

確認試験
（1）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.
（2）　本品2mgを塩酸のメタノール溶液(17→2000)200mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のと

ころに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（２）　類縁物質　本品0.25gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／ヘキサン／アンモニア水(28)混液(16：6：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板に薄めた硫酸(1→2)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.49mg $C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$

貯法

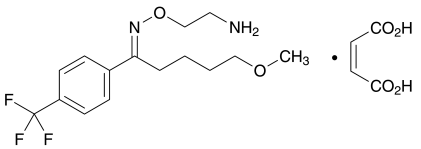
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

フルボキサミンマレイン酸塩

Fluvoxamine Maleate

マレイン酸フルボキサミン



$C_{15}H_{21}F_3N_2O_2 \cdot C_4H_4O_4$：434.41

5-Methoxy-1-[4-(trifluoromethyl)phenyl]pentan-1-one

(*E*)-*O*-(2-aminoethyl)oxime monomaleate

[*61718-82-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2 \cdot C_4H_4O_4$)98.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

確認試験

（１）　本品10mgを水5mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液を加えて中和した後，ニンヒドリン試液1mLを加え，60～70℃の水浴中で5分間加温するとき，液は青紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルボキサミンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルボキサミンマレイン酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

融点〈*2.60*〉　120～124℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下).

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.017%以下).

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，アルミナ製セラミックるつぼを用い，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（５）　類縁物質　本品20mgを液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルボキサミンのピークに対する相対保持時間約0.76，約0.82，約0.89，約1.58及び約1.66のピーク面積は，標準溶液のフルボキサミンのピーク面積のそれぞれ1／5，3／10，7／10，1／10及び1／10より大きくない．また，試料溶液のフルボキサミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルボキサミンのピーク面積の1.5倍より大きくない．ただし，フルボキサミンに対する相対保持時間約0.76，約0.89，約1.58及び約1.66のピークの面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.87，2.00，0.67及び2.76を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム12.67g及び1－ヘプ

タンスルホン酸ナトリウム0.85gを水900mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液300mLに液体クロマトグラフィー用メタノール700mLを加える．

流量：フルボキサミンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からフルボキサミンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たフルボキサミンのピーク面積が，標準溶液のフルボキサミンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルボキサミンのピークの理論段数及びシンメントリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルボキサミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（6） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.1%以下(1g，減圧，50℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品及びフルボキサミンマレイン酸塩標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを移動相10mLに溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルボキサミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルアミンのメタノール溶液(7→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム3.8g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム0.8gを水に溶かし，300mLとし，メタノール700mLを加えた後，リン酸を加えてpH3.5に調整する．

流量：フルボキサミンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルボキサミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルボキサミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

フルボキサミンマレイン酸塩錠

Fluvoxamine Maleate Tablets

マレイン酸フルボキサミン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するフルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$：434.41)を含む．

製法　本品は「フルボキサミンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

本品を粉末とし，表示量に従い「フルボキサミンマレイン酸塩」0.1gに対応する量をとり，水50mLを加えて振り混ぜ，放置した後，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液0.5mLに水50mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長243～247nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水4mLを加えて超音波処理により粒子を小さく分散させた後，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に50mLとし，ろ過する．フルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)約6mgに対応する容量のろ液V mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 6 / V$

M_S：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルアミンの液体クロマトグラフィー用メタノール溶液(3→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は80%以上である．

本品１個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)約20μgを含む液となるよう

に水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にフルボキサミンマレイン酸塩標準品(別途「フルボキサミンマレイン酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長245nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のフルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品10個をとり，水20mLを加えて超音波処理により粒子を小さく分散させた後，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に250mLとし，ろ過する．フルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)約6mgに対応する容量のろ液V mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にフルボキサミンマレイン酸塩標準品(別途「フルボキサミンマレイン酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)に溶かし，正確に25mLとする．この液3mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，液体クロマトグラフィー用メタノール／水混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルボキサミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のフルボキサミンマレイン酸塩($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / V$

M_S：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルアミンの液体クロマトグラフィー用メタノール溶液(3→1000)

試験条件

「フルボキサミンマレイン酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

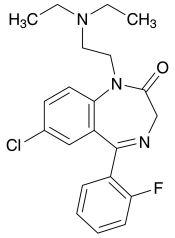
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フルボキサミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルボキサミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

フルラゼパム

Flurazepam



$C_{21}H_{23}ClFN_3O$：387.88

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*17617-23-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルラゼパム($C_{21}H_{23}ClFN_3O$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，無水酢酸又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸3mLに溶かし，この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，帯緑黄色の蛍光を発する．

（2）　本品0.01gをクエン酸・酢酸試液3mLに溶かし，水浴中で4分間加熱するとき，液は暗赤色を呈する．

（3）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

（4）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　79～83℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gをジエチルエーテル50mLに溶かし，水46mL及び炭酸ナトリウム試液4mLを加えて振り混ぜ，水層を分取し，ジエチルエーテル20mLずつで2回洗った後，水層をろ過する．ろ液20mLをとり，希硝酸を加えて中和した後，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下)．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 (2)のろ液20mLをとり，希塩酸を加えて中和した後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下).

（4） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（6） 類縁物質 本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液3mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／アセトン／アンモニア水(28)混液(60：40：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.20%以下(1g，減圧，60℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で第二当量点まで滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.39mg $C_{21}H_{23}ClFN_3O$

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 密閉容器.

フルラゼパムカプセル

Flurazepam Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するフルラゼパム($C_{21}H_{23}ClFN_3O$：387.88)を含む.

製法 本品は「フルラゼパム」をとり，カプセル剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「フルラゼパム」0.1gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えてかき混ぜた後，ろ過する．ろ液40mLをとり，水酸化ナトリウム溶液(1→250)80mL及びヘキサン100mLを加え，よく振り混ぜて抽出し，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．試料溶液25mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸3mLに溶かし，この液に紫外線を照射するとき，帯緑黄色の蛍光を発する.

（2） (1)の試料溶液25mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物にクエン酸・酢酸試液3mLを加えて溶かし，水浴中で4分間加熱するとき，液は暗赤色を呈する.

（3） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長315～319nmに吸収の極大を示し，297～301nmに吸収の極小を示す.

定量法 本品20個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を注意して取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．フルラゼパム($C_{21}H_{23}ClFN_3O$)約50mgに対応する量を精密に量り，メタノール30mLを加え，10分間よくかき混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液をろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液6mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用フルラゼパムを60℃で2時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液6mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長317nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

フルラゼパム($C_{21}H_{23}ClFN_3O$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

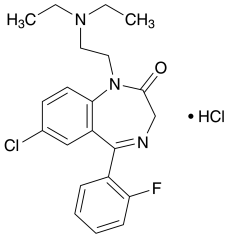
M_S：定量用フルラゼパムの秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器.

フルラゼパム塩酸塩

Flurazepam Hydrochloride

塩酸フルラゼパム



$C_{21}H_{23}ClFN_3O$・HCl：424.34

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one monohydrochloride

[*36105-20-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルラゼパム塩酸塩($C_{21}H_{23}ClFN_3O$・HCl)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水，エタノール(95)，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすい.

融点：約197℃(分解).

確認試験

（1） 本品の硫酸・エタノール試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.011%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.05gをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄層板をアンモニア蒸気を満たした容器に入れ，約15分間放置し，直ちにジエチルエーテル／ジエチルアミン混液(39：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは3個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

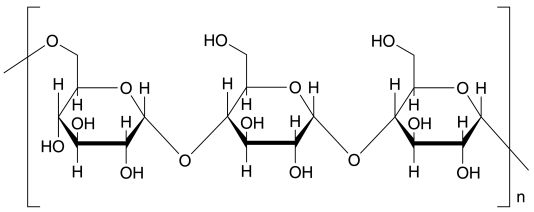
定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.22mg $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器.

プルラン

Pullulan



$(C_{18}H_{30}O_{15})_n$

Poly[6)-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranosyl-(1→]

[*9057-02-7*]

本品は*Aureobasidium pullulans*を培養するとき，菌体外に生産される中性単純多糖で，その構造はα－1,4結合による3個のグルコースよりなるマルトトリオースがα－1,6結合で繰り返し鎖状に結合したものである．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品10gを水100mLにかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき，粘稠な溶液となる．

（２）　(1)の粘稠な溶液10mLにプルラナーゼ試液0.1mLを加えて混和し，放置するとき，粘性がなくなる．

（３）　本品の水溶液(1→50)10mLにマクロゴール600 2mLを加えるとき，直ちに白色の沈殿を生じる．

粘度〈2.53〉　本品を乾燥し，その10.0gを正確に量り，水に溶かし，正確に100gとし，30±0.1℃で第1法により試験を行うとき，動粘度は100～180mm^2/sである．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品4.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下).

（２）　窒素　本品を乾燥し，その約3gを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，0.05%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は12mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は40mLとする．

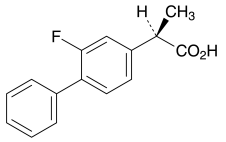
（３）　単糖類及び少糖類　本品を乾燥し，その0.8gを水100mLに溶かし，試料原液とする．試料原液1mLに塩化カリウム飽和溶液0.1mLを加えた後，メタノール3mLを加えて激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料原液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び水0.2mLずつを正確に量り，氷水中で冷却したアントロンの薄めた硫酸(3→4)溶液(1→500)5mLに静かに加えて直ちに混和し，90℃で10分間加温した後，直ちに冷却する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉に

より試験を行う．試料溶液，標準溶液及び水から得られたそれぞれの液の波長620nmにおける吸光度A_T，A_S及びA_Bを測定するとき，単糖類及び少糖類の量は10.0%以下である．

単糖類及び少糖類の量(%)＝$(A_T-A_B)/(A_S-A_B)\times 8.2$

乾燥減量〈2.41〉　6.0%以下(1g，減圧，90℃，6時間).
強熱残分〈2.44〉　0.3%以下(2g).
貯法　容器　密閉容器.

フルルビプロフェン
Flurbiprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}FO_2$：244.26
(2*RS*)-2-(2-Fluorobiphenyl-4-yl)propanoic acid
[*5104-49-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルルビプロフェン($C_{15}H_{13}FO_2$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに刺激性のにおいがある.

本品はメタノール，エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品のエタノール(95)溶液(1→50)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈2.60〉　114～117℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.6gをアセトン40mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLにアセトン40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.015%以下).

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをアセトン30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品20mgを水／アセトニトリル混液(11：9)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルルビプロフェン以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(12：7：1)

流量：フルルビプロフェンの保持時間が約20分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルルビプロフェンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たフルルビプロフェンのピーク面積が，標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の16～24%になることを確認する.

システムの性能：本品0.04g及びパラオキシ安息香酸ブチル0.02gを水／アセトニトリル混液(11：9)100mLに溶かす．この液5mLをとり，水／アセトニトリル混液(11：9)を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，フルルビプロフェンの順に溶出し，その分離度は12以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フルルビプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　0.10%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，エタノール(95)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

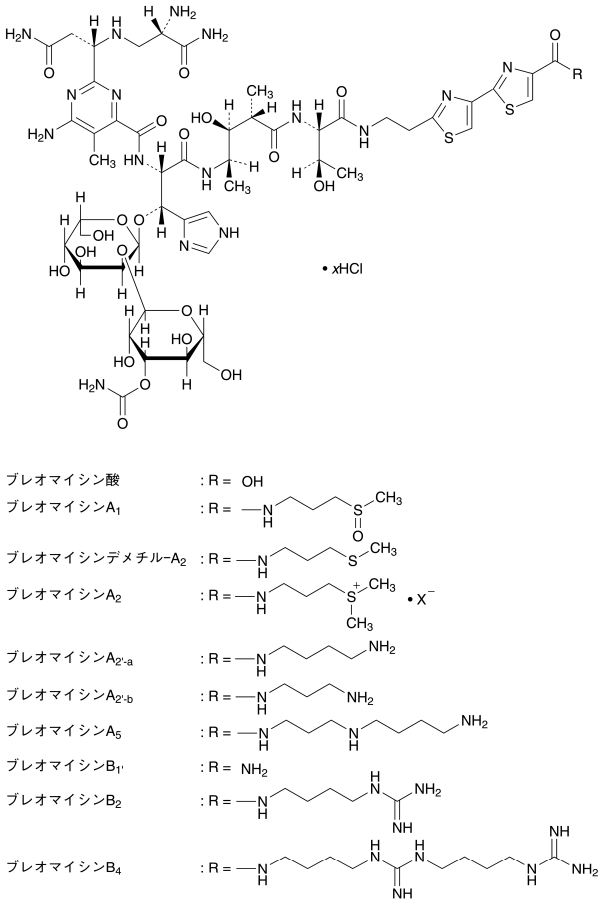
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝24.43mg $C_{15}H_{13}FO_2$

貯法　容器　密閉容器.

ブレオマイシン塩酸塩

Bleomycin Hydrochloride

塩酸ブレオマイシン



ブレオマイシン酸

1-Bleomycinoic acid hydrochloride

ブレオマイシンA_1

N^1-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンデメチル－A_2

N^1-[3-(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンA_2

N^1-[3-(Dimethylsulfonio)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン$A_{2'-a}$

N^1-(4-Aminobutyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン$A_{2'-b}$

N^1-(3-Aminopropyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンA_5

N^1-{3-[(4-Aminobutyl)amino]propyl}bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン$B_{1'}$

Bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンB_2

N^1-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンB_4

N^1-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-bleomycinamide hydrochloride

[*11056-06-7*，ブレオマイシン]

本品は，*Streptomyces verticillus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり1400～2000μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ブレオマイシンA_2($C_{55}H_{84}ClN_{17}O_{21}S_3$：1451.00)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品4mgをとり，硫酸銅(Ⅱ)試液5μL及び水を加えて溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

成分含量比　本品10mgを水20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ブレオマイシンA_2(最初の主ピーク成分)は55～70%，ブレオマイシンB_2(2番目の主ピーク成分)は25～32%，ブレオマイシンA_2とブレオマイシンB_2の和は85%以上，デメチルブレオマイシンA_2(ブレオマイシンA_2に対する相対保持時間が1.5～2.5)は5.5%以下，その他のピークの合計は9.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相原液：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム0.96g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物1.86gを水1000mL及び酢酸(100)5mLに溶かし，アンモニア試液を加えてpH4.3に調整する．

移動相A：移動相原液／メタノール混液(9：1)

移動相B：移動相原液／メタノール混液(3：2)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分約1.2mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルブレオマイシンA_2溶出後20分の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブレオマイシンA_2，ブレオマイシンB_2の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：試料溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブレオマイシンA_2のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品80mgを水4mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅　本品75mgを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別に銅標準液15mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない(200ppm以下).

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(60mg，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607を用いる．

(ii) 種層用カンテン培地，基層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地

グリセリン	10.0g
ペプトン	10.0g
肉エキス	10.0g
塩化ナトリウム	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.9～7.1とする．pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

(iii) 試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0g
ペプトン	10.0g
肉エキス	10.0g
塩化ナトリウム	3.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpHは6.9～7.1とする．pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

(iv) 種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地に27℃で40～48時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地100mLに移植し，25～27℃で5日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は5℃以下に保存し，14日以内に使用する．試験菌液0.5mLを，48℃に保った種層用カンテン培地100mLに加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

(v) 円筒カンテン平板の調製　「1.7.円筒カンテン平板の調製」を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は5.0mL，種層カンテン培地の量は8.0mLとする．

(vi) 標準溶液　ブレオマイシンA_2塩酸塩標準品適量をとり，減圧下(0.67kPa以下)，常温で3時間乾燥し，その約15mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び15μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

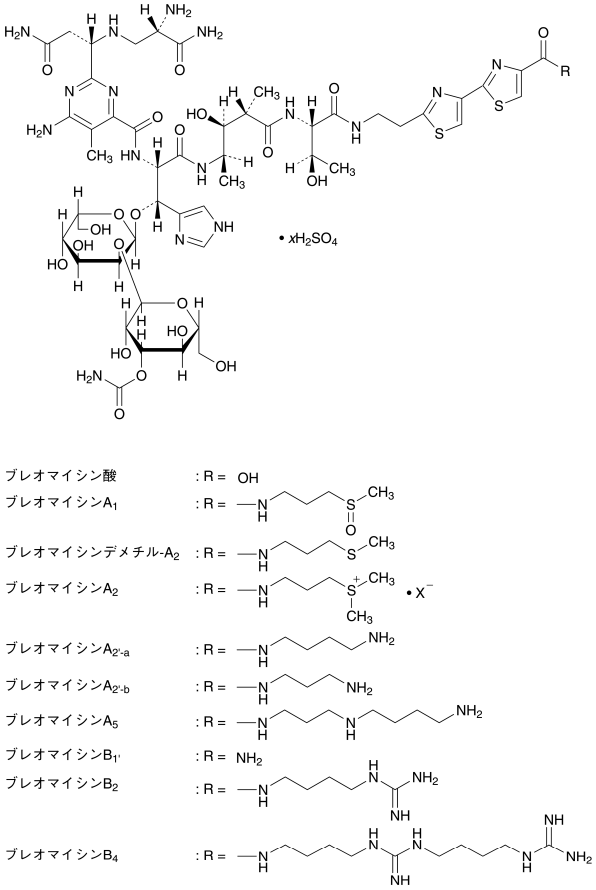
(vii) 試料溶液　本品約15mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び15μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

ブレオマイシン硫酸塩

Bleomycin Sulfate

硫酸ブレオマイシン



ブレオマイシン酸

1-Bleomycinoic acid sulfate

ブレオマイシンA_1

N^1-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンデメチル－A_2

N^1-[3-(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンA_2

N^1-[3-(Dimethylsulfonium)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン$A_{2'-a}$

N^1-(4-Aminobutyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン$A_{2'-b}$

N^1-(3-Aminopropyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンA_5

N^1-{3-[(4-Aminobutyl)amino]propyl}bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン$B_{1'}$

Bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンB_2

N^1-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンB_4

N^1-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-bleomycinamide sulfate

[*9041-93-4*，ブレオマイシン硫酸塩]

本品は，*Streptomyces verticillus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり1400～2000μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ブレオマイシンA_2($C_{55}H_{84}ClN_{17}O_{21}S_3$：1451.00)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品4mgをとり，硫酸銅(Ⅱ)試液5μL及び水を加えて溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→200)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品10mgを水20mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

成分含量比　本品10mgを水20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ブレオマイシンA_2(最初の主ピーク成分)は55～70%，ブレオマイシンB_2(2番目の主ピーク成分)は25～32%，ブレオマイシンA_2とブレオマイシンB_2の和は85%以上，デメチルブレオマイシンA_2(ブレオマイシンA_2に対する相対保持時間が1.5～2.5)は5.5%以下，その他のピークの量の合計は9.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相原液：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム0.96g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物1.86gを水1000mL及び酢酸(100)5mLに溶かし，アンモニア試液を加えてpH4.3に調整する．

移動相A：移動相原液／メタノール混液(9：1)

移動相B：移動相原液／メタノール混液(3：2)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分1.2mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルブレオマイシンA_2溶出後20分の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブレオマイシンA_2，ブレオマイシンB_2の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：試料溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ブレオマイシンA_2のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品80mgを水4mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅　本品75mgを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)10mLを加えて溶かし，試料溶液とする．別に銅標準液15mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない(200ppm以下).

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(60mg，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607を用いる．

（ii） 種層用カンテン培地，基層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地

グリセリン	10.0g
ペプトン	10.0g
肉エキス	10.0g
塩化ナトリウム	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpH〈*2.54*〉は6.9～7.1とする．pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iii） 試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0g
ペプトン	10.0g
肉エキス	10.0g
塩化ナトリウム	3.0g
水	1000mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後のpH〈*2.54*〉は6.9～7.1とする．pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iv） 種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地に27℃で40～48時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地100mLに移植し，25～27℃で5日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は5℃以下に保存し，14日以内に使用する．試験菌液0.5mLを，48℃に保った種層用カンテン培地100mLに加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（v） 円筒カンテン平板の調製　「1.7.円筒カンテン平板の調製」を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は5.0mL，また，種層カンテン培地の量は8.0mLとする．

（vi） 標準溶液　ブレオマイシンA_2塩酸塩標準品適量をとり，減圧下(0.67kPa以下)，常温で3時間乾燥し，その約15mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び15μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

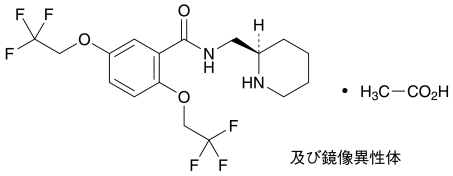
（vii） 試料溶液　本品約15mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び15μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

フレカイニド酢酸塩

Flecainide Acetate

酢酸フレカイニド



$C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$：474.39

N-[(2*RS*)-Piperidin-2-ylmethyl]-2,5-bis(2,2,2-trifluoroethoxy)benzamide monoacetate

[*54143-56-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおい又はわずかに酢酸様のにおいがある．

本品はメタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→25)は旋光性を示さない．

融点：約150℃(分解).

確認試験

（1） 本品20mgを水1mLに溶かし，アセトアルデヒド溶液(1→20)1mLを加えて振り混ぜる．この液にペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物溶液(1→10)及び炭酸水素ナトリウム試液をそれぞれ1～2滴ずつ同時に加えるとき，青色の沈殿を生じる．

（２）　本品のエタノール(95)溶液(13→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品は酢酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.5gを水20mLに溶かした液のpHは6.7～7.1である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.25gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを磁製のるつぼにとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硫酸2mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，以下第2法により操作し，試験を行う．比較液は硫酸2mL及び塩酸2mLを磁製のるつぼにとり，水浴上で蒸発させ，更に砂浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，以下検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（３）　2－アミノメチルピペリジン　本品0.25gを正確に量り，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に2－アミノメチルピペリジン50mgを正確に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／アンモニア水(28)混液(20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのメタノール溶液(1→500)を均等に噴霧した後，105℃で2～5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（４）　類縁物質　本品0.25gを水／アセトニトリル混液(71：29)25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(71：29)を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(71：29)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフレカイニド以外のピークの面積は，標準溶液のフレカイニドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のフレカイニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレカイニドのピーク面積の2.5倍より大きくない．ただし，フレカイニドに対する相対保持時間約1.5及び約2.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.3及び1.7を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)／テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液混液(142：58：2：1)にアンモニア水(28)を加えてpH5.8に調整する．

流量：フレカイニドの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフレカイニドの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(71：29)を加えて正確に10mLとする．この液20 μLから得たフレカイニドのピーク面積が，標準溶液のフレカイニドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，フレカイニドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フレカイニドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（５）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝47.44mg $C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

フレカイニド酢酸塩錠

Flecainide Acetate Tablets

酢酸フレカイニド錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するフレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$：474.39)を含む．

製法　本品は「フレカイニド酢酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「フレカイニド酢酸塩」0.2gに対応する量をとり，メタノール4mLを加えて20分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にフレカイニド酢酸塩0.1gをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつ

を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／アンモニア水(28)混液(20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，乳酸溶液(1→500)4V／5 mLを加え，超音波処理して錠剤を完全に崩壊させる．時々振り混ぜながら30分間放置した後，1mL中にフレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)約1mgを含む液となるように乳酸溶液(1→500)を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，乳酸溶液(1→500)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$

M_S：定量用フレカイニド酢酸塩の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用フレカイニド酢酸塩を60℃で2時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長296nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用フレカイニド酢酸塩の秤取量(mg)
C：1錠中のフレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)約0.1gに対応する量を精密に量り，乳酸溶液(1→500)80mLを加え，5分間超音波処理を行った後，乳酸溶液(1→500)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，乳酸溶液(1→500)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用フレカイニド酢酸塩を60℃で2時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約25mgを精密に量り，乳酸溶液(1→500)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，乳酸溶液(1→500)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長296nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

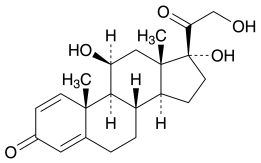
フレカイニド酢酸塩($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3$・$C_2H_4O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 4$

M_S：定量用フレカイニド酢酸塩の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

プレドニゾロン

Prednisolone



$C_{21}H_{28}O_5$：360.44
11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione
[*50-24-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，酢酸エチル又はクロロホルムに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

融点：約235℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，2～3分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して，水10mLを加えるとき，液は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプレドニゾロン標準品をそれぞれ酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋113～＋119°(乾燥後，0.2g，エタノール(95)，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　セレン　本品0.10gに過塩素酸／硫酸混液(1：1)0.5mL及び硝酸2mLを加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸4mLを加えた後，更に水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセレン標準液3mLを正確に量り，過塩素酸／硫酸混液(1：1)0.5mL及び硝酸6mLを加えた後，更に水を加えて正確に50mLとし，標準溶

液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれA_T及びA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(30ppm以下).

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約1000℃とする．

キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（２）　類縁物質　本品20mgにメタノール／クロロホルム混液(1：1)2mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン20mg及び酢酸プレドニゾロン10mgをとり，それぞれをメタノール／クロロホルム混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／トルエン／ジエチルアミン混液(55：45：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する(ただし，展開槽にろ紙を入れない)．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液には，主スポット，ヒドロコルチゾン及び酢酸プレドニゾロン以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びプレドニゾロン標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール50mLに溶かし，内標準溶液25mLずつを正確に加え，メタノールを加えて100mLとする．この液1mLずつを量り，それぞれに移動相を加えて10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：プレドニゾロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：247nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(13：7)

流量：プレドニゾロンの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品25mg及びヒドロコルチゾン25mgをメタノール100mLに溶かす．この液1mLに移動相を加えて10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン，プレドニゾロンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

プレドニゾロン錠

Prednisolone Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するプレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$：360.44)を含む．

製法　本品は「プレドニゾロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（１）　本品を粉末とし，表示量に従い「プレドニゾロン」0.05gに対応する量をとり，クロロホルム10mLを加えて15分間振り混ぜてろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を105℃で1時間乾燥し，このものにつき，「プレドニゾロン」の確認試験(1)を準用する．

（２）　(1)の残留物及びプレドニゾロン標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれを酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水10mLを加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール50mLを加え，30分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，1mL中にプレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)約10μgを含む液となるようにメタノールを加え，正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，水10mL及びメタノール50mLを加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長242nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/10$

M_S：プレドニゾロン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は

70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長242nm付近の吸収極大の波長における吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 45$

M_S：プレドニゾロン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のプレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)約5mgに対応する量を精密に量り，水1mLを加えて穏やかに振り混ぜる，更に内標準溶液5mLを正確に加え，メタノール15mLを加え，20分間激しく振り混ぜる．この液1mLに移動相を加えて10mLとし，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，内標準溶液25mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとする．この液1mLに移動相を加えて10mLとし，標準溶液とする．以下「プレドニゾロン」の定量法を準用する．

プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

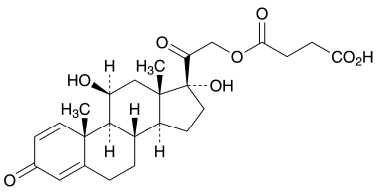
M_S：プレドニゾロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→2000)

貯法　容器　気密容器．

プレドニゾロンコハク酸エステル

Prednisolone Succinate
コハク酸プレドニゾロン



$C_{25}H_{32}O_8$：460.52
11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione
21-(hydrogen succinate)
[*2920-86-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロンコハク酸エステル($C_{25}H_{32}O_8$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の微細な結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：約205℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，2～3分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水10mLを加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプレドニゾロンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋114～＋120°(乾燥後，67mg，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品0.10gをメタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン30mgをメタノールに溶かし，正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，6時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びプレドニゾロンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長242nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プレドニゾロンコハク酸エステル($C_{25}H_{32}O_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

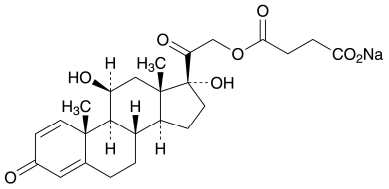
M_S：プレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム

Prednisolone Sodium Succinate for Injection

注射用コハク酸プレドニゾロンナトリウム



$C_{25}H_{31}NaO_8$：482.50

Monosodium 11β,17,21-trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-succinate

[*1715-33-9*]

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム($C_{25}H_{31}NaO_8$)72.4～83.2%を含み，表示量の90.0～110.0%に対応するプレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$：360.44)を含む．

本品はプレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の量で表示する．

製法　本品は「プレドニゾロンコハク酸エステル」をとり，「乾燥炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加え，注射剤の製法により製する．

ただし，適当な緩衝剤を加える．

性状　本品は白色の粉末又は多孔質の軽い塊である．

本品は水に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，2～3分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水10mLを加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gをメタノール1mLに溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.1gを水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし，10分間放置する．析出した沈殿をろ過し，ろ液に希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，薄めたアンモニア試液(1→10)を加えてpH約6に調整し，塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水40mLに溶かした液のpHは6.5～7.2である．

純度試験　溶状　本品0.25gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.15g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)1mg対応量当たり2.4EU未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品につき，プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)約0.1gに対応する個数をとり，それぞれの内容物を薄めたメタノール(1→2)に溶かし，100mLのメスフラスコに移す．各々の容器は，薄めたメタノール(1→2)で洗い，洗液は先の液に合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にプレドニゾロンコハク酸エステル標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で6時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えて振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム($C_{25}H_{31}NaO_8$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.048$

プレドニゾロン($C_{21}H_{28}O_5$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 0.783$

M_S：プレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール(1→2)溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム0.32g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.22g及びリン酸二水素カリウム6.94gを水1000mLに溶かす．この液840mLにメタノール1160mLを加える．

流量：プレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

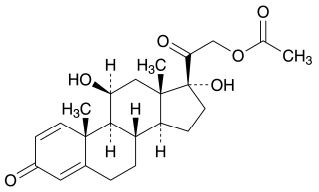
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

プレドニゾロン酢酸エステル

Prednisolone Acetate

酢酸プレドニゾロン



$C_{23}H_{30}O_6$：402.48

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate

[*52-21-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン酢酸エステル($C_{23}H_{30}O_6$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はクロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約235℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，2～3分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水10mLを加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾロン酢酸エステル標準品のスペクトルを4000～650cm^{-1}の範囲で比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプレドニゾロン酢酸エステル標準品をそれぞれエタノール(99.5)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋128～＋137°(乾燥後，70mg，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品0.20gにクロロホルム／メタノール混液(9：1)10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン，酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン20mgずつをとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)10mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／ジエチルエーテル／メタノール／水混液(385：75：40：6)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．また，試料溶液には，主スポット，プレドニゾロン，酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びプレドニゾロン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール60mLに溶かし，次に内標準溶液2mLずつを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するプレドニゾロン酢酸エステルのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

プレドニゾロン酢酸エステル($C_{23}H_{30}O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：プレドニゾロン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(3→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)

流量：プレドニゾロン酢酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

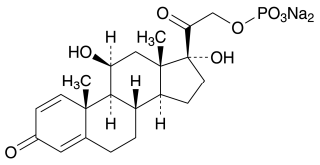
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するプレドニゾロン酢酸エステルのピーク高さの比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム

Prednisolone Sodium Phosphate

リン酸プレドニゾロンナトリウム



$C_{21}H_{27}Na_2O_8P$：484.39

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(disodium phosphate)

[*125-02-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム($C_{21}H_{27}Na_2O_8P$)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の粉末である.

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品1.0gを少量の硫酸で潤し，徐々に加熱して灰化する．冷後，残留物を希硝酸10mLに溶かし，水浴中で30分間加熱する．冷後，必要ならばろ過する．この液はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　本品2mgを硫酸2mLに溶かし，2分間放置するとき，液は暗赤色を呈し，蛍光を発しない.

（3）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（5）　(1)で得た液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋96～＋103°（脱水物に換算したもの1g，pH7.0のリン酸塩緩衝液，100mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.5～9.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液3.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.4mLの混液に薄めた塩酸(1→40)を加えて10mLとした液2.5mLをとり，薄めた塩酸(1→40)を加えて100mLとする.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(40ppm以下).

（3）　遊離リン酸　本品約0.25gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液5mLずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に25mLとし，20±1℃で30分間放置する．これらの液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長740nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は1.0%以下である.

遊離リン酸(H_3PO_4)の量(%)＝$1/M \times A_T/A_S \times 258.0$

M：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

（4）　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプレドニゾロンリン酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のプレドニゾロンリン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の2.5倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし1000mLとし，リン酸を加えてpH2.5に調整した液1000mLにアセトニトリル250mLを加える.

流量：プレドニゾロンリン酸エステルの保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：プレドニゾロンリン酸エステルの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積が，標準溶液のプレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロンリン酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プレドニゾロンリン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（5）　残留溶媒　別に規定する.

水分〈*2.48*〉　8.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確にとり，アルカリ性ホスファターゼ試液1mLを加え，時々穏やかに振り混ぜながら2時間放置する．この液に1－オクタノール20mLを正確に加え，激しく振り混ぜる．その後，遠心分離し，1－オクタノール層10mLを正確にとり，1－オクタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，1－オクタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液6mLを正確にとり，水2mLにアルカリ性ホスファターゼ試液1mLを加え時々穏やかに振り混ぜながら2時間放置した液を加え，更に1－オクタノール14mLを正確に加え，激しく振り混ぜる．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，1－オクタノールを対照とし，

紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長245nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム($C_{21}H_{27}Na_2O_8P$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 3 \times 1.344$

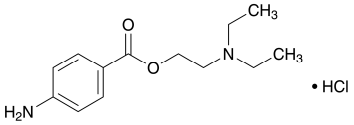
M_S：プレドニゾロン標準品の秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器.

プロカイン塩酸塩

Procaine Hydrochloride

塩酸プロカイン



$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl：272.77

2-(Diethylamino)ethyl 4-aminobenzoate monohydrochloride

[*51-05-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカイン塩酸塩($C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である.

融点〈2.60〉 155～158℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 類縁物質 本品1.0gをとり，エタノール(95)5mLを加えてよく振り混ぜて溶かし，更に水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に4－アミノ安息香酸10mgをとり，エタノール(95)に溶かし，正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)4mL及び水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジブチルエーテル／ヘキサン／酢酸(100)混液(20：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に105℃で10分間加熱する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．ただし，試料溶液の主スポットは原点に留まる.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，塩酸5mL及び水60mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する.

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝27.28mg $C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl

貯法 容器 密閉容器.

プロカイン塩酸塩注射液

Procaine Hydrochloride Injection

塩酸プロカイン注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロカイン塩酸塩($C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl：272.77)を含む.

製法 本品は「プロカイン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する.

性状 本品は無色澄明の液である.

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「プロカイン塩酸塩」0.01gに対応する容量をとり，水を加えて1000mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長219～223nm及び289～293nmに吸収の極大を示す.

（2） 本品は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉 3.3～6.0

エンドトキシン〈4.01〉 0.02EU/mg未満．ただし，脊髄腔内に投与する製品に適用する.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法 本品のプロカイン塩酸塩($C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl)約20mgに対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロカインをデシケーター(シリカゲル)で4

時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロカイン塩酸塩($C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2/5$

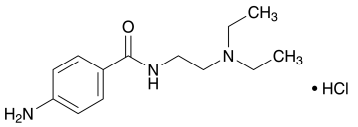
M_S：定量用塩酸プロカインの秤取量(mg)

内標準溶液　カフェインの移動相溶液(1→1000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH3.0に調整する．1－ペンタンスルホン酸ナトリウムが0.1%になるようにこの液を加えた溶液800mLにメタノール200mLを加える．
流量：プロカインの保持時間が約10分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

プロカインアミド塩酸塩

Procainamide Hydrochloride
塩酸プロカインアミド



$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79
4-Amino-*N*-(2-diethylaminoethyl)benzamide monohydrochloride
[*614-39-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．
本品は吸湿性である．

確認試験
（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である．

融点〈*2.60*〉　165～169℃

純度試験
（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．
（4）　類縁物質　本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロカインアミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロカインアミドのピーク面積より大きくない．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長270nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(9：1)
流量：プロカインアミドの保持時間が約9分になるように調整する．
面積測定範囲：プロカインアミドの保持時間の約2倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たプロカインアミドのピーク面積が，標準溶液のプロカインアミドのピーク面積の40～60%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカインアミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロカインアミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.3%以下(2g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(2g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.18mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

貯法 容器 気密容器.

プロカインアミド塩酸塩錠

Procainamide Hydrochloride Tablets

塩酸プロカインアミド錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79)を含む.

製法 本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1.5gに対応する量をとり，水30mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする. 試料溶液0.2mLに希塩酸1mL及び水4mLを加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加え，超音波処理により完全に崩壊させた後，1mL中にプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)約2.5mgを含む液となるようにpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，5分間かき混ぜる. この液を遠心分離した後，上澄液1mLを正確に量り，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に250mLとし，試料溶液とする. 以下定量法を準用する.

プロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$

M_S：定量用塩酸プロカインアミドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液30mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する. 初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)約7μgを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする. 別に定量用塩酸プロカインアミドを105℃で4時間乾燥し，その約0.125gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする. この液5mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長278nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

プロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：定量用塩酸プロカインアミドの秤取量(mg)

C：1錠中のプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)の表示量(mg)

定量法 本品10個をとり，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液約300mLを加え，超音波処理により完全に崩壊させる. これにpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に500mLとし，5分間かき混ぜる. この液を遠心分離した後，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)約10μgを含む液となるようにpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV' mLとする. この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする. 別に定量用塩酸プロカインアミドを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする. この液2mLを正確に量り，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれのプロカインアミドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

プロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 10$

M_S：定量用塩酸プロカインアミドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長270nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(9：1)

流量：プロカインアミドの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカインアミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロカインアミドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法 容器 気密容器.

プロカインアミド塩酸塩注射液

Procainamide Hydrochloride Injection

塩酸プロカインアミド注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79)を含む．

製法　本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

pH：4.0～6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」10mgに対応する容量をとり，希塩酸1mL及び水を加えて5mLとした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」0.1gに対応する容量をとり，水を加えて100mLとする．この液1mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～281nmに吸収の極大を示す．

（3）　本品は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.30EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のプロカインアミド塩酸塩($C_{13}H_{21}N_3O$・HCl)約0.5gに対応する容量を正確に量り，塩酸5mL及び水を加えて50mLとし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL
　＝27.18mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

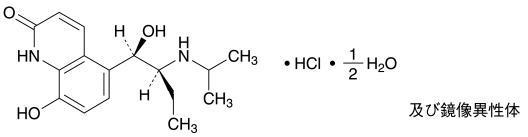
貯法　容器　密封容器．

プロカテロール塩酸塩水和物

Procaterol Hydrochloride Hydrate

塩酸プロカテロール

プロカテロール塩酸塩



$C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl・$\frac{1}{2}H_2O$：335.83

8-Hydroxy-5-{(1*RS*,2*SR*)-1-hydroxy-2-[(1-methylethyl)amino]butyl}quinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride hemihydrate

[*62929-91-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロカテロール塩酸塩($C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl：326.82)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，ギ酸又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

本品は光によって徐々に着色する．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約195℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(7→1000000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水30mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mLをとり，水を加えて50mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロカテロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロカテロールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ約25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム0.87gを水1000mLに溶かした液760mLにメタノール230mL及び酢酸(100)10mLを加える．

流量：プロカテロールの保持時間が約15分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び塩酸スレオプロカテロール20mgずつを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液15mLをとり，薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとする．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカテロール，スレオプロカテロールの順に溶出し，その分離度が3以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液2μLから得たプロカテロールのピーク高さが10mm以上になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロカテロールの保持時間の約2.5倍の範囲

水分〈*2.48*〉　2.5～3.3%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.25gを精密に量り，ギ酸2mLを加え，加温して溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，更に無水酢酸1mLを加えた後，水浴上で30分間加熱する．冷後，無水酢酸60mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.68mg $C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl

貯法

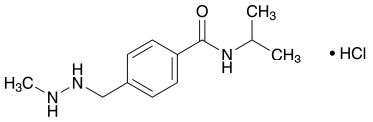
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

プロカルバジン塩酸塩

Procarbazine Hydrochloride

塩酸プロカルバジン



$C_{12}H_{19}N_3O$・HCl：257.76

N-(1-Methylethyl)-

4-[(2-methylhydrazino)methyl]benzamide

monohydrochloride

[*366-70-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカルバジン塩酸塩($C_{12}H_{19}N_3O$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約223℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.01gを薄めた硫酸銅(Ⅱ)試液(1→10)1mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液4滴を加えるとき，直ちに緑色の沈殿を生じ，沈殿は緑色より黄色を経てだいだい色に変わる．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgをL－システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール(7→10)溶液(1→200)5.0mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，L－システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール(7→10)溶液(1→200)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板を，傾けながらL－システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール(7→10)溶液(1→200)に徐々に浸し，1分間放置した後取り出し，冷風で10分間，温風で5分間乾燥し，更に60℃で5分間乾燥する．冷後，この薄層板に試料溶液及び標準溶液5μLずつをスポットする．次にメタノール／酢酸エチル混液(1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは1個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，水25mLに溶かし，塩酸25mLを加えて室温に冷却する．この液にクロロホルム5mLを加え，振り混ぜながら，0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

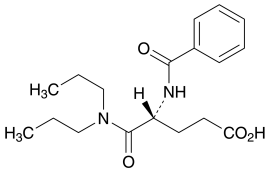
0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

＝8.592mg $C_{12}H_{19}N_3O$・HCl

貯法　容器　気密容器．

プログルミド

Proglumide



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{26}N_2O_4$：334.41

(4*RS*)-4-Benzoylamino-*N*,*N*-dipropylglutaramic acid

[*6620-60-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プログルミド($C_{18}H_{26}N_2O_4$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい.

本品のメタノール溶液(1→10)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品0.5gを丸底アンプルにとり，塩酸5mLを加え，アンプルを熔封し，注意して120℃で3時間加熱する．冷後，析出した結晶をろ取し，冷水50mLで洗った後，得られた結晶を100℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は121～124℃である.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(225nm)：384～414(乾燥後，4mg，メタノール，250mL).

融点〈*2.60*〉　148～150℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mL及び過酸化水素(30)1.5mLを加え，エタノールに点火した後，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)／メタノール混液(50：18：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.10%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.16gを精密に量り，メタノール40mLに溶かし，水10mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

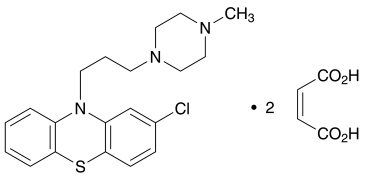
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝33.44mg $C_{18}H_{26}N_2O_4$

貯法　容器　密閉容器.

プロクロルペラジンマレイン酸塩

Prochlorperazine Maleate

マレイン酸プロクロルペラジン



$C_{20}H_{24}ClN_3S・2C_4H_4O_4$：606.09

2-Chloro-10-[3-(4-methylpiperazin-1-yl)propyl]-10*H*-phenothiazine dimaleate

[*84-02-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S・2C_4H_4O_4$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品は酢酸(100)に溶けにくく，水又はエタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に赤色を帯びる.

融点：195～203℃(分解).

確認試験

（1）　本品5mgを硫酸5mLに溶かすとき，液は赤色を呈し，徐々に濃くなる．この液の半量をとり，加熱するとき，赤紫色を呈する．残りの液に二クロム酸カリウム試液1滴を加えるとき，緑褐色を呈し，放置すると褐色に変わる.

（2）　本品0.5gに臭化水素酸10mLを加え，還流冷却器を付けて10分間加熱する．冷後，水100mLを加え，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．残留物を水10mLずつで3回洗った後，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は195～198℃(分解)である.

（3）　本品0.2gを水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLに溶かし，ジエチルエーテル3mLずつで3回抽出する[水層は(4)の試験に用いる]．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物にメタノール10mLを加え，加温して溶かし，これを50℃に加温した2,4,6－トリニトロフェノールのメタノール溶液(1→75)30mLに加えて1時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は252～258℃(分解)である.

（4） (3)の水層に沸騰石を入れ，水浴上で10分間加熱する．冷後，臭素試液2mLを加え，水浴上で10分間加熱し，更に沸騰するまで加熱する．冷後，この液2滴をレソルシノールの硫酸溶液(1→300)3mL中に滴加し，水浴上で15分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

純度試験 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)60mLを加え，かき混ぜながら加温して溶かす．冷後，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液0.5mL)．ただし，滴定の終点は液のだいだい色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝15.15mg $C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

Prochlorperazine Maleate Tablets

マレイン酸プロクロルペラジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$：606.09)を含む．

製法 本品は「プロクロルペラジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」5mgに対応する量をとり，酢酸(100)15mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに硫酸3mLを加えて振り混ぜるとき，淡赤色を呈する．この液に二クロム酸カリウム試液1滴を滴加するとき，緑褐色を呈し，放置するとき，褐色に変わる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」0.08gに対応する量をとり，メタノール15mL及びジメチルアミン1mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品0.08gにメタノール15mL及びジメチルアミン1mLを加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／アンモニア試液混液(15：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化パラジウム(Ⅱ)試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」0.04gに対応する量をとり，1mol/L塩酸試液10mL及びジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．ジエチルエーテル層は分液漏斗に移し，0.05mol/L硫酸試液5mLで洗った後，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸試液5mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に過マンガン酸カリウム試液1～2滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)3V／5 mLを加えて崩壊するまで超音波処理した後，10分間激しく振り混ぜる．次に，内標準溶液V／20 mLを正確に加え，1mL中にプロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)約80μgを含む液となるように，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えてV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

プロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$

M_S：プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)約9μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約18mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のプロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

定量法 本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉

末とする．プロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S$・$2C_4H_4O_4$)約8mgに対応する量を精密に量り，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)60mLを加えて10分間激しく振り混ぜる．次に，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロクロルペラジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロクロルペラジンマレイン酸塩($C_{20}H_{24}ClN_3S$・$2C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

M_S：プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸(1→500)／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→2)／アセトニトリル混液(11：9)

流量：プロクロルペラジンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロクロルペラジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロクロルペラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

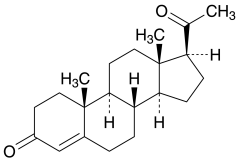
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

プロゲステロン

Progesterone



$C_{21}H_{30}O_2$：314.46

Pregn-4-ene-3,20-dione

[*57-83-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロゲステロン($C_{21}H_{30}O_2$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロゲステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロゲステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール(95)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋184～＋194°(乾燥後，0.2g，エタノール(99.5)，10mL，100mm)．

融点〈2.60〉　128～133℃又は120～122℃

純度試験　類縁物質　本品80mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びプロゲステロン標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に50mLと

し，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長241nm付近の吸収極大の波長における吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロゲステロン($C_{21}H_{30}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：プロゲステロン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

プロゲステロン注射液

Progesterone Injection

本品は油性の注射液である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロゲステロン($C_{21}H_{30}O_2$：314.46)を含む．

製法　本品は「プロゲステロン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品1mLを量り，薄めたエタノール(9→10)1mLを加え，よく振り混ぜた後，エタノール層を分取し，石油ベンジン1mLを加えて振り混ぜた後，エタノール層を試料溶液とする．別にプロゲステロン標準品約5mgを量り，エタノール(99.5)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧した後，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　直接法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品につき，あらかじめ比重を測定する．約1mLに対応する質量を精密に量り，テトラヒドロフラン2mLを加えて混和した後，1mL中にプロゲステロン($C_{21}H_{30}O_2$)約0.5mgを含む液となるようにエタノール(99.5)を加えて正確にV mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，エタノール(99.5)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にプロゲステロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として4時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，テトラヒドロフラン2mLに溶かし，エタノール(99.5)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，エタノール(99.5)を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロゲステロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロゲステロン($C_{21}H_{30}O_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：プロゲステロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロピオン酸テストステロンのエタノール(99.5)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(7：3)

流量：プロゲステロンの保持時間が約6分になるように調整する．

システムの適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロゲステロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロゲステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

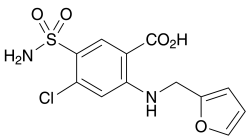
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

フロセミド

Furosemide



$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74

4-Chloro-2-[(furan-2-ylmethyl)amino]-5-sulfamoylbenzoic acid

[*54-31-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，アセトニトリル又は酢酸(100)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約205℃(分解)．

確認試験

（1）　本品25mgをメタノール10mLに溶かし，この液1mL

に2mol/L塩酸試液10mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で15分間加熱した後，冷却し，水酸化ナトリウム試液18mLを加えて弱酸性とした液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロセミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロセミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品0.5gを水酸化ナトリウム溶液(1→50)10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉　本品2.6gを希水酸化ナトリウム試液90mLに溶かし，硝酸2mLを加えてろ過する．ろ液25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.020%以下).

（3） 硫酸塩〈1.14〉　(2)のろ液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.030%以下).

（4） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5） 類縁物質　本品25mgを溶解液25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，溶解液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得られるフロセミドのピークより前に現れる個々のピークのピーク面積は，標準溶液のフロセミドのピーク面積の2／5倍より大きくなく，フロセミドのピークより後に現れる個々のピークのピーク面積は，標準溶液のフロセミドのピーク面積の1／4倍より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のフロセミドのピーク面積の2倍より大きくない．

溶解液：酢酸(100)22mLに水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて1000mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／酢酸(100)混液(70：30：1)

流量：フロセミドの保持時間が約18分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフロセミドの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，溶解液を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たフロセミドのピーク面積が，標準溶液のフロセミドのピーク面積の3.2～4.8%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フロセミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フロセミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ブロモチモールブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに水15mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝33.07mg $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

フロセミド錠

Furosemide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74)を含む．

製法　本品は「フロセミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「フロセミド」0.2gに対応する量をとり，アセトン40mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液0.5mLに2mol/L塩酸試液10mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で15分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液18mLを加えて弱酸性とした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227～231nm，269～273nm及び330～336nmに吸収の極大を示す．

純度試験　本品を粉末とし，表示量に従い「フロセミド」40mgに対応する量をとり，アセトン30mLを加えてよく振り混ぜた後，更にアセトンを加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1.0mLに水3.0mLを加えて氷冷した後，希塩酸3.0mL及び亜硝酸ナトリウム試液0.15mLを加

えて振り混ぜ，1分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液1.0mLを加えてよく振り混ぜ，3分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1.0mLを加え，よく振り混ぜ，5分間放置する．この液につき，アセトン1.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長530nmにおける吸光度は0.10以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてよく振り混ぜて崩壊させた後，1mL中にフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約0.4mgを含む液となるように0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加え，正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：フロセミド標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20mg錠の15分間及び40mg錠の30分間の溶出率は，それぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液30mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約10μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を105℃で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノール5mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長277nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：フロセミド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約40mgに対応する量を精密に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液70mLを加えてよく振り混ぜた後，更に0.05mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に100mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を105℃で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長271nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：フロセミド標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

フロセミド注射液

Furosemide Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74)を含む．

製法　本品は「フロセミド」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「フロセミド」2.5mgに対応する容量をとり，2mol/L塩酸試液10mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で15分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液18mLを加えて弱酸性とした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「フロセミド」20mgに対応する容量をとり，水を加えて100mLとする．この液2mLをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227～231nm，269～273nm及び330～336nmに吸収の極大を示す．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　本品の表示量に従い「フロセミド」40mgに対応する容量を正確に量り，アセトン30mLを加えてよく振り混ぜた後，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1.0mLに水3.0mLを加えて氷冷した後，希塩酸3.0mL及び亜硝酸ナトリウム試液0.15mLを加えて振り混ぜ，1分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液1.0mLを加えてよく振り混ぜ，3分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1.0mLを加え，よく振り混ぜ，5分間放置する．この液につき，アセトン1.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長530nmにおける吸光度は0.10以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　1.25EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約20mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を105℃で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長271nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：フロセミド標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

プロタミン硫酸塩

Protamine Sulfate
硫酸プロタミン

本品はサケ科(*Salmonidae*)魚類の成熟した精巣から得たプロタミンの硫酸塩である．
本品はヘパリンに結合する性質を有する．
本品は換算した乾燥物1mg当たりヘパリン100単位以上に結合する．

性状　本品は白色の粉末である．
本品は水にやや溶けにくい．

確認試験
（1）　本品1mgを水2mLに溶かし，1－ナフトール0.1gを薄めたエタノール(7→10)100mLに溶かした液5滴及び，次亜塩素酸ナトリウム試液5滴を加えた後，水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，液は鮮赤色を呈する．
（2）　本品5mgに水1mLを加え，加温して溶かし，水酸化ナトリウム溶液(1→10)1滴及び硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．
（3）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である．

純度試験
（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　吸光度　本品0.10gを水10mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長260nmから280nmの吸光度は0.1以下である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，105℃，3時間)．

窒素含量　本品約10mgを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，換算した乾燥物に対し，22.5～25.5%である．

ヘパリン結合性
（ⅰ）　試料溶液(a)　本品約15mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする操作を3回繰り返し，それぞれ試料溶液(a_1)，(a_2)及び(a_3)とする．
（ⅱ）　試料溶液(b)　試料溶液(a_1)，(a_2)及び(a_3)10mLずつを正確に量り，水5mLずつを正確に加え，それぞれ試料溶液(b_1)，(b_2)及び(b_3)とする．
（ⅲ）　試料溶液(c)　試料溶液(a_1)，(a_2)及び(a_3)10mLずつを正確に量り，水20mLずつを正確に加え，それぞれ試料溶液(c_1)，(c_2)及び(c_3)とする．
（ⅳ）　標準溶液　ヘパリンナトリウム標準品を水に溶かし，1mL中に約20単位を含む液を正確に調製する．
（ⅴ）　操作法　試料溶液2mLを正確に量り，分光光度計用セルに加え，これに標準溶液を少量ずつ滴加して混和し，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長500nmにおける透過率を測定する．滴定の終点は透過率の急激な変化が見られる点として，滴加した標準溶液量V mLを求める．各試料溶液について2回繰り返し測定を行う．
（ⅵ）　計算法　各試料溶液を用いて得られた滴定量から，次式により試料1mg当たりに結合するヘパリンの量を計算し，得られた18個の値の平均値を求める．ただし，試料溶液(a)，(b)及び(c)につき，それぞれ得られた6個の値の相対標準偏差は5%以下である．また，試料溶液(a)，(b)及び(c)を組み合わせた3組(a_1，b_1，c_1)，(a_2，b_2，c_2)及び(a_3，b_3，c_3)につき，それぞれ得られた6個の値の相対標準偏差は5%以下である．

本品1mgが結合するヘパリンの量(ヘパリン単位)
＝$S \times V \times 50 / M_T \times d$

S：標準溶液1mL中のヘパリンナトリウムの量(ヘパリン単位)
M_T：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)
d：各試料溶液の試料溶液(a)からの希釈倍数

硫酸の量　本品約0.15gを精密に量り，水75mLに溶かし，3mol/L塩酸試液5mLを加え，沸騰するまで加熱する．沸騰を維持しながら塩化バリウム試液10mLをゆっくり加えた後，加熱下1時間放置する．その後，生じた沈殿物をろ過し，沈殿物を温水で数回洗浄した後，あらかじめ秤量したるつぼに移し，沈殿物を乾燥し，恒量になるまで強熱して灰化するとき，硫酸(SO_4)の量は，換算した乾燥物に対し，16～22%である．ただし，残渣1gは0.4117g のSO_4に相当する．

貯法　容器　気密容器．

プロタミン硫酸塩注射液

Protamine Sulfate Injection
硫酸プロタミン注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の92.0～108.0%に対応する「プロタミン硫酸塩」を含む．また，表示量1mg当たりヘパリン100単位以上に結合する．

製法　本品は「プロタミン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色の液で，においはないか，又は保存剤によるにおいがある．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」1mgに対応する容量をとり，水を加えて2mLとし，以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」5mgに対応する容量をとり，水を加えて1mLとし，以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　5.0～7.0

エンドトキシン〈*4.01*〉　6.0EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法

（1）　たん白質量　本品の「プロタミン硫酸塩」約10mgに対応する容量を正確に量り，ケルダールフラスコに入れ，水浴上で空気を通じて蒸発乾固し，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行い，窒素(N：14.01)0.24mgをたん白質量1mgに換算してたん白質量を求める．

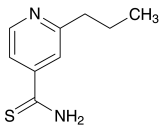
（2）　ヘパリン結合性　「プロタミン硫酸塩」のヘパリン結合性を準用して試験を行い，たん白質量で除してたん白質1mg当たりのヘパリン結合量を求める．ただし，(ｉ)試料溶液(a)は次のとおりとする．

(ｉ)　試料溶液(a)　本品の「プロタミン硫酸塩」15.0mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとする操作を3回繰り返し，それぞれ試料溶液(a_1)，(a_2)及び(a_3)とする．

貯法　容器　密封容器．

プロチオナミド

Prothionamide



$C_9H_{12}N_2S$：180.27

2-Propylpyridine-4-carbothioamide

[*14222-60-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロチオナミド($C_9H_{12}N_2S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸及び希硫酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.05gに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.1gを混和し，その約10mgを試験管にとり，小火炎を用いて数秒間加熱して融解する．冷後，水酸化カリウム・エタノール試液3mLを加えるとき，液は赤色～だいだい赤色を呈する．

（2）　本品0.5gを100mLのビーカーに入れ，水酸化ナトリウム試液20mLを加え，時々振り混ぜながら加熱して溶かすとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．更に，この液を3～5mLとなるまで穏やかに煮沸し，冷後，酢酸(100)20mLを徐々に加え，水浴上で加熱するとき，発生するガスは潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙を黒変する．更に，水浴上で送風しながら液量が3～5mLとなるまで濃縮し，冷後，水10mLを加え，よくかき混ぜ，吸引ろ取し，速やかに水から再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で6時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は198～203℃(分解)である．

融点〈*2.60*〉　142～145℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　酸　本品3.0gにメタノール20mLを加え，加温して溶かし，これに水100mLを加え，氷水中で振り混ぜながら結晶を析出させた後，ろ過する．ろ液80mLをとり，室温に戻し，クレゾールレッド試液0.8mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.6gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(3.3ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，80℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.03mg $C_9H_{12}N_2S$

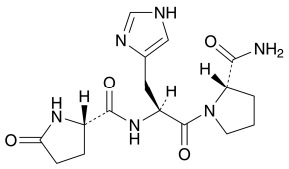
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

プロチレリン

Protirelin



$C_{16}H_{22}N_6O_4$：362.38

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide

[*24305-27-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロチレリン($C_{16}H_{22}N_6O_4$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末である.

本品は水，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすい.

本品は吸湿性である.

確認試験

（１）　本品0.01gを硬質試験管にとり，6mol/L塩酸試液0.5mLを加え，試験管の上部を融封し，注意して110℃で5時間加熱する．冷後，開封し，内容物をビーカーに移し，水浴上で蒸発乾固する．残留物を水1mLに溶かし，試料溶液とする．別にL－グルタミン酸0.08g，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物0.12g及びL－プロリン0.06gを水20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(4：1：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た3個のスポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及びR_f値が等しい.

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－66.0～－69.0°(脱水物に換算したもの，0.1g，水，20mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水10mLに溶かした液のpHは7.5～8.5である.

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　類縁物質　本品0.20gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(1)に，試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(2)にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(4：2：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．薄層板(1)にスルファニル酸の1mol/L塩酸試液溶液(1→200)／亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)混液(1：1)を均等に噴霧した後，風乾する．次に炭酸ナトリウム十水和物溶液(1→10)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板(2)にニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，着色したスポットを認めない.

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(0.2g).

定量法　本品約70mgを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.02mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.02mol/L過塩素酸1mL＝7.248mg $C_{16}H_{22}N_6O_4$

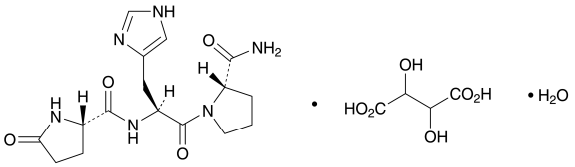
貯法　容器　気密容器.

プロチレリン酒石酸塩水和物

Protirelin Tartrate Hydrate

酒石酸プロチレリン

プロチレリン酒石酸塩



$C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6 \cdot H_2O$：530.49

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide monotartrate monohydrate

[*24305-27-9*，プロチレリン]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロチレリン酒石酸塩($C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$：512.47)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約187℃(分解).

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→1000)1mLに4－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1→2000)2mL及びpH9.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液2mLを加えるとき，液は赤色を呈する.

（２）　本品0.03gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する.

（３） 本品0.20gをとり，6mol/L塩酸試液5.0mLを加え，還流冷却器を付け，7時間煮沸する．冷後，この液2.0mLをとり，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を水2.0mLに溶かし，試料溶液とする．別にL－グルタミン酸22mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物32mg，L－プロリン17mgをとり，0.1mol/L塩酸試液2.0mLを加え，加温して溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(4：1：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧し，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た3個のスポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及びR_f値が等しい．

（４） 本品の水溶液(1→40)は酒石酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－50.0～－53.0°(脱水物に換算したもの0.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

純度試験

（１） 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gを磁製るつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（４） 類縁物質 本品0.60gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(1)に，試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(2)にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(6：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．薄層板(1)にスルファニル酸の1mol/L塩酸試液溶液(1→200)／亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)混液(1：1)を均等に噴霧した後，風乾する．次に炭酸ナトリウム十水和物溶液(1→10)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板(2)にニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，着色したスポットを認めない．

水分〈2.48〉 4.5%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(0.5g).

定量法 本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.25mg $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$

貯法 容器 密閉容器.

プロテイン銀

Silver Protein

本品は銀及びたん白質の化合物である．

本品は定量するとき，銀(Ag：107.87)7.5～8.5%を含む．

性状 本品はうすい黄褐色～褐色の粉末で，においはない．

本品1gは水2mLに徐々に溶け，エタノール(95)，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは7.0～8.5である．

本品はやや吸湿性である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→100)10mLに希塩酸2mLを加え，5分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加えた後，薄めた硫酸銅(Ⅱ)試液(2→25)2mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（２） 本品の水溶液(1→100)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液を滴加するとき，液は退色し，徐々に沈殿を生じる．

（３） 本品0.2gを強熱して灰化し，残留物に硝酸1mLを加え，加温して溶かし，水10mLを加えた液は，銀塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

純度試験 銀塩 本品0.10gを水10mLに溶かし，ろ過した液にクロム酸カリウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない．

定量法 本品約1gを精密に量り，100mLの分解フラスコにとり，硫酸10mLを加え，漏斗をのせ，5分間煮沸する．冷後，硝酸3mLを注意して滴加し，30分間煮沸を避けて加熱する．冷後，硝酸1mLを加えて煮沸し，必要ならばこの操作を繰り返し，液が冷時，無色となるまで煮沸する．冷後，この液を水100mLを用いて250mLの三角フラスコに移し，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液3mL).

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL＝10.79mg Ag

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

プロテイン銀液

Silver Protein Solution

本品は定量するとき，銀(Ag：107.87)0.22～0.26w/v%を含む．

製法

プロテイン銀	30g
グリセリン	100mL
ハッカ水	適量
全量	1000mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性状　本品は褐色澄明の液で，ハッカ油のにおいがある．

確認試験

（1）　本品1mLにエタノール(95)10mLを混和した後，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，直ちに塩化銅(Ⅱ)二水和物のエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加え，振り混ぜてろ過するとき，ろ液は青色を呈する(グリセリン).

（2）　本品3mLをとり，水を加えて10mLとし，これに希塩酸2mLを加え，5分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加えた後，薄めた硫酸銅(Ⅱ)試液(2→25)2mLを加えるとき，液は紫色を呈する(プロテイン銀).

（3）　(2)の試料溶液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる(プロテイン銀).

（4）　本品3mLをるつぼに入れ，注意して加熱し，ほとんど乾固した後，徐々に強熱して灰化し，残留物に硝酸1mLを加え，加温して溶かし，水10mLを加えた液は銀塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

定量法　本品25mLを正確に量り，250mLのケルダールフラスコに入れ，グリセリンの白煙を生じるまで注意して加熱する．冷後，硫酸25mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，5分間弱く加熱する．冷後，硝酸5mLを徐々に滴加し，水浴中で時々振り混ぜながら45分間加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて静かに煮沸し，冷時，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．注意してフラスコの内容物を水250mLで500mLの三角フラスコに洗い込み，5分間弱く煮沸し，冷後，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液3mL).

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL＝10.79mg Ag

貯法

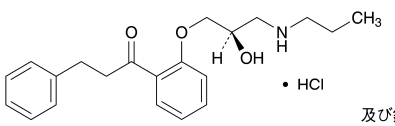
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

プロパフェノン塩酸塩

Propafenone Hydrochloride

塩酸プロパフェノン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{27}NO_3$・HCl：377.90

1-{2-[(2*RS*)-2-Hydroxy-3-(propylamino)propyloxy]phenyl}-3-phenylpropan-1-one monohydrochloride

[*34183-22-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品0.1gを水20mLに加温して溶かす．冷後，この液3mLに水を加えて500mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.1gを水20mLに加温して溶かす．冷後，この液10mLに希硝酸1mLを加え，生じる沈殿をろ過する．ろ液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　172～175℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.10gを試験条件1の移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，試験条件1の移動相を加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，フタル酸ジフェニルのメタノール溶液(1→2000)2.5mLを加え，試験条件1の移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，試験条件1及び試験条件2で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロパフェノン以外のピークの面積は，標準溶液のプロパフェノンのピーク面積より大きくない．

試験条件1

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ノナンスルホン酸ナトリウム4.6g及びリン酸2.3gを水に溶かし1000mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液900mLにアセトニトリル600mLを加える．

流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約39分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフタル酸ジフェニルの保持時間の範囲

システム適合性1

システムの性能：本品12mg及び安息香酸イソプロピル50mgをメタノール100mLに溶かす．この液10μLにつき，試験条件1で操作するとき，プロパフェノン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は5

以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，試験条件1で試験を6回繰り返すとき，プロパフェノンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

試験条件2

検出器，カラム及びカラム温度は試験条件1を準用する．

移動相：1－デカンスルホン酸ナトリウム7.33g及びリン酸2.3gを水に溶かし1000mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液700mLにアセトニトリル700mLを加える．

流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：フタル酸ジフェニルの保持時間からフタル酸ジフェニルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性2

システムの性能：標準溶液10μLにつき，試験条件2で操作するとき，プロパフェノン，フタル酸ジフェニルの順に溶出し，その分離度は21以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，試験条件2で試験を6回繰り返すとき，プロパフェノンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かした後，無水酢酸50mLを加えて0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝18.90mg $C_{21}H_{27}NO_3$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

プロパフェノン塩酸塩錠

Propafenone Hydrochloride Tablets

塩酸プロパフェノン錠

本品は定量するとき，表示量の96.0～104.0%に対応するプロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl：377.90)を含む．

製法　本品は「プロパフェノン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「プロパフェノン塩酸塩」0.3gに対応する個数をとり，水60mLを加え，加温しながら崩壊させる．冷後，遠心分離し，上澄液3mLに水を加えて500mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長247～251nm及び302～306nmに吸収の極大を示す．また，それぞれの吸収極大の波長における吸光度をA_1及びA_2とするとき，A_1/A_2は2.30～2.55である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル混液(1：1)30mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させ，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，遠心分離する．プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)約6mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 / V$

M_S：定量用塩酸プロパフェノンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸イソプロピルのメタノール溶液(1→200)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)約67μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロパフェノンを105℃で2時間乾燥し，その約13mgを精密に量り，水に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長305nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450$

M_S：定量用塩酸プロパフェノンの秤取量(mg)

C：1錠中のプロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品のプロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)1.5gに対応する個数をとり，水／アセトニトリル混液(1：1)70mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させ，更に5分間よく振り混ぜた後，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロパフェノンを105℃で2時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロパフェノンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロパフェノン塩酸塩($C_{21}H_{27}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 50$

M_S：定量用塩酸プロパフェノンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸イソプロピルのメタノール溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ノナンスルホン酸ナトリウム4.6g及びリン酸2.3gを水に溶かし，1000mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液900mLにアセトニトリル600mLを加える．

流量：プロパフェノンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロパフェノン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

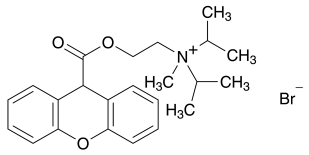
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロパフェノンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

プロパンテリン臭化物

Propantheline Bromide

臭化プロパンテリン



$C_{23}H_{30}BrNO_3$：448.39

N-Methyl-*N*,*N*-bis(1-methylethyl)-2-[(9*H*-xanthen-9-ylcarbonyl)oxy]ethylaminium bromide

[*50-34-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロパンテリン臭化物($C_{23}H_{30}BrNO_3$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い.

本品は水，エタノール(95)，酢酸(100)又はクロロホルムに極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である.

融点：約161℃(分解，ただし乾燥後).

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→20)5mLに水酸化ナトリウム試液10mLを加え，沸騰するまで加熱し，更に2分間加熱を続けた後，60℃に冷却し，希塩酸5mLを加える．冷後，沈殿をろ取し，水でよく洗い，希エタノールから再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は217～222℃である.

（２）　(1)で得た結晶0.01gを硫酸5mLに溶かすとき，液はさえた黄色～黄赤色を呈する.

（３）　本品の水溶液(1→10)5mLに希硝酸2mLを加えた液は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験　キサンテン－9－カルボン酸及びキサントン　本品10mgをとり，クロロホルム2mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にキサンテン－9－カルボン酸1.0mg及びキサントン1.0mgをとり，クロロホルム40mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，直ちに薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし，10分間風乾する．次に，1,2－ジクロロエタン／メタノール／水／ギ酸混液(56：24：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，それぞれ標準溶液のスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

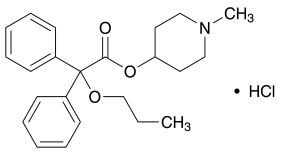
0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.84mg $C_{23}H_{30}BrNO_3$

貯法　容器　密閉容器.

プロピベリン塩酸塩

Propiverine Hydrochloride

塩酸プロピベリン



$C_{23}H_{29}NO_3$・HCl：403.94

1-Methylpiperidin-4-yl 2,2-diphenyl-2-propoxyacetate monohydrochloride

[*54556-98-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)98.5～101.5%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすい.

確認試験

（１）　本品50mgを水20mLに溶かし，アセトニトリルを加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロピベリン塩酸塩標準品につ

いて同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプロピベリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液(1→100)5mLに酢酸エチル6mLを加え，硝酸銀試液3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これに希硝酸0.5mLを加えて振り混ぜても沈殿は溶けない．更にアンモニア試液2mLを加えて振り混ぜるとき，溶ける．

融点〈2.60〉 213～218℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.40gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロピベリンに対する相対保持時間約0.28のピーク面積は，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のプロピベリン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のプロピベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロピベリンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液15μLから得たプロピベリンのピーク面積が，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロピベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロピベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，1時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びプロピベリン塩酸塩標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に100mLとする．これらの液10mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のプロピベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

プロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：プロピベリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.21g及び1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.51gを水650mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.2に調整した液に，アセトニトリル350mLを加える．

流量：プロピベリンの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロピベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロピベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

プロピベリン塩酸塩錠

Propiverine Hydrochloride Tablets

塩酸プロピベリン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl：403.94)を含む．

製法 本品は「プロピベリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「プロピベリン塩酸塩」50mgに対応する量をとり，水20mLを加えて激しく振り混ぜる．アセトニトリルを加えて100mLとした後，遠心分離し，必要ならば上澄液をろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257～261nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品を粉末とし，表示量に従い「プロピベリン塩酸塩」50mgに対応する量をとり，移動相を加えて激しく振り混ぜた後，移動相を加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行

う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロピベリンに対する相対保持時間約0.28のピーク面積は，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のプロピベリン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のプロピベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の7／10より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「プロピベリン塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロピベリンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液15μLから得たプロピベリンのピーク面積が，標準溶液のプロピベリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロピベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロピベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相を加えて激しく振り混ぜた後，1mL中にプロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)約0.1mgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロピベリン塩酸塩標準品を105℃で1時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「プロピベリン塩酸塩」の定量法を準用する．

プロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：プロピベリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液25mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとする．この液15mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液2mLを正確に加え，試料溶液とする．別にプロピベリン塩酸塩標準品を105℃で1時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする．更にこの液15mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のプロピベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

プロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：プロピベリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のプロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めた0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)にリン酸を加えてpH2.0に調整した液560mLに，アセトニトリル440mLを加える．

流量：プロピベリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロピベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロピベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)約50mgに対応する量を精密に量り，移動相を加えて激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にプロピベリン塩酸塩標準品を105℃で1時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「プロピベリン塩酸塩」の定量法を準用する．

プロピベリン塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)

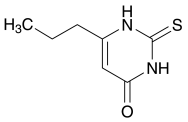
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：プロピベリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

プロピルチオウラシル

Propylthiouracil



$C_7H_{10}N_2OS$：170.23

6-Propyl-2-thiouracil

[*51-52-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける.

確認試験

（1）　本品0.02gに臭素試液7mLを加え，1分間よく振り混ぜ，試液の色が消えるまで加熱し，冷後，ろ過し，ろ液に水酸化バリウム試液10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，沈殿は1分間以内に紫色に変わらない.

（2）　本品の熱飽和水溶液5mLにペンタシアノアンミン鉄(Ⅱ)酸ナトリウム*n*水和物溶液(1→100)2mLを加えるとき，液は緑色を呈する.

融点〈*2.60*〉　218～221℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品を乳鉢を用いて微細な粉末とし，その0.75gに水25mLを加え，水浴上で10分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液が30mLとなるまで水で洗い，ろ液10mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.077%以下).

（2）　チオ尿素　本品0.30gに水50mLを加え，還流冷却器を付け，5分間加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液10mLにアンモニア試液3mLを加えてよく振り混ぜた後，硝酸銀試液2mLを加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：チオ尿素60mgを正確に量り，水に溶かし正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，この液10mLをとり，以下同様に操作する.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，水30mLを加え，ビュレットから0.1mol/L水酸化ナトリウム液30mLを加え，沸騰するまで加熱し，かき混ぜて溶かす．フラスコの壁に付いた固形物を少量の水で洗い込み，かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液50mLを加え，5分間穏やかに煮沸した後，ブロモチモールブルー試液1～2mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝8.512mg $C_7H_{10}N_2OS$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

プロピルチオウラシル錠

Propylthiouracil Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するプロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$：170.23)を含む.

製法　本品は「プロピルチオウラシル」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「プロピルチオウラシル」0.3gに対応する量をとり，アンモニア試液5mLを加え，時々振り混ぜながら5分間放置した後，水10mLを加えて遠心分離する．上澄液に酢酸(31)を加え，生じた沈殿をろ取し，水から再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は218～221℃である．また，このものにつき，「プロピルチオウラシル」の確認試験を準用する.

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，溶出試験第2液3V／4mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまで超音波処理した後，1mL中にプロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)約0.25mgを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用プロピルチオウラシルの秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用プロピルチオウラシルを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，試験液に溶かして正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長274nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用プロピルチオウラシルの秤取量(mg)
C：1錠中のプロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)の表示量(mg)

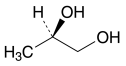
定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)約50mgに対応する量を精密に量り，溶出試験第2液150mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，溶出試験第2液を加えて正確に200mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用プロピルチオウラシルを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，溶出試験第2液に溶かして正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長274nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用プロピルチオウラシルの秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密閉容器．

プロピレングリコール
Propylene Glycol



及び鏡像異性体

$C_3H_8O_2$：76.09
(2*RS*)-Propane-1,2-diol
[*57-55-6*]

性状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，においはなく，味はわずかに苦い．
本品は水，メタノール，エタノール(95)又はピリジンと混和する．
本品はジエチルエーテルに溶けやすい．
本品は吸湿性である．

確認試験
（1）　本品2～3滴にトリフェニルクロロメタン0.7gを混和し，ピリジン1mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で1時間加熱する．冷後，アセトン20mLを加え，加温して溶かし，活性炭0.02gを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液が約10mLとなるまで濃縮し，冷却する．析出した結晶をろ取し，デシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は174～178℃である．
（2）　本品1mLに硫酸水素カリウム0.5gを加え，穏やかに加熱するとき，特異なにおいを発する．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.035～1.040

純度試験
（1）　酸　本品10.0mLに新たに煮沸して冷却した水50mLを混和し，フェノールフタレイン試液5滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.30mLを加えるとき，液は赤色である．
（2）　塩化物〈1.03〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.007%以下)．
（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品10.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.002%以下)．
（4）　重金属〈1.07〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．
（5）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．
（6）　グリセリン　本品1.0gを硫酸水素カリウム0.5gに加え，加熱して蒸発乾固するとき，アクロレインのにおいを発しない．

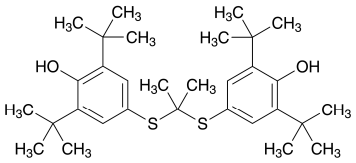
水分〈2.48〉　0.5%以下(2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　本品約20gを質量既知のるつぼに入れ，その質量を精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸0.2mLで潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残留物の量は0.005%以下である．

蒸留試験〈2.57〉　184～189℃，95vol%以上．

貯法　容器　気密容器．

プロブコール
Probucol



$C_{31}H_{48}O_2S_2$：516.84
4,4′-[Propan-2,2-diylbis(sulfandiyl)]bis[2,6-bis(1,1-dimethylethyl)phenol]
[*23288-49-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品はテトラヒドロフランに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．
本品は光によって徐々に淡黄色となる．

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロブコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸

収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロブコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉 125～128℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う．本品0.40gをエタノール(99.5)5mLに溶かし，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロブコールに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のプロブコールのピーク面積より大きくなく，試料溶液のプロブコールに対する相対保持時間約1.9のピーク面積は，標準溶液のプロブコールのピーク面積の25倍より大きくない．また，試料溶液のプロブコール及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のプロブコールのピーク面積の5倍より大きくない．更に，試料溶液のプロブコール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロブコールのピーク面積の50倍より大きくない．ただし，プロブコールに対する相対保持時間約0.9及び約1.9のピーク面積はそれぞれ感度係数1.2及び1.4を乗じて補正する．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロブコールの保持時間の約3倍の範囲．ただし，プロブコールに対する相対保持時間約0.5のピークを除く．

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たプロブコールのピーク面積が，標準溶液のプロブコールのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液1mLに移動相を加えて50mLとする．この液1mLにフタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)の移動相溶液(1→1000)1mL，エタノール(99.5)5mL及び移動相を加えて20mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)，プロブコールの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロブコールのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，80℃，1時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びプロブコール標準品を乾燥し，その約60mgずつを精密に量り，それぞれをテトラヒドロフラン5mLに溶かし，移動相を加えて正確に50mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：プロブコール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)0.2gをテトラヒドロフラン1mLに溶かし，移動相を加えて50mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：242nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(93：7)

流量：プロブコールの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プロブコールの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

プロブコール細粒

Probucol Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$：516.84)を含む．

製法 本品は「プロブコール」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「プロブコール」50mgに対応する量をとり，メタノール100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液2mLをとり，メタノールを加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240～244nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，メタノール70mLを加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)約5mgに対応する上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 / V$

M_S：プロブコール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)約0.25gに対応する量を精密に量り，メタノール70mLを加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にプロブコール標準品を80℃で1時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：プロブコール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

試験条件

検出器，カラム温度，移動相及び流量は「プロブコール」の定量法の試験条件を準用する．

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プロブコールの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

プロブコール錠

Probucol Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$：516.84)を含む．

製法　本品は「プロブコール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「プロブコール」50mgに対応する量をとり，メタノール100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液2mLをとり，メタノールを加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240～244nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，メタノールを加えて崩壊するまで振り混ぜた後，1mL中にプロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)約2.5mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：プロブコール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

崩壊性〈6.09〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)約0.25gに対応する量を精密に量り，メタノール70mLを加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にプロブコール標準品を80℃で1時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

プロブコール($C_{31}H_{48}O_2S_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：プロブコール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

試験条件

検出器，カラム温度，移動相及び流量は「プロブコール」の定量法の試験条件を準用する．

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プロブコールの順に溶出し，その分離度は3以上である．

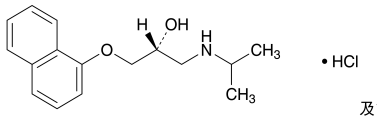
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

プロプラノロール塩酸塩

Propranolol Hydrochloride

塩酸プロプラノロール



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl：295.80

(2*RS*)-1-(1-Methylethyl)amino-3-(naphthalen-1-yloxy)propan-2-ol monohydrochloride

[*318-98-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又は酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→40)は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に帯黄白色～淡褐色になる．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

融点〈*2.60*〉　163～166℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロプラノロール以外のピークの面積は，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のプロプラノロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：292nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.6g及びリン酸テトラブチルアンモニウム0.31gを水450mLに溶かし，硫酸1mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル550mLを加えた後，2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.3に調整する．

流量：プロプラノロールの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：プロプラノロールの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たプロプラノロールのピーク面積が，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の17～33%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロプラノロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プロプラノロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.58mg $C_{16}H_{21}NO_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

プロプラノロール塩酸塩錠

Propranolol Hydrochloride Tablets

塩酸プロプラノロール錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl：295.80)を含む．

製法　本品は「プロプラノロール塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長288～292nm及び317～321nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水20mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．次にメタノール50mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にプロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)約20μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長290nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/25$

M_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長290nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$

M_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量(mg)
C：1錠中のプロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，メタノール60mLを加えて10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長290nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

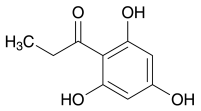
プロプラノロール塩酸塩($C_{16}H_{21}NO_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2/5$

M_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密閉容器．

フロプロピオン

Flopropione



$C_9H_{10}O_4$：182.17
1-(2,4,6-Trihydroxyphenyl)propan-1-one
[*2295-58-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄褐色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　177～181℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフロプロピオン以外のピークの面積は，標準溶液のフロプロピオンの

ピーク面積の1／10より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：267nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／リン酸混液(114：86：1)

流量：フロプロピオンの保持時間が約3分になるように調整する．

面積測定範囲：フロプロピオンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たフロプロピオンのピーク面積が，標準溶液のフロプロピオンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル25mgをアセトニトリル30mLに溶かし，移動相を加えて50mLとする．この液2.5mLに試料溶液2mLを加え，移動相を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，フロプロピオン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フロプロピオンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝18.22mg $C_9H_{10}O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

フロプロピオンカプセル

Flopropione Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するフロプロピオン($C_9H_{10}O_4$：182.17)を含む．

製法　本品は「フロプロピオン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「フロプロピオン」60mgに対応する量をとり，水40mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに硝酸鉄(Ⅲ)試液1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「フロプロピオン」90mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにエタノール(99.5)を加えて50mLとする．この液5mLにエタノール(99.5)を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長283～287nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／リン酸混液(86：1)43mLを加え，50℃の水浴中で崩壊させる．冷後，表示量に従い1mL中にフロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)0.4mgを含む液になるようにアセトニトリルを加えて正確にV mLとする．この液を10分間かき混ぜた後，その一部をとり，毎分3000回転で5分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にフロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)約8.8μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用フロプロピオン(別途「フロプロピオン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.1mol/L塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長284nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量(mg)

C：1カプセル中のフロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．フロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)約40mgに対応する量を精密に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を10分間かき混ぜた後，その一部をとり，毎分3000回転で5分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用フロプロピオン(別途「フロプロピオン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約40mgを精密に量り，移動相70mLを加え，10分間超音波を照射して溶かした後，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液

とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のフロプロピオンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

フロプロピオン($C_9H_{10}O_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：267nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／リン酸混液(114：86：1)

流量：フロプロピオンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

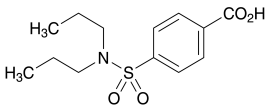
システムの性能：フロプロピオン50mgを移動相50mLに溶かす．この液20mLをとり，別にパラオキシ安息香酸エチル25mgを量り，アセトニトリル30mLに溶かし，水を加えて50mLとした液25mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，フロプロピオン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フロプロピオンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

プロベネシド

Probenecid



$C_{13}H_{19}NO_4S$：285.36

4-(Dipropylaminosulfonyl)benzoic acid

[*57-66-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は初めわずかに苦く，後に不快な苦みになる．

本品はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

融点：198～200℃

確認試験

（1）　本品を強熱するとき，二酸化イオウのにおいを発する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロベネシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　酸　本品2.0gに水100mLを加え，時々振り混ぜながら水浴上で30分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gに水100mL及び硝酸1mLを加え，時々振り混ぜながら水浴上で30分間加熱する．冷後，必要ならば水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gに水100mL及び塩酸1mLを加え，時々振り混ぜながら水浴上で30分間加熱する．冷後，必要ならば水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)．

（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝28.54mg $C_{13}H_{19}NO_4S$

貯法　容器　密閉容器．

プロベネシド錠

Probenecid Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するプロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$：285.36)を含む．

製法　本品は「プロベネシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「プロベネシド」0.5gに対応する量をとり，エタノール(95)50mL及び1mol/L塩酸試液1mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発し，約20mLとする．冷後，析出した結晶をろ取し，希エタノール50mLから再結晶し，105℃で4時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は196～200℃である．また，このものにつき，「プロベネシド」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)の乾燥した結晶のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクト

ルを測定し，本品のスペクトルと「プロベネシド」の参照スペクトル又はプロベネシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水30mL及び1mol/L塩酸試液2mLを加え，時々振り混ぜながら超音波処理を行い，錠剤を完全に崩壊させた後，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液3mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて1mL中にプロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)約15μgを含む液となるように正確にV mLとし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を105℃で4時間乾燥し，その約0.125gを精密に量り，水15mL，1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて溶かし，正確に50mLとする．この液3mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.1mol/L塩酸試液1mLにエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長248nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$

M_S：プロベネシド標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にプロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)約14μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を105℃で4時間乾燥し，その約70mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長244nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

プロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：プロベネシド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のプロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)約0.25gに対応する量を精密に量り，水30mL及び1mol/L塩酸試液2mLを加えて振り混ぜた後，エタノール(99.5)30mLを加え，超音波処理により分散させた後，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液3mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を105℃で4時間乾燥し，その約0.125gを精密に量り，水15mL及び1mol/L塩酸試液1mLを加え，更にエタノール(99.5)を加えて溶かし，正確に50mLとする．この液3mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.1mol/L塩酸試液1mLにエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長248nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

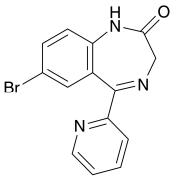
プロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：プロベネシド標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

ブロマゼパム

Bromazepam



$C_{14}H_{10}BrN_3O$：316.15
7-Bromo-5-(pyridin-2-yl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one
[*1812-30-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロマゼパム($C_{14}H_{10}BrN_3O$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約245℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを白金るつぼにとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加

える(20ppm以下).

（２） 類縁物質　本品50mgをアセトン／メタノール混液(3：2)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトン／メタノール混液(3：2)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトン／メタノール混液(3：2)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)／エタノール(99.5)混液(38：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

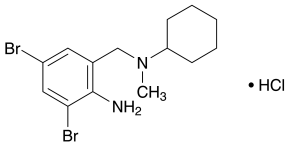
0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.62mg $C_{14}H_{10}BrN_3O$

貯法　容器　密閉容器.

ブロムヘキシン塩酸塩

Bromhexine Hydrochloride

塩酸ブロムヘキシン



$C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl：412.59

2-Amino-3,5-dibromo-*N*-cyclohexyl-*N*-methylbenzylamine monohydrochloride

[*611-75-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロムヘキシン塩酸塩($C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくい.

本品の飽和水溶液のpHは3.0～5.0である.

融点：約239℃(分解).

確認試験

（１） 本品3mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（３） 本品1gに水20mLを加え，よく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液3mLを加え，ジエチルエーテル20mLずつで4回抽出する．水層をとり，希硝酸で中和した液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（１） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２） 類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品50mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブロムヘキシン以外のピークの面積は，それぞれ標準溶液のブロムヘキシンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.0gを900mLの水に溶かし，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液200mLをとり，アセトニトリル800mLを加える.

流量：ブロムヘキシンの保持時間が約6分になるように調整する.

カラムの選定：硫酸バメタン0.05gに試料溶液0.5mLを加え，移動相に溶かし10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，バメタン，ブロムヘキシンの順に溶出し，その分離度が7以上のものを用いる.

検出感度：標準溶液5μLから得たブロムヘキシンのピーク高さが5～15mmになるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブロムヘキシンの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，50℃の水浴中で15分間加温し，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.26mg $C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl

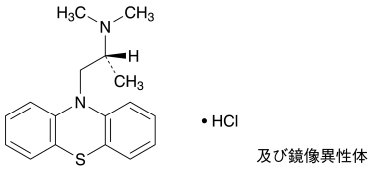
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

プロメタジン塩酸塩

Promethazine Hydrochloride
塩酸プロメタジン



$C_{17}H_{20}N_2S$・HCl：320.88
(2*RS*)-*N*,*N*-Dimethyl-1-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propan-2-ylamine monohydrochloride
[*58-33-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S$・HCl)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に着色する.

本品の水溶液(1→25)は旋光性を示さない.

融点：約223℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品0.5gを水5mLに溶かし，アンモニア試液2mLを加えてろ過する．ろ液5mLに希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である.

純度試験

（1）　溶状　本操作は，光を避けて行う．本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本操作は，直射日光を避けて行う．本品0.10gをとり，エタノール(95)5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン20mgをとり，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.09mg $C_{17}H_{20}N_2S$・HCl

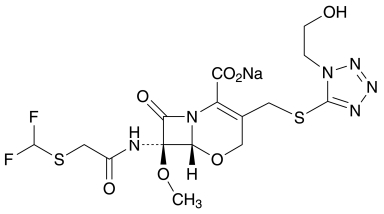
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

フロモキセフナトリウム

Flomoxef Sodium



$C_{15}H_{17}F_2N_6NaO_7S_2$：518.45
Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{[(difluoromethylsulfanyl)acetyl]amino}-3-[1-(2-hydroxyethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-7-methoxy-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
[*92823-03-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり870～985μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，フロモキセフ($C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$：496.47)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい.

確認試験

（1）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により分解する．この検液2mLにアリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液の混液(1：1：1)1.5mLを加えるとき，液は

青紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（４）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.5ppm付近に単一線のシグナルAを，δ3.7ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを，δ5.2ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：1である．

（５）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－8～－13°(脱水物に換算したもの1g，水／エタノール(99.5)混液(4：1)，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水5mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液3.0mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液12mLの混液に薄めた希塩酸（1→10)35mLを加えた液5.0mLをとり，薄めた希塩酸(1→10)5.0mLを加える．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを石英製のるつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに硫酸5mL及び硝酸5mLを加え，注意して加熱する．液が無色～淡黄色となるまで時々硝酸2mLを加えながら加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム試液10mLを加え，白煙が発生するまで加熱濃縮して2～3mLとする．冷後，水を加えて10mLとした液を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液10mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2mLを正確に加え，以下検液と同様に操作する(2ppm以下)．

（４）　1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量は，脱水物に換算した本品の1.0%以下である．

1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール($C_3H_6N_4OS$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

内標準溶液　*m*－クレゾール溶液(3→1000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法　本品及びフロモキセフトリエチルアンモニウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフロモキセフのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

フロモキセフ($C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－クレゾール溶液(3→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

カラム：内径4mm，長さ20cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.94g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.22g及び臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム1.60gを水に溶かし，1000mLとする．この液750mLにメタノール250mLを加える．

流量：フロモキセフの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，フロモキセフ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフロモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

注射用フロモキセフナトリウム

Flomoxef Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するフロモキセフ($C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$：496.47)を含む．

製法　本品は「フロモキセフナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験　本品につき，「フロモキセフナトリウム」の確認試験(3)を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール　定量法で得た試料溶液を試料溶液とする．別に1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量は，本品1g(力価)当たり10mg以下である．

1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール($C_3H_6N_4OS$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

内標準溶液　*m*－クレゾール溶液(3→1000)

試験条件

「フロモキセフナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得た1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積が，標準溶液の1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は20以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.025EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量り，内容物の平均質量を求める．内容物約1gをシャーレに薄く広げ，臭化マグネシウム飽和溶液を入れた恒湿器中に遮光して放置し，水分を平衡化させる．その約0.1gにつき，水分の項に準じて水分を測定しておく．本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にフロモキセフトリエチルアンモニウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「フロモキセフナトリウム」の定量法を準用する．

フロモキセフ($C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取量[mg(力価)]

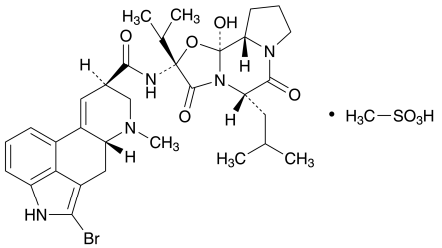
内標準溶液　*m*－クレゾール溶液(3→1000)

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

ブロモクリプチンメシル酸塩

Bromocriptine Mesilate

メシル酸ブロモクリプチン



$C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：750.70

(5′*S*)-2-Bromo-12′-hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(2-methylpropyl)ergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*22260-51-1*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブロモクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微帯黄白色又は微帯褐白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，無水酢酸，ジクロロメタン又はクロロホルムに極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品2mgをメタノール1mLに溶かし，4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加えて振り混ぜるとき，液は帯紫青色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋95～＋105°(乾燥物に換算したもの0.1g，メタノール／ジクロロメタン混液(1：1)，10mL，100mm).

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをメタノール10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液2.5mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLをとり，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをメタノール／クロロホルム混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確にとり，メタノール／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．この液10mLを正確にとり，メタノール／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に1cmの帯状にスポットする．直ちにジクロロメタン／1,4－ジオキサン／エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(1800：150：50：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を減圧で30分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後，薄層板をガラス板で覆い観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，かつ主スポット以外のスポットのうち標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは，1個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，80℃，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.6gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：1)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝75.07mg $C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

貯法

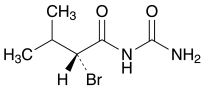
保存条件　遮光して，－18℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ブロモバレリル尿素

Bromovalerylurea

ブロムワレリル尿素



及び鏡像異性体

$C_6H_{11}BrN_2O_2$：223.07

(2*RS*)-(2-Bromo-3-methylbutanoyl)urea

[*496-67-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロモバレリル尿素($C_6H_{11}BrN_2O_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は硫酸，硝酸又は塩酸に溶けるが，これに水を加えるとき，沈殿を生じる．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．この液に過量の希硫酸を加えて煮沸するとき，吉草酸のにおいを発する．

（2）　本品0.1gに無水炭酸ナトリウム0.5gを加え，徐々に加熱して完全に分解し，残留物を熱湯5mLに溶かし，冷後，酢酸(31)を加えて酸性とし，ろ過する．ろ液は臭化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　151～155℃

純度試験

（1）　液性　本品1.5gに水30mLを加え，5分間振り混ぜてろ過するとき，液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　(1)のろ液10mLをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)のろ液10mLをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（５） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.5gをとり，水酸化ナトリウム試液5mLに溶かした液を検液とし，試験を行う(4ppm以下).

（６） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品0.5gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，80℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

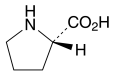
定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，300mLの三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液40mLを加え，還流冷却器を付け，20分間穏やかに煮沸する．冷後，水30mLを用いて還流冷却器の下部及び三角フラスコの口部を洗い，洗液を三角フラスコの液と合わせ，硝酸5mL及び正確に0.1mol/L硝酸銀液30mLを加え，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝22.31mg $C_6H_{11}BrN_2O_2$

貯法 容器 密閉容器.

Lープロリン

L-Proline



$C_5H_9NO_2$：115.13

(2*S*)-Pyrrolidine-2-carboxylic acid

[*147-85-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，Lープロリン($C_5H_9NO_2$)99.0～101.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味はわずかに甘い.

本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい.

本品は潮解性である.

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－84.0～－86.0°(乾燥物に換算したもの1g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.9～6.9である.

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（３） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（４） アンモニウム〈*1.02*〉 本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).

（５） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（６） 鉄〈*1.10*〉 本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（７） 類縁物質 本品約0.5gを精密に量り，塩酸0.5mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にLーアスパラギン酸，Lートレオニン，Lーセリン，Lーグルタミン酸，Lープロリン，グリシン，Lーアラニン，Lーシスチン，Lーバリン，Lーメチオニン，Lーイソロイシン，Lーロイシン，Lーチロジン，Lーフェニルアラニン，Lーリジン塩酸塩，塩化アンモニウム，Lーヒスチジン及びLーアルギニンをそれぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとし，標準原液とする．この液5mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液1mLに含まれるプロリン以外のアミノ酸の質量を求め，その質量百分率を算出するとき，プロリン以外の各アミノ酸の量は0.1%以下である.

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：570nm)

カラム：内径4.6mm，長さ8cmのステンレス管に3μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充てんする.

カラム温度：57℃付近の一定温度

反応槽温度：130℃付近の一定温度

反応時間：約１分

移動相：移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eを次の表に従って調製後，それぞれにカプリル酸0.1mLを加える.

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	－
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	－
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	－
水酸化ナトリウム	－	－	－	－	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	－	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	－	－
ベンジルアルコール	－	－	－	5mL	－
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

移動相の切換え：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，アンモニア，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，イソロイシンとロイシンの分離度が1.2以上になるように，移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eを順次切り換える．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし，酢酸(100)123mL，1－メトキシ－2－プロパノール401mL及び水を加えて1000mLとし，10分間窒素を通じ，(Ⅰ)液とする．別に1－メトキシ－2－プロパノール979mLにニンヒドリン39gを加え，5分間窒素を通じた後，水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え，30分間窒素を通じ，(Ⅱ)液とする．(Ⅰ)液と(Ⅱ)液を1容量と1容量の混液とする(用時製する)．

移動相流量：毎分0.20mL

反応試薬流量：毎分0.24mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリシンとアラニンの分離度は1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記条件で試験を6回繰り返すとき，標準溶液中のプロリンを除く各アミノ酸のピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下であり，保持時間の相対標準偏差は1.0%以下である．

（８）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.12gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

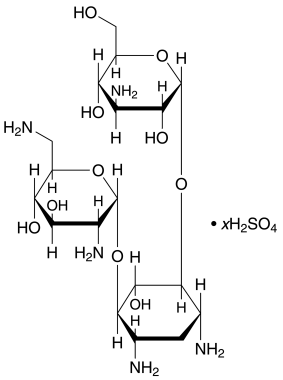
0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.51mg $C_5H_9NO_2$

貯法　容器　気密容器．

ベカナマイシン硫酸塩

Bekanamycin Sulfate

硫酸ベカナマイシン



$C_{18}H_{37}N_5O_{10}$・xH_2SO_4

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*70550-99-1*]

本品は，*Streptomyces kanamyceticus*の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり680～770μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ベカナマイシン($C_{18}H_{37}N_5O_{10}$：483.51)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品20mgをpH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液2mLに溶かし，ニンヒドリン試液1mLを加えて煮沸するとき，液は青紫色を呈する．

（２）　本品及びベカナマイシン硫酸塩標準品30mgずつを水5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（３）　本品の水溶液(1→5)に塩化バリウム試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋102～＋116°(乾燥後，0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.50gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（4） 類縁物質 本品60mgを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 5.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.5%以下(1g).

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる.

（ii） 培地 培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpH〈2.54〉は7.8～8.0とする.

（iii） 標準溶液 ベカナマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする.

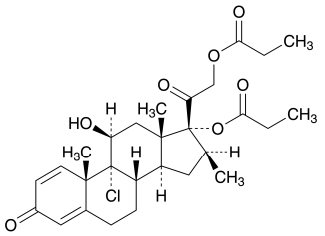
（iv） 試料溶液 本品20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯法 容器 気密容器.

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル

Beclometasone Dipropionate

プロピオン酸ベクロメタゾン



$C_{28}H_{37}ClO_7$：521.04

9-Chloro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-dipropanoate

[*5534-09-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベクロメタゾンプロピオン酸エステル($C_{28}H_{37}ClO_7$)97.0～103.0%を含む.

性状 本品は白色～微黄色の粉末で，においはない.

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)又は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約208℃(分解).

確認試験

（1） 本品2mgを硫酸2mLに溶かすとき，液は初め帯黄色を呈し，徐々にだいだい色を経て暗赤褐色に変わる．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は帯青緑色に変わり，綿状の沈殿を生じる.

（2） 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色～赤褐色の沈殿を生じる.

（3） 本品0.02gをとり，水酸化ナトリウム試液1mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品をそれぞれエタノール(95)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う.

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋88～＋94°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下).

（2） 類縁物質 本品20mgをクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正

確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／メタノール／水混液(475：25：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル($C_{28}H_{37}ClO_7$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロピオン酸テストステロンのメタノール溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(3：2)

流量：ベクロメタゾンプロピオン酸エステルの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

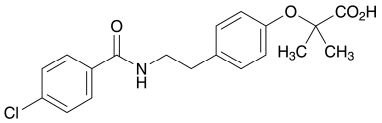
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベクロメタゾンプロピオン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ベザフィブラート

Bezafibrate



$C_{19}H_{20}ClNO_4$：361.82

2-(4-{2-[(4-Chlorobenzoyl)amino]ethyl}phenoxy)-2-methylpropanoic acid

[*41859-67-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　181～186℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品3.0gを*N,N*－ジメチルホルムアミド15mLに溶かし，水を加えて60mLとし，よく振り混ぜ12時間以上放置した後，ろ過し，ろ液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.70mLに*N,N*－ジメチルホルムアミド10mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.012%以下).

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール35mLに溶かし，更に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール70mLを加え，更に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベザフィブラートのピークに対する相対保持時間約0.65及び1.86のピークの面積はそれぞれ標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の1／2より大きくなく，その他の

ピークの面積は標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のベザフィブラート以外のピークの合計面積は，標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の3／4より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100)(1→100)混液(9：4)

流量：ベザフィブラートの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベザフィブラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，メタノール／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)混液(7：3)を加えて正確に50mLとする．この液5μLから得たベザフィブラートのピーク面積が標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品20mg及び4－クロロ安息香酸10mgをメタノール70mLに溶かし，更に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて100mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－クロロ安息香酸，ベザフィブラートの順に溶出し，4－クロロ安息香酸とベザフィブラートの分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベザフィブラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，エタノール(99.5)50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝36.18mg $C_{19}H_{20}ClNO_4$

貯法 容器 気密容器．

ベザフィブラート徐放錠

Bezafibrate Sustained Release Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$：361.82)を含む．

製法 本品は「ベザフィブラート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ベザフィブラート」0.1gに対応する量をとり，メタノール100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLにメタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227～231nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉 試験液にpH7.2のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の100mg錠の1.5時間，2.5時間及び8時間後の溶出率はそれぞれ15～45%，35～65%及び80%以上であり，200mg錠の1.5時間，2.5時間及び8時間後の溶出率はそれぞれ15～45%，30～60%及び75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間にそれぞれ溶出液20mLを正確にとり，直ちに37±0.5℃に加温した試験液20mLを正確に注意して補う．溶出液は孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)約13μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ベザフィブラートを105℃で3時間乾燥し，その約66mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長228nmにおける吸光度$A_T(n)$及びA_Sを測定する．

n回目の溶出液採取時におけるベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)の表示量に対する溶出率(%)(n＝1,2,3)

$$=M_S\times\left\{\frac{A_{T(n)}}{A_S}+\sum_{i=1}^{n-1}\left(\frac{A_{T(i)}}{A_S}\times\frac{1}{45}\right)\right\}\times\frac{V'}{V}\times\frac{1}{C}\times18$$

M_S：定量用ベザフィブラートの秤取量(mg)

C：1錠中のベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)約20mgに対応する量を精密に量り，メタノール60mLを加え，内標準溶液10mLを正確に加え，20分間振り混ぜる．次に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて100mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ベザフィブラートを105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノール60mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，次に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベザフィブラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベザフィブラート($C_{19}H_{20}ClNO_4$)の量(mg)＝$M_S\times Q_T/Q_S$

M_S：定量用ベザフィブラートの秤取量(mg)

内標準溶液 4－ニトロフェノールのメタノール溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100)(1→100)混液(9：4)

流量：ベザフィブラートの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベザフィブラートの順に溶出し，その分離度は4以上である．

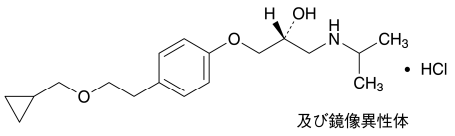
システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベザフィブラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ベタキソロール塩酸塩

Betaxolol Hydrochloride

塩酸ベタキソロール



$C_{18}H_{29}NO_3$・HCl：343.89

(2*RS*)-1-{4-[2-(Cyclopropylmethoxy)ethyl]phenoxy}-3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol monohydrochloride

[*63659-19-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタキソロール塩酸塩($C_{18}H_{29}NO_3$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすい．

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　114～117℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　類縁物質Ⅰ　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(10：3：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に1時間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは3個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（5）　類縁物質Ⅱ　本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタキソロール以外のピークの面積は，標準溶液のベタキソロールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のベタキソロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタキソロールのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1mol/L塩酸試液を加えてpH3.0に調整した薄めた0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／メタノール混液(26：7：7)

流量：ベタキソロールの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタキソロールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たベタキソロールのピーク面積が，標準溶液のベタキソロールのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：本品50mg及び2－ナフトール5mgを移動相200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタキソロール，2－ナフトールの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，ベタキソロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（6） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，無水酢酸30mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

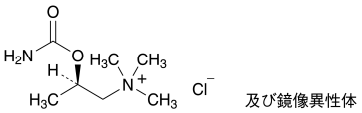
0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.39mg $C_{18}H_{29}NO_3$・HCl

貯法 容器 気密容器.

ベタネコール塩化物

Bethanechol Chloride

塩化ベタネコール



$C_7H_{17}ClN_2O_2$：196.68

(2*RS*)-2-Carbamoyloxy-*N*,*N*,*N*-trimethylpropylaminium chloride

[*590-63-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタネコール塩化物($C_7H_{17}ClN_2O_2$)98.0～101.0%を含む．

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→40)2mLに塩化コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→100)0.1mLを加え，更にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液0.1mLを加えるとき，液は緑色を呈し，この色は10分以内にほとんど退色する．

（2） 本品の水溶液(1→100)1mLにヨウ素試液0.1mLを加えるとき，褐色の沈殿を生じ，液は帯緑褐色を呈する．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉 217～221℃(乾燥後).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2） 類縁物質 本品1.0gを水2.5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)2mLに溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

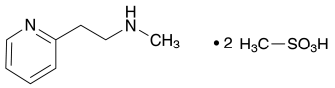
0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.67mg $C_7H_{17}ClN_2O_2$

貯法 容器 気密容器.

ベタヒスチンメシル酸塩

Betahistine Mesilate

メシル酸ベタヒスチン



$C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$：328.41

N-Methyl-2-pyridin-2-ylethylamine dimethanesulfonate

[*5638-76-6*，ベタヒスチン]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)98.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品30mgはメシル酸塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　110～114℃(乾燥後).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品50mgを水／アセトニトリル混液(63：37)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(63：37)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の1／2より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：261nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン5mL及び酢酸(100)20mLに水を加え，1000mLとする．この液630mLにラウリル硫酸ナトリウム2.3gを加えて溶かし，アセトニトリル370mLを加える.

流量：ベタヒスチンの保持時間が約5分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(63：37)を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たベタヒスチンのピーク面積が，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：本品10mg及び2－ビニルピリジン10mgを水／アセトニトリル混液(63：37)50mLに溶かす．この液2mLを量り，水／アセトニトリル混液(63：37)を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，2－ビニルピリジン，ベタヒスチンの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，酸化リン(V)，減圧，70℃，24時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)1mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.42mg $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$

貯法　容器　気密容器.

ベタヒスチンメシル酸塩錠

Betahistine Mesilate Tablets

メシル酸ベタヒスチン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$：328.41)を含む.

製法　本品は「ベタヒスチンメシル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　定量法の試料溶液5mLをとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長259～263nmに吸収の極大を示す.

純度試験　類縁物質　本品20個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「ベタヒスチンメシル酸塩」約50mgに対応する量をとり，水／アセトニトリル混液(63：37)10mLを加え，10分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(63：37)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタヒスチンに対する相対保持時間約1.9のピーク面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の3／5より大きくない．また，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保持時間の約8倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(63：37)を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たベタヒスチンのピーク面積が，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：メシル酸ベタヒスチン10mg及び2－ビニルピリジン10mgを水／アセトニトリル混液(63：37)50mLに溶かす．この液2mLを量り，水／アセトニトリル混液(63：37)を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，2－ビニルピリジン，ベタヒスチンの順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，1mL中にベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)約0.4mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液V mLを正確に加え，錠剤が崩壊するまで約10分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)約6.7μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として70℃で24時間減圧乾燥し，その約17mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベタヒスチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量(mg)
C：1錠中のベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタヒスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)約20mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液40mLを加え，10分間超音波処理した後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として70℃で24時間減圧乾燥し，その約0.1gを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベタヒスチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベタヒスチンメシル酸塩($C_8H_{12}N_2$・$2CH_4O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 5$

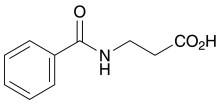
M_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：261nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：ジエチルアミン5mL及び酢酸(100)20mLに水を加えて1000mLとする．この液630mLにラウリル硫酸ナトリウム2.3gを加えて溶かした後，アセトニトリル370mLを加える．
流量：ベタヒスチンの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタヒスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

ベタミプロン

Betamipron



$C_{10}H_{11}NO_3$：193.20
3-Benzoylaminopropanoic acid
[*3440-28-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベタミプロン($C_{10}H_{11}NO_3$)99.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭

化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.25gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは3.0～3.4である．

融点〈2.60〉　132～135℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　β－アラニン　本品0.25gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．別にβ－アラニン50mgをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸エチル／アンモニア水(28)／水混液(200：200：63：37)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，105℃で5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（４）　類縁物質　本品20mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタミプロン以外のピークの面積は，標準溶液のベタミプロンのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のベタミプロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタミプロンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gを水800mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液900mLにアセトニトリル100mLを加える．

流量：ベタミプロンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタミプロンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たベタミプロンのピーク面積が，標準溶液のベタミプロンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及び安息香酸5mgを移動相200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，ベタミプロンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタミプロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.25gを精密に量り，エタノール(99.5)25mLに溶かし，水25mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

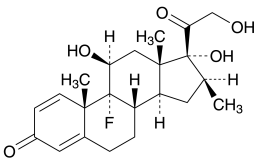
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝19.32mg $C_{10}H_{11}NO_3$

貯法　容器　気密容器.

ベタメタゾン

Betamethasone

ベタメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione

[*378-44-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)96.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約240℃(分解).

確認試験

（１）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（２）　本品1.0mgをエタノール(95)10mLに溶かす．この液2.0mLに塩酸フェニルヒドラジニウム試液10mLを加え，振り混ぜた後，60℃の水浴中で20分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール(95)2.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベタメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びベタメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋118～＋126°(乾燥後，0.1g，メタノール，20mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下).

（2）　類縁物質　本品10mgをクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／ジエチルエーテル／メタノール／水混液(385：75：40：6)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.1g，白金るつぼ).

定量法　本品及びベタメタゾン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→1750).

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ベタメタゾンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベタメタゾン錠

Betamethasone Tablets

ベタメサゾン錠

本品は定量するとき，表示量の90.0～107.0%に対応するベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$：392.46)を含む．

製法　本品は「ベタメタゾン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ベタメタゾン」2mgに対応する量をとり，メタノール20mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物をメタノール2mLに溶かし，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品2mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／無水酢酸混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)約50μgを含む液となるように水V mLを加える．次に内標準溶液2V mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，更に水5mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times V / 400$

M_S：ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→40000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)約0.56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 5$

M_S：ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(3：2)

流量：ベタメタゾンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)約5mgに対応する量を精密に量り，水25mLを加え，内標準溶液50mLを正確に加えた後，10分間激しく振り混ぜる．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，水5mLを加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 4$

M_S：ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ベタメタゾンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

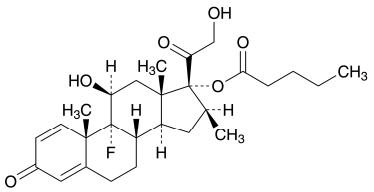
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル

Betamethasone Valerate

吉草酸ベタメタゾン



$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17-pentanoate

[*2152-44-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$)97.0～103.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約190℃(分解)．

確認試験

（1） 本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン吉草酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋77～＋83°(乾燥後，0.1g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避けて行う．本品0.02gをクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(0.5g，白金るつぼ)．

定量法 本品及びベタメタゾン吉草酸エステル標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸イソアミルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ20cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(7：3)

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム

Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Cream

吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシンクリーム

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$：476.58)及び表示された力価の90.0～115.0%に対応するゲンタマイシンC_1($C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60)を含む．

製法 本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，クリーム剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」1.2mgに対応する量をとり，メタノール20mL及びヘキサン20mLを加えて10分間激しく振り混ぜ，静置する．下層15mLをとり，水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物に酢酸エチル1mLを加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品18mgを酢酸エチル20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチルを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し，100℃で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2） 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」2mg(力価)に対応する量をとり，酢酸エチル20mL及び水10mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．下層3mLをとり，希水酸化ナトリウム試液1mL及びニンヒドリン試液2mLを加え，90～95℃の水浴中で10分間加熱するとき，液は紫～暗紫色を呈する．

pH〈2.54〉 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」6mgに対応する量をとり，水15mLを加え，水浴上で加温しながらよくかき混ぜて乳濁液とし，冷却した液のpHは，4.0～6.0である．

純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」約1mgに対応する量をとり，メタノール／水混液(7：3)10mLを加える．これを60℃の水浴中で5分間加温した後，20分間激しく振り混ぜる．この操作を2回行う．次

に15分間氷冷した後，5分間遠心分離し，液面の泡を除き，ろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液150μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ベタメタゾン吉草酸エステル以外のそれぞれのピークの量は3.5%以下である．また，ベタメタゾン吉草酸エステル以外のピークの合計は7.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(12：7：1)

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約16分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間の約2.5倍の範囲．ただし，製剤配合成分由来のピークは測定しない．

システム適合性

検出の確認：「ベタメタゾン吉草酸エステル」20mgをメタノール／水混液(7：3)100mLに溶かす．この液1mLを正確に量り，メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に50mLとする．この液150μLから得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液150μLから得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液150μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液150μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法

（1）　ベタメタゾン吉草酸エステル　本品のベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$)約1mgに対応する量を精密に量り，メタノール／水混液(7：3)10mLを加え，更に内標準溶液10mLを正確に加える．これを60℃の水浴中で5分間加温した後，20分間激しく振り混ぜる．この操作を2回行う．次に15分間氷冷した後，5分間遠心分離し，上澄液をろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロピオン酸ベクロメタゾン20mgをメタノール10mLに溶かし，メタノール／水混液(7：3)を加えて200mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径2.1mm，長さ10cmのステンレス管に3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(13：7)

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約16分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（2）　ゲンタマイシン硫酸塩　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

（ii）　試料溶液　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」約1mg(力価)に対応する量を精密に量り，あらかじめ約85℃に加温したpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加えてよく振り混ぜて溶かす．冷後，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に250mLとし，1mL中に4μg(力価)を含む高濃度試料溶液とする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に1μg(力価)を含むように調製し，低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩軟膏

Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Ointment

吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏

本品は定量するとき，表示量の95.0～110.0%に対応するベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$：476.58)及び表示

された力価の90.0～115.0％に対応するゲンタマイシンC_1($C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60)を含む.

製法 本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，軟膏剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」1.2mgに対応する量をとり，メタノール20mL及びヘキサン20mLを加え，超音波処理して本品を分散させる．5分間激しく振り混ぜ，5分間遠心分離した後，15分間氷冷して下層15mLをとり，水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物に酢酸エチル1mLを加えて超音波処理し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品18mgを酢酸エチル20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチルを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し，100℃で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらのR_f値は等しい.

（2） 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」2mg(力価)に対応する量をとり，ヘキサン20mL及び水10mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．下層3mLをとり，希水酸化ナトリウム試液1mL及びニンヒドリン試液2mLを加え，90～95℃の水浴中で10分間加熱するとき，液は赤褐色を呈する.

pH〈*2.54*〉 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」6mgに対応する量をとり，水15mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水層を分取した液のpHは4.0～7.0である.

定量法

（1） ベタメタゾン吉草酸エステル 本品のベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$)約1mgに対応する量を精密に量り，メタノール／水混液(7：3)10mLを加え，更に内標準溶液10mLを正確に加える．これを75℃の水浴中で5分間加温した後，10分間激しく振り混ぜる．この操作を2回行う．次に15分間氷冷した後，ろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／水混液(7：3)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ベタメタゾン吉草酸エステル($C_{27}H_{37}FO_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 プロピオン酸ベクロメタゾン20mgをメタノール10mLに溶かし，メタノール／水混液(7：3)を加えて200mLとする.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径2.1mm，長さ10cmのステンレス管に3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(13：7)

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約16分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0％以下である.

（2） ゲンタマイシン硫酸塩 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う.

（i） 試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する.

（ii） 試料溶液 本品の「ゲンタマイシン硫酸塩」約1mg(力価)に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，石油エーテル50mLを加え，更にpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを正確に加えて10分間振り混ぜる．下層液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯法

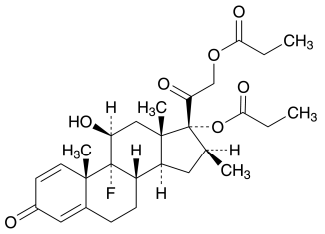
保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル

Betamethasone Dipropionate

ジプロピオン酸ベタメタゾン



$C_{28}H_{37}FO_7$：504.59

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-dipropanoate

[*5593-20-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾンジプロ

ピオン酸エステル($C_{28}H_{37}FO_7$)97.0～103.0%を含み，またフッ素(F：19.00)3.4～4.1%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトン，1,4－ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水又はヘキサンにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)1mLにイソニアジド試液4mLを加え，水浴上で2分間加熱するとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋63～＋70°(乾燥後，50mg，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　176～180℃

純度試験

（1）　フッ化物　本品0.10gをとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)10.0mLを加え，10分間振り混ぜた後，孔径0.4μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液5.0mLを20mLのメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)10mLを加え，更に水を加えて20mLとした後，1時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液1.0mLを20mLのメスフラスコにとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え，アリザリンコンプレキソン試液／pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1)10mLを加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長600nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(0.012%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品10mgをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g，白金るつぼ)．

定量法

（1）　ベタメタゾンジプロピオン酸エステル　本品を乾燥し，その約15mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長239nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル($C_{28}H_{37}FO_7$)の量(mg)
$= A / 312 \times 10000$

（2）　フッ素　本品を乾燥し，その約10mgを精密に量り，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯法

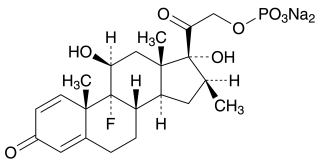
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム

Betamethasone Sodium Phosphate

リン酸ベタメタゾンナトリウム



$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$：516.40

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(disodium phosphate)

[*151-73-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム($C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，においはない．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

融点：約213℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgを硫酸2mLに溶かすとき，液は褐色を呈し，

徐々に黒褐色に変わる．

（２） 本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

（３） 本品40mgを白金るつぼにとり，加熱して炭化する．冷後，硝酸5滴を加え，強熱し，灰化する．残留物に薄めた硝酸(1→50)10mLを加えて数分間煮沸する．冷後，必要ならばろ過し，試料溶液とする．試料溶液はリン酸塩の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．試料溶液にアンモニア試液を加えて中性とした液は，ナトリウム塩の定性反応〈1.09〉並びにリン酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(3)を呈する．

（４） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋99～＋105°(脱水物に換算したもの0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは7.5～9.0である．

純度試験

（１） 溶状 本品0.25gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２） 遊離リン酸 本品約20mgを精密に量り，水20mLに溶かし，試料溶液とする．別にリン酸標準液4mLを正確に量り，水20mLを加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに希硫酸7mL，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2mL及び硫酸4－メチルアミノフェノール試液2mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，20±1℃で15分間放置した後，それぞれに水を加えて正確に50mLとし，20±1℃で15分間放置する．これらの液につき，水20mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長730nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は0.5%以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の含量(%)＝A_T／A_S × 1／M × 10.32

M：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

（３） ベタメタゾン 本品20mgをとり，メタノール2mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品20mgをとり，メタノール10mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に新たに調製した1－ブタノール／水／無水酢酸混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 10.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法 本品及びベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム($C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$)の量(mg)

＝M_S × Q_T／Q_S

M_S：脱水物に換算したベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：臭化テトラn－ブチルアンモニウム1.6g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.2g及びリン酸二水素カリウム6.9gを水1000mLに溶かした液にメタノール1500mLを加える．

流量：ベタメタゾンリン酸エステルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

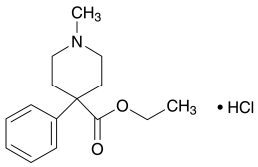
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

ペチジン塩酸塩

Pethidine Hydrochloride
塩酸ペチジン
オペリジン



$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79
Ethyl 1-methyl-4-phenylpiperidine-4-carboxylate monohydrochloride
[*50-13-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペチジン塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.8～5.8である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　187～189℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下)．

（3）　類縁物質　本品0.05gを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペチジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のペチジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.0gを薄めたリン酸(1→1000)1000mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える．

流量：ペチジンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペチジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たペチジンのピーク面積が，標準溶液のペチジンのピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液2mL及びパラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液(1→50000)2mLに移動相を加えて10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペチジン，パラオキシ安息香酸イソアミルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペチジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.38mg $C_{15}H_{21}NO_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ペチジン塩酸塩注射液

Pethidine Hydrochloride Injection
塩酸ペチジン注射液
オペリジン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するペチジン塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79)を含む．

製法　本品は「ペチジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：4.0～6.0

確認試験　本品の表示量に従い「ペチジン塩酸塩」0.1gに対応する容量をとり，水を加えて200mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長250～254nm，255～259nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈*4.01*〉　6.0EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のペチジン塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2$・HCl)約0.1gに対応する容量を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとする．この液5mLをとり，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ペチジンを105℃で3時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，更に移動相を加えて50mLとする．この液5mLをとり，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ペチジン塩酸塩($C_{15}H_{21}NO_2$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸ペチジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.0gを薄めたリン酸(1→1000)1000mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える.

流量：ペチジンの保持時間が約7分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

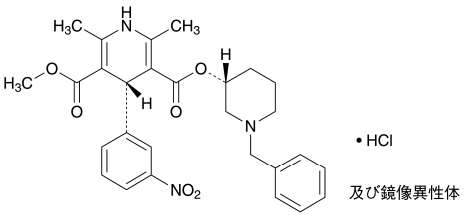
保存条件　遮光して保存する.

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる.

ベニジピン塩酸塩

Benidipine Hydrochloride

塩酸ベニジピン



$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl：542.02

3-[(3*RS*)-1-Benzylpiperidin-3-yl] 5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride

[*91599-74-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である.

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない.

融点：約200℃(分解).

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液(1→10)5mLにアンモニア試液5mLを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品20mgを水／メタノール混液(1：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約0.35のビスベンジルピペリジルエステル体，約0.75の酸化体及びその他の類縁物質のピークの面積は標準溶液のベニジピンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料

溶液のベニジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベニジピンのピーク面積より大きくない．ただし，ビスベンジルピペリジルエステル体及び酸化体のピーク面積はそれぞれ感度係数1.6を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール／テトラヒドロフラン混液(65：27：8)

流量：ベニジピンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベニジピンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加え，正確に20mLとする．この液10μLから得たベニジピンのピーク面積が，標準溶液のベニジピンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：本品6mg及びベンゾイン5mgを水／メタノール混液(1：1)200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイン，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は3.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，ギ酸10mLに溶かし，無水酢酸70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝54.20mg $C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl

貯法　容器　気密容器.

ベニジピン塩酸塩錠

Benidipine Hydrochloride Tablets

塩酸ベニジピン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl：542.02)を含む．

製法　本品は「ベニジピン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ベニジピン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノール100mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液10mLにメタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長235～239nm及び350～360nmに吸収の極大を示す．

純度試験　酸化体　本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「ベニジピン塩酸塩」20mgに対応する量をとり，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)約80mLを加えてよく振り混ぜた後，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピン20mgをとり，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約0.75の酸化体のピーク面積は，標準溶液のベニジピンのピーク面積の1／2より大きくない．ただし，酸化体のピーク面積は感度係数1.6を乗じた値とする．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たベニジピンのピーク面積が標準溶液のベニジピンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：塩酸ベニジピン6mg及びベンゾイン5mgを水／メタノール混液(1：1)200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイン，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)40mLを加えて，崩壊するまで振り混ぜた後，1mL中にベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)40μgを含む液になるように薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液20mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 1000$

M_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾインの水／メタノール混液(1：1)溶液(13→200000)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験

を行うとき，本品の2mg錠及び4mg錠の30分間の溶出率は80％以上であり，8mg錠の45分間の溶出率は85％以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)約2.2μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピンを105℃で2時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベニジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量(mg)

C：1錠中のベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(11：9)

流量：ベニジピンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベニジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.5％以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，メノウ製乳鉢を用いて粉末とする．ベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)約8mgに対応する量を精密に量り，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)約150mLを加えてよく振り混ぜた後，更に薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液20mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピンを105℃で2時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，薄めたリン酸(1→500)／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベニジピン塩酸塩($C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾインの水／メタノール混液(1：1)溶液(13→200000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール／テトラヒドロフラン混液(65：27：8)

流量：ベニジピンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

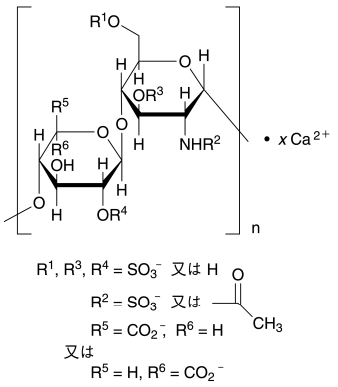
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0％以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ヘパリンカルシウム

Heparin Calcium



[37270-89-6]

本品は，健康な食用ブタの腸粘膜から得たD－グルコサミン及びウロン酸(L－イズロン酸又はD－グルクロン酸)の二糖単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのカルシウム塩である．

本品は，血液の凝固を遅延する作用を有する．本品は，1mg中150ヘパリン単位以上を含む．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，表示単位の90～110％を含み，また，カルシウム(Ca：40.08)8.0～12.0％を含む．

性状　本品は白色～帯灰褐色の粉末又は粒である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品10mgを水5mLに溶かした液に1mol/L塩酸試液0.1mL及びトルイジンブルーO溶液(1→20000)5mLを加えるとき，液は紫色～赤紫色を呈する．

（2）　本品及び理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品1mgずつを水1 mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつをとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液から得た主ピークの保持時間は等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B，移動相の送液及び流量は純度試験(9)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品1.0mgを水0.60mLに溶かした液90μL，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かした液30μL及びデルマタン硫酸エステル1.0mgを水2.0mLに溶かした液30μLを混和する．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，デルマタン硫酸エステル，ヘパリン，過硫酸化コンドロイチン硫酸の順に溶出し，デルマタン硫酸エステルとヘパリンとの分離度は1.0以上，ヘパリンと過硫酸化コンドロイチン硫酸との分離度は1.5以上である．

（3）　本品50mgを水5mLに溶かした液は，カルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水20mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.05以下である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021％以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下)．

（4）　バリウム　本品30mgを水3.0mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1.0mLに希硫酸3滴を加え，10分間放置するとき，液は混濁しない．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

（6）　総窒素　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は3.0％以下である．

（7）　たん白質　(4)の試料溶液1.0mLにトリクロロ酢酸溶液(1→5)5滴を加えるとき，液は沈殿又は混濁を生じない．

（8）　過硫酸化コンドロイチン硫酸　本品20mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000)0.60mLに溶かす．この液につき，3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により，プロトン共鳴周波数400MHz以上の装置1.1.を用いて^{1}Hを測定するとき，δ2.18±0.05ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸の*N*－アセチル基に由来するシグナルを認めないか，又は認めることがあっても，^{13}Cをデカップリングして測定するとき，そのシグナルは消失する．

試験条件

温度：25℃

スピニング：オフ

データポイント数：32768

スペクトル範囲：DHOのシグナルを中心に±6.0ppm

パルス角：90°

繰返しパルス待ち時間：20秒

ダミースキャン：4回

積算回数：ヘパリンの*N*－アセチル基のプロトンのシグナルのSN比が1000以上得られる回数

ウインドウ関数：指数関数(Line broadening factor＝0.2Hz)

システム適合性

システムの性能：本品20mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000)0.40mLに溶かした液に，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000)1.0mLに溶かした液0.20mLを加える．この液につき，上記の条件で操作するとき，δ2.04±0.02ppmにヘパリンの*N*－アセチル基に由来するシグナルを，及びδ2.18±0.05ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸の*N*－アセチル基に由来するシグナルを，それぞれ認める．

（9）　類縁物質　本品2.0mgを水0.1mLに溶かした液20μLを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，ヘパリンのピーク以降にピークを認めない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：202nm)

カラム：内径2.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4gを水

1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する．

移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4g及び過塩素酸リチウム106.4gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 3	90	10
3 ～ 15	90 → 0	10 → 100

流量：毎分0.2mL

測定範囲：溶媒のピークの後からヘパリンの保持時間の2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品10mgを水0.40mLに溶かし，ヘパリンナトリウム標準原液とする．別に過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かし，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液とする．ヘパリンナトリウム標準原液60μL，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液3μL及び水12μLを混和した液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピークを認める．

システムの性能：ヘパリンナトリウム標準原液120μLに過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液30μLを混和し，システム適合性試験用溶液とする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヘパリン，過硫酸化コンドロイチン硫酸の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 8%以下(50mg，減圧，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.0030EU/ヘパリン単位未満．

定量法

（1） ヘパリン

（i） 基質液 *N*－ベンゾイル－L－イソロイシル－L－グルタミル(γ－OR)－グリシル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリド塩酸塩15mgを水20mLに溶解する．

（ii） 活性化血液凝固X因子液 ウシ由来活性化血液凝固X因子を水に溶かし，1mL中に0.426単位を含む液を調製する．

（iii） 緩衝液 2－アミノ－2－ヒドロシキメチル－1,3－プロパンジオール6.06gを水750mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpH8.4に調整した後，水を加えて1000mLとする．

（iv） 反応停止液 酢酸(100)20mLに水を加え，40mLとする．

（v） ヘパリン標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品を生理食塩液に溶かし，1mL中に10単位を含むように調製した液100μLに緩衝液を加えて正確に5mLとし，標準原液とする．次の表に従い，標準原液にアンチトロンビンⅢ試液，ヒト正常血漿及び緩衝液を加え，ヘパリン標準溶液(1)，ヘパリン標準溶液(2)，ヘパリン標準溶液(3)，ヘパリン標準溶液(4)及びヘパリン標準溶液(5)を調製する．

ヘパリン標準溶液		緩衝液	アンチトロンビンⅢ試液	ヒト正常血漿	標準原液
No.	ヘパリン濃度 (単位／mL)	(μL)	(μL)	(μL)	(μL)
(1)	0	800	100	100	0
(2)	0.02	700	100	100	100
(3)	0.04	600	100	100	200
(4)	0.06	500	100	100	300
(5)	0.08	400	100	100	400

（vi） 試料溶液 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1mL中に約0.5単位を含む液を調製する．この液100μLにアンチトロンビンⅢ試液100μL，ヒト正常血漿100μL及び緩衝液700μLを加え，試料溶液とする．

（vii） 操作法 試験管に試料溶液400μLを入れ，37℃で4分間加温する．これに活性化血液凝固X因子液200μLを加えてよく混和し，37℃で正確に30秒間加温した後，あらかじめ37℃に加温した基質液400μLを加えてよく混和する．37℃で正確に3分間加温した後，反応停止液600μLを加え，直ちに混和する．この液につき，試料溶液400μLに反応停止液600μL及び水600μLを加えて混和したものを対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長405nmにおける吸光度を測定する．ヘパリン標準溶液(1)，ヘパリン標準溶液(2)，ヘパリン標準溶液(3)，ヘパリン標準溶液(4)及びヘパリン標準溶液(5)を試料溶液と同様に操作して，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長405nmにおける吸光度を測定する．

（viii） 計算法 ヘパリン標準溶液のヘパリン濃度と吸光度から検量線を作成し，試料溶液のヘパリン濃度Cを求め，次式により本品1mg中のヘパリン単位を計算する．

本品1mg中のヘパリン単位＝$C \times 10 \times b / a$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品を生理食塩液に溶かし，1mL中に約0.5単位を含む液を製したときの全容量(mL)

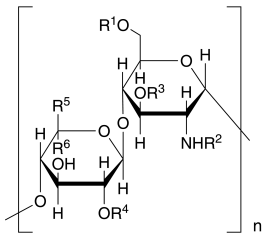
（2） カルシウム 本品約50mgを精密に量り，水20mLに溶かし，8mol/L水酸化カリウム試液2mLを加え，時々振り混ぜながら，3～5分間放置した後，NN指示薬0.1gを加え，直ちに0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝0.4008mg Ca

貯法 容器 気密容器．

ヘパリンナトリウム

Heparin Sodium



R^1, R^3, R^4 = SO_3Na 又は H

R^2 = SO_3Na 又は

R^5 = CO_2Na, R^6 = H
又は
R^5 = H, R^6 = CO_2Na

[*9041-08-1*]

本品は，健康な食用獣の肝，肺又は腸粘膜から得たD－グルコサミン及びウロン酸(L－イズロン酸又はD－グルクロン酸)の二糖単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのナトリウム塩である．

本品は，血液の凝固を遅延する作用がある．肝又は肺から製したものは1mg中110ヘパリン単位以上，腸粘膜から製したものは1mg中130ヘパリン単位以上を含む．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，表示単位の90～110%を含む．

本品は原料に用いた器官名を表示する．

性状　本品は白色～帯灰褐色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品及び理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品1mgずつを水1mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつをとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液から得た主ピークの保持時間は等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B，移動相の送液及び流量は純度試験(6)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品1.0mgを水0.60mLに溶かした液90μL，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かした液30μL及びデルマタン硫酸エステル1.0mgを水2.0mLに溶かした液30μLを混和する．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，デルマタン硫酸エステル，ヘパリン，過硫酸化コンドロイチン硫酸の順に溶出し，デルマタン硫酸エステルとヘパリンとの分離度は1.0以上，ヘパリンと過硫酸化コンドロイチン硫酸との分離度は1.5以上である．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水20mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（２）　バリウム　本品30mgを水3.0mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1.0mLに希硫酸3滴を加え，10分間放置するとき，液は混濁しない．

（３）　総窒素　本品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約0.1gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉によって試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は3.0%以下である．

（４）　たん白質　(2)の試料溶液1.0mLにトリクロロ酢酸溶液(1→5)5滴を加えるとき，液は沈殿又は混濁を生じない．

（５）　過硫酸化コンドロイチン硫酸　本品20mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000)0.60mLに溶かす．この液につき，3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により，プロトン共鳴周波数400MHz以上の装置1.1.を用いて^{1}Hを測定するとき，δ 2.15±0.02ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸の*N*－アセチル基に由来するシグナルを認めないか，又は認めることがあっても，^{13}Cをデカップリングして測定するとき，そのシグナルは消失する．

試験条件

温度：25℃

スピニング：オフ

データポイント数：32768

スペクトル範囲：DHOのシグナルを中心に±6.0ppm

パルス角：90°

繰返しパルス待ち時間：20秒

ダミースキャン：4回

積算回数：ヘパリンの*N*－アセチル基のプロトンのシグナルのSN比が1000以上得られる回数

ウインドウ関数：指数関数(Line broadening factor＝0.2Hz)

システム適合性

システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品20mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000)0.40mLに溶かした液に，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10000)1.0mLに溶かした液0.20mLを加える．この液につき，上記の条件で操作するとき，δ 2.04±0.02ppmにヘパリンの*N*－アセチル基に由来するシグナルを，及びδ 2.15±0.02ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸の*N*－アセチル基に由来するシグナルを，それぞれ認める．

（６）　類縁物質　本品2.0mgを水0.1mLに溶かした液20μLを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，ヘパリンのピーク以降にピークを認めない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：202nm)

カラム：内径2.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する．

移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4g及び過塩素酸リチウム106.4gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 3	90	10
3 ～ 15	90 → 0	10 → 100

流量：毎分0.2mL

測定範囲：溶媒のピークの後からヘパリンの保持時間の2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品10mgを水0.40mLに溶かし，ヘパリンナトリウム標準原液とする．別に過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かし，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液とする．ヘパリンナトリウム標準原液60μL，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液3μL及び水12μLを混和した液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピークを認める．

システムの性能：ヘパリンナトリウム標準原液120μLに過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液30μLを混和し，システム適合性試験用溶液とする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヘパリン，過硫酸化コンドロイチン硫酸の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（7） ガラクトサミン　本品2.4mgを水／塩酸混液(7：5)1.0mLに溶かし，試料原液とする．D－グルコサミン塩酸塩8.0mgを水／塩酸混液(7：5)に溶かして正確に10mLとした液99容量に，D－ガラクトサミン塩酸塩8.0mgを水／塩酸混液(7：5)に溶かして正確に10mLとした液1容量を加え，標準原液とする．試料原液及び標準原液500μLずつを共栓試験管にとり，それぞれを密栓して100℃で6時間加熱する．これらの液を室温まで冷やし，100μLずつをとり，減圧乾固する．それぞれの残留物にメタノール50μLずつを加え，室温で減圧乾固する．それぞれの残留物を水10μLずつに溶かし，アミノ安息香酸誘導体化試液40μLずつを加え，80℃で1時間加熱する．これらの液を室温まで冷やし，減圧乾固する．それぞれの残留物に，水及び酢酸エチル200μLずつを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離する．上層を除去し，それぞれの下層に酢酸エチル200μLずつを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離する．下層をそれぞれ試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液のグルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比は，標準溶液のグルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比より大きくない．

試験条件

検出器：蛍光光度計(励起波長：305nm，蛍光波長：360nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：水／トリフルオロ酢酸混液(1000：1)100mLにアセトニトリル100mLを加える．この液140mLを水／トリフルオロ酢酸混液(1000：1)860mLに加える．

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：注入後50分間

システム適合性

検出の確認：D－マンノサミン塩酸塩8.0mgを水／塩酸混液(7：5)10mLに溶かし，マンノサミン標準溶液とする．標準原液／マンノサミン標準溶液混液(100：1)500μLを共栓試験管にとり，密栓して100℃で6時間加熱する．この液を室温まで冷やし，100μLをとり，減圧乾固する．残留物にメタノール50μLを加え，室温で減圧乾固する．残留物を水10μLに溶かし，アミノ安息香酸誘導体化試液40μLを加え，80℃で1時間加熱する．この液を室温まで冷やし，減圧乾固する．残留物に，水及び酢酸エチル200μLずつを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離する．上層を除去し，下層に酢酸エチル200μLを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離し，下層をシステム適合性試験用溶液とする．この液5μLにつき，上記の条件で試験するとき，グルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比は，0.7～2.0%である．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験するとき，グルコサミン，マンノサミン，ガラクトサミンの順に溶出し，グルコサミンとマンノサミンとの分離度及びマンノサミンとガラクトサミンとの分離度は，それぞれ1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比の相対標準偏差は4.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　10%以下(20mg，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　40%以下(乾燥後，20mg)．

発熱性物質〈4.04〉　ウサギの体重1kgにつき，本品の表示単位に従い，1mL中1000単位を含むように生理食塩液を加えて調製した液2.0mLを注射し，試験を行うとき，適合する．

定量法

（i） 基質液　*N*－ベンゾイル－L－イソロイシル－L－グル

タミル(γ－OR)－グリシル－L－アルギニル－*p*－ニトロアニリド塩酸塩15mgを水20mLに溶解する．

(ⅱ) アンチトロンビンⅢ液　ヒト由来アンチトロンビンⅢを水に溶かし，1mL中に1単位を含む液を調製する．

(ⅲ) 活性化血液凝固Ｘ因子液　ウシ由来活性化血液凝固Ｘ因子を水に溶かし，1mL中に0.426単位を含む液を調製する．

(ⅳ) 緩衝液　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール6.06gを水750mLに溶かし，1mol/L塩酸試液を加えてpHを8.4に調整した後，水を加えて1000mLとする．

(ⅴ) 反応停止液　酢酸(100)20mLに水を加え，40mLとする．

(ⅵ) ヘパリン標準液　ヘパリンナトリウム標準品を生理食塩液に溶かし，1mL中に10単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液100μLに緩衝液を加えて正確に5mLとし，標準溶液とする．次の表に従い，標準溶液にアンチトロンビンⅢ液，ヒト正常血漿及び緩衝液を加え，ヘパリン標準液(1)，ヘパリン標準液(2)，ヘパリン標準液(3)，ヘパリン標準液(4)及びヘパリン標準液(5)を調製する．

ヘパリン標準液 No.	ヘパリン濃度(単位/mL)	緩衝液(μL)	アンチトロンビンⅢ液(μL)	ヒト正常血漿(μL)	標準溶液(μL)
(1)	0	800	100	100	0
(2)	0.02	700	100	100	100
(3)	0.04	600	100	100	200
(4)	0.06	500	100	100	300
(5)	0.08	400	100	100	400

(ⅶ) 試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1mL中に約0.5単位を含む液を調製する．この液100μLにアンチトロンビンⅢ液100μL，ヒト正常血漿100μL及び緩衝液700μLを加え，試料溶液とする．

(ⅷ) 操作法　試験管に試料溶液400μLを入れ，37℃で4分間加温する．これに活性化血液凝固Ｘ因子液200μLを加えてよく混和し，37℃で正確に30秒間加温した後，あらかじめ37℃に加温した基質液400μLを加えてよく混和する．37℃で正確に3分間加温した後，反応停止液600μLを加え，直ちに混和する．別に試料溶液400μLに反応停止液600μL及び水600μLを加えて混和したものを対照とし，波長405nmにおける吸光度を測定する．ヘパリン標準液(1)，ヘパリン標準液(2)，ヘパリン標準液(3)，ヘパリン標準液(4)及びヘパリン標準液(5)につき，同様に操作して，波長405nmにおける吸光度を測定する．

(ⅸ) 計算法　縦軸に吸光度を，横軸にヘパリン標準液のヘパリン濃度をとり，各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光度をグラフ用紙にプロットし，検量線を作成する．この検量線を用いて，試料溶液の吸光度からヘパリン濃度Cを求め，次式により本品1mg中のヘパリン単位を計算する．

本品1mg中のヘパリン単位＝$C \times 10 \times b / a$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品を生理食塩液に溶かし，1mL中に約0.5単位を含む液を製したときの全容量(mL)

貯法　容器　気密容器．

ヘパリンナトリウム注射液

Heparin Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたヘパリン単位の90～110%を含む．

本品はその製造に用いた「ヘパリンナトリウム」の原料の器官名を表示する．

製法　本品は「ヘパリンナトリウム」をとり，「生理食塩液」に溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

ｐＨ〈*2.54*〉　5.5～8.0

純度試験

（1） バリウム　本品の表示単位に従い「ヘパリンナトリウム」3000単位に対応する容量を正確に量り，水を加えて3.0mLとし，試料溶液とする．試料溶液1.0mLに希硫酸3滴を加え，10分間放置するとき，液は混濁しない．

（2） たん白質　「ヘパリンナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.0030EU/単位未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　「ヘパリンナトリウム」の定量法を準用する．ただし，(ⅶ)試料溶液及び(ⅸ)計算法は次のとおりとする．

試料溶液：本品の適量を正確に量り，その1mL中に約0.5単位を含むように生理食塩液を加えて薄める．この液100μLにアンチトロンビンⅢ液100μL，ヒト正常血漿100μL及び緩衝液700μLを加え，試料溶液とする．

計算法：縦軸に吸光度を，横軸にヘパリン標準液のヘパリン濃度をとり，各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光度をグラフ用紙にプロットし，検量線を作成する．この検量線を用いて，試料溶液の吸光度からヘパリン濃度Cを求め，次式により本品1mL中のヘパリン単位を計算する．

本品1mL中のヘパリン単位＝$C \times 10 \times b / a$

a：本品の秤取量(mL)

b：本品に生理食塩液を加え，1mL中に約0.5単位を含む液を製したときの全容量(mL)

貯法

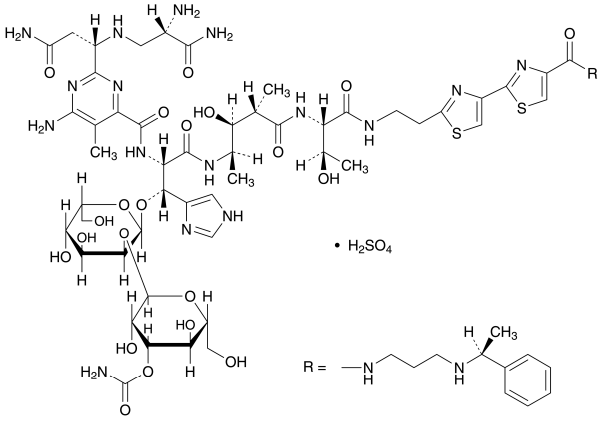
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

ペプロマイシン硫酸塩

Peplomycin Sulfate

硫酸ペプロマイシン



$C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2 \cdot H_2SO_4$：1571.67

N^1-{3-[(1*S*)-(1-Phenylethyl)amino]propyl}bleomycinamide monosulfate

[*70384-29-1*]

本品は，*Streptomyces verticillus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり865～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ペプロマイシン($C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2$：1473.59)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（１）　本品4mgを硫酸銅(Ⅱ)試液5μL及び水に溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペプロマイシン硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品及びペプロマイシン硫酸塩標準品10mgを量り，それぞれを水6mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→125)0.5mLずつを加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得た主ピークの保持時間は標準溶液から得た主ピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相原液，移動相A，移動相B，移動相の送液及び流量は，純度試験(3)の試験条件を準用する．

（３）　本品の水溶液(1→200)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－2～－5°(乾燥物に換算したもの0.1g，pH5.3の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品80mgを水4mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　銅　本品75mgを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)10mLに溶かし，試料溶液とする．別に銅標準原液5.0mLをとり，薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に100mLとする．この液3.0mLを薄めた硝酸(1→100)に加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない(200ppm以下)．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

（３）　類縁物質　本品約10mgを水6mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→125)0.5mLを加え，試料溶液とする．試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，硫酸銅のピークの後に溶出する各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりペプロマイシンのピーク以外のピークの量を求めるとき，その合計は7.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相原液：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム0.96g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物1.86gを水1000mLに溶かし，酢酸(100)5mLを加えた後，アンモニア試液を加えてpH4.3に調整する．

移動相A：移動相原液／メタノール混液(9：1)

移動相B：移動相原液／メタノール混液(3：2)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分1.2mL

面積測定範囲：硫酸銅のピークの後からペプロマイシン溶出後20分の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たペ

プロマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10μLから得たペプロマイシンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペプロマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ30000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：試料溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペプロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(60mg，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607を用いる．

(ii)　基層用カンテン培地，種層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地　グリセリン10.0g，ペプトン10.0g，肉エキス10.0g，塩化ナトリウム3.0g，カンテン15.0g及び水1000mLを混和し，滅菌する．ただし，滅菌後のpHは水酸化ナトリウム試液を加えて6.9～7.1とする．

(iii)　試験菌浮遊用液状培地　グリセリン10.0g，ペプトン10.0g，肉エキス10.0g，塩化ナトリウム3.0g及び水1000mLを混和し，滅菌する．ただし，滅菌後のpHは水酸化ナトリウム試液を加えて6.9～7.1とする．

(iv)　種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地を用いて27℃で40～48時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地100mLに移植し，25～27℃で5日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は5℃以下に保存し，14日以内に使用する．試験菌液0.5mLを，48℃に保った種層用カンテン培地100mLに加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

(v)　円筒カンテン平板の調製　「1.7.円筒カンテン平板の調製」を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は5.0mL，また，種層カンテン培地の量は8.0mLとする．

(vi)　標準溶液　ペプロマイシン硫酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，15日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(vii)　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

注射用ペプロマイシン硫酸塩

Peplomycin Sulfate for Injection

注射用硫酸ペプロマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するペプロマイシン($C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2$：1473.59)を含む．

製法　本品は「ペプロマイシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「ペプロマイシン硫酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，硫酸銅(II)試液15μL及び水に溶かし，2mLとする．この液をカラム(75～150μmのカラムクロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂(Cl型)15mLを内径15mm，長さ15cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，流出させる．次に毎分2.5mLで水を用いてカラムを洗い，約30mLの流出液をとる．流出液に水を加えて250mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長242～246nm及び291～295nmに吸収の極大を示す．また波長243nm及び293nmにおける吸光度A_1及びA_2を測定するとき，A_1/A_2は1.20～1.30である．

浸透圧比　別に規定する．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ペプロマイシン硫酸塩」50mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ペプロマイシン硫酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(60mg，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　1.5EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

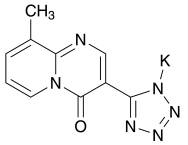
(i)　試験菌，培地，試験菌浮遊用液状培地，種層カンテン培地の調製，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は「ペプロマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

(ii)　試料溶液　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ペプロマイシン硫酸塩」約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

ペミロラストカリウム

Pemirolast Potassium



$C_{10}H_7KN_6O$：266.30

Monopotassium 5-(9-methyl-4-oxo-4*H*-pyrido[1,2-*a*]pyrimidin-3-yl)-1*H*-tetrazol-1-ide

[*100299-08-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい.

本品は水酸化カリウム試液に溶ける.

融点：約322℃(分解).

確認試験

（１）　本品の薄めた水酸化カリウム試液(1→10000)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペミロラストカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペミロラストカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（３）　本品はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である.

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　類縁物質　本品50mgをpH8.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：2)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に100mLとする．この液2.5mLを正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペミロラスト以外のピークの面積は，標準溶液のペミロラストのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：ペミロラストの保持時間の約9倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，pH8.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たペミロラストのピーク面積が，標準溶液のペミロラストのピーク面積の15～25%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペミロラストのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.7以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペミロラストのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（４）　残留溶媒　別に規定する.

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.1g，電量滴定法).

定量法　本品及びペミロラストカリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれをpH8.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：2)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，pH8.0のリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：2)を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペミロラストのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アミノ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／酢酸(100)混液(30：20：1)

流量：ペミロラストの保持時間が約5分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペミロラスト，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペミロラストのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ペミロラストカリウム錠

Pemirolast Potassium Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$：266.30)を含む．

製法　本品は「ペミロラストカリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255～259nm及び355～359nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)5mg当たり水50mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまで振り混ぜる．1mL中にペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)約50μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，薄めた水酸化カリウム試液(1→100)1mLを加えた後，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 400$

M_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液にpH5.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，5mg錠の45分間の溶出率は75%以上であり，10mg錠の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めた水酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え，試料溶液とする．別にペミロラストカリウム標準品(別途「ペミロラストカリウム」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めた水酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)約5mgに対応する量を精密に量り，水50mLを加えて20分間よく振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，薄めた水酸化カリウム試液(1→100)1mLを加え，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にペミロラストカリウム標準品(別途「ペミロラストカリウム」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めた水酸化カリウム試液(1→100)1mLを加え，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長357nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 4$

M_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シロップ用ペミロラストカリウム

Pemirolast Potassium for Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$：266.30)を含む．

製法　本品は「ペミロラストカリウム」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255～259nm及び355～359nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ　別に規定する．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，水に溶かし，1mL中にペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)約50μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 400$

M_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量(mg)

定量法　本品を粉末とし，ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)約5mgに対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にペミロラストカリウム

標準品(別途「ペミロラストカリウム」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長357nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

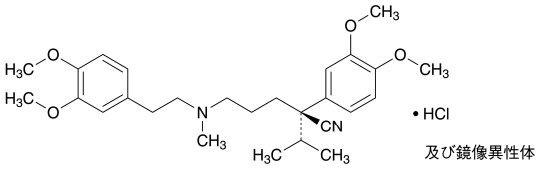
ペミロラストカリウム($C_{10}H_7KN_6O$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ベラパミル塩酸塩

Verapamil Hydrochloride
塩酸イプロベラトリル
塩酸ベラパミル



$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl：491.06
(2*RS*)-5-[(3,4-Dimethoxyphenethyl)methylamino]-2-(3,4-dimethoxyphenyl)-2-(1-methylethyl)pentanenitrile monohydrochloride
[*152-11-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．
本品はメタノール，酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品の水溶液(1→50)2mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．
（2）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　141～145℃
ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは4.5～6.5である．

純度試験
（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．
（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．
（4）　類縁物質　本品0.50gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．別に標準原液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した2枚の薄層板にスポットする．1枚の薄層板はシクロヘキサン／ジエチルアミン混液(17：3)を展開溶媒として約15cm展開し，風乾した後，110℃で1時間乾燥する．冷却した後，塩化鉄(Ⅲ)・ヨウ素試液を均等に噴霧し，直ちに観察するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外の濃い方から3個のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．その他のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．残りの薄層板はトルエン／メタノール／アセトン／酢酸(100)混液(14：4：1：1)を展開溶媒として，同様に試験を行う．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．
強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.7gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝49.11mg $C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密閉容器．

ベラパミル塩酸塩錠

Verapamil Hydrochloride Tablets
塩酸ベラパミル錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl：491.06)を含む．

製法　本品は「ベラパミル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ベラパミル塩酸塩」

0.2gに対応する量をとり，0.02mol/L塩酸試液70mLを加え，60℃の水浴中で時々振り混ぜる．冷後，0.02mol/L塩酸試液を加えて100mLとした後，ろ過する．ろ液3mLにライネッケ塩試液数滴を加えるとき，淡紅色の沈殿を生じる．

（２）　(1)のろ液2mLに0.02mol/L塩酸試液を加え，100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227～231nm及び276～280nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.02mol/L塩酸試液70mLを加え，60℃の水浴中で30分間時々振り混ぜながら崩壊させた後，更に5分間抽出する．冷後，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとした後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液 V mLを正確にとり，1mL中にベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl)約40μgを含む液となるように0.02mol/L塩酸試液を加え，正確に V' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/25$

M_S：定量用塩酸ベラパミルの秤取量(mg)

定量法　本品10個をとり，0.02mol/L塩酸試液140mLを加え，60℃の水浴中で約30分間時々振り混ぜながら崩壊させた後，更に5分間抽出する．冷後，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとした後，ろ過する．初めのろ液20mLを除いた後，ベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl)約4mgに対応する容量のろ液を正確にとり，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベラパミルを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，0.02mol/L塩酸試液70mLを加え，60℃の水浴中で時々振り混ぜながら溶かす．冷後，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この4mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長278nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ベラパミル塩酸塩($C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl)の量(mg)

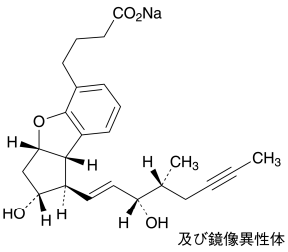
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/25$

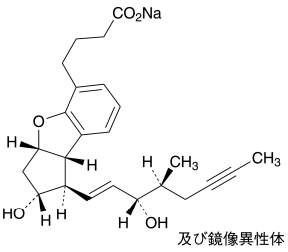
M_S：定量用塩酸ベラパミルの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

ベラプロストナトリウム

Beraprost Sodium





$C_{24}H_{29}NaO_5$：420.47

Monosodium (1*RS*,2*RS*,3a*SR*,8b*SR*)-2,3,3a,8b-tetrahydro-2-hydroxy-1-[(1*E*,3*SR*,4*RS*)-3-hydroxy-4-methyloct-1-en-6-yn-1-yl]-1*H*-cyclopenta[*b*]benzofuran-5-butanoate

Monosodium (1*RS*,2*RS*,3a*SR*,8b*SR*)-2,3,3a,8b-tetrahydro-2-hydroxy-1-[(1*E*,3*SR*,4*SR*)-3-hydroxy-4-methyloct-1-en-6-yn-1-yl]-1*H*-cyclopenta[*b*]benzofuran-5-butanoate

[*88475-69-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液(1→200)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(3→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品のメタノール溶液(1→1000)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　類縁物質　本品20mgをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液15μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ベラプロストの2つのピークのうち，後に溶出するピークに対する相対保持時間約0.5のピーク，相対保持時間約1.7に近接して現れる2つのピーク及び相対保持時間約2.0に近接して現れる2つのピークはそれぞれ0.2%以下，相対保持時間約1.2のピークは0.3%以下であり，ベラプロストの2つのピーク及び上記以外のピークの面積は0.1%未満である．また，ベラプロストの2つのピーク以外のピークの合計面積は1.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：水／アセトニトリル／メタノール／酢酸(100)混液(640：330：30：1)

移動相B：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(900：100：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	100	0
30 ～ 45	100 → 56	0 → 44
45 ～ 60	56	44
60 ～ 70	56 → 0	44 → 100
70 ～ 80	0	100

流量：ベラプロストの2つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が約23分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後80分まで

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを量り，メタノールを加えて20mLとする．この液1mLを量り，メタノールを加えて20mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液15μLから得たベラプロストの2つのピーク面積の和が，システム適合性試験用溶液のベラプロストの2つのピーク面積の和の14～26%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベラプロストの2つのピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベラプロストの2つのピーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である．

（2） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 3.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，シリカゲル，60℃，5時間)．

異性体比 本品10mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液15μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．保持時間25分付近のピークの面積A_a及び保持時間27分付近のピークの面積A_bを測定するとき，A_b／A_aは0.90～1.10である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(600：400：1)

流量：ベラプロストの2つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が約27分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベラプロストの2つのピークの分離度は1.2以上である．

システムの再現性：試料溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベラプロストの2つのピーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水で薄めたエタノール(7→10)30mLに溶かし，0.2mol/L塩酸試液2mLを正確に加え，0.025mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．

0.025mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液1mL
＝10.51mg $C_{24}H_{29}NaO_5$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ベラプロストナトリウム錠

Beraprost Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$：420.47)を含む．

製法 本品は「ベラプロストナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ベラプロストナトリウム」0.2mgに対応する量をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液に0.1mol/L塩酸試液1mLを加え，酢酸エチル50mLずつで2回抽出し，抽出液を合わせ，40℃で減圧留去する．残留物をメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．別にベラプロストナトリウム1mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル11容量，水10容量，イソオクタン4容量及び酢酸(100)2容量を激しく振り混ぜ，上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，120℃で30分間加熱する．冷後，エタノール(99.5)／水／硫酸／4－メトキシベンズアルデヒド混液(17：2：1：1)を均等に噴霧した後，120℃で3分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)約2μgを含む液となるように内標準溶液V mLを正確に加え，30℃で30分間振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10000$

M_S：定量用ベラプロストナトリウムの秤取量(mg)

内標準溶液　水／4−イソプロピルフェノールのメタノール溶液(1→250000)混液(1：1)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)約22ngを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ベラプロストナトリウムをシリカゲルを乾燥剤として60℃で5時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液200μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベラプロストの2つのピーク面積の和A_T及びA_Sを測定する．

ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 100$

M_S：定量用ベラプロストナトリウムの秤取量(mg)
C：1錠中のベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)の表示量(mg)

試験条件
検出器，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
流量：ベラプロストの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液200μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベラプロストの2つのピークの分離度は1.2以上である．
システムの再現性：標準溶液200μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベラプロストの2つのピーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)約40μgに対応する量を精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，30℃で30分間振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ベラプロストナトリウムをシリカゲルを乾燥剤として60℃で5時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，40℃でメタノールを減圧留去する．残留物に内標準溶液20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベラプロストの2つのピーク面積の和の比Q_T及びQ_Sを求める．

ベラプロストナトリウム($C_{24}H_{29}NaO_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 500$

M_S：定量用ベラプロストナトリウムの秤取量(mg)

内標準溶液　水／4−イソプロピルフェノールのメタノール溶液(1→250000)混液(1：1)

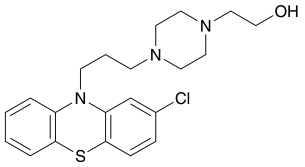
試験条件
検出器：蛍光光度計(励起波長：285nm，蛍光波長：614nm)
カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(650：350：1)
流量：ベラプロストの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベラプロストの順に溶出し，内標準物質とベラプロストの2つのピークのうち，先に溶出するピークの分離度は11以上及びベラプロストの2つのピークの分離度は1.5以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベラプロストの2つのピーク面積の和の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ペルフェナジン

Perphenazine



$C_{21}H_{26}ClN_3OS$：403.97
2-{4-[3-(2-Chloro-10*H*-phenothiazin-10-yl)propyl]piperazin-1-yl}ethanol
[*58-39-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品5mgを硫酸5mLに溶かすとき，液は赤色を呈する．次にこの液を加温するとき，濃赤紫色となる．

（2） 本品0.2gをメタノール2mLに溶かし，この液を2,4,6－トリニトロフェノールの温メタノール溶液(1→25)10mLに加えて4時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105℃で1時間乾燥したものの融点〈2.60〉は237～244℃(分解)である．

（3） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，この液10mLに水10mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉 95～100℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2） 類縁物質 本操作は，光を避け，遮光した容器を用い，窒素気流中で行う．本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／1mol/Lアンモニア試液混液(5：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，65℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.20mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ペルフェナジン錠

Perphenazine Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対するペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$：403.97)を含む．

製法 本品は「ペルフェナジン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ペルフェナジン」25mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液2mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「ペルフェナジン」の確認試験(1)を準用する．

（2） (1)のろ液5mLをとり，この液を2,4,6－トリニトロフェノール酸の温メタノール溶液(1→25)10mLに加え，以下「ペルフェナジン」の確認試験(2)を準用する．

（3） 定量法のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長309～313nmに吸収の極大を示す．また，この液10mLにメタノール30mLを加えた液につき，吸収スペクトルを測定するとき，波長256～260nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール70mLを加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液 V mLを正確に量り，1mL中にペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)約4μgを含む液となるようにメタノールを加え，正確に V' mLとし，試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として65℃で4時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/25$

M_S：ペルフェナジン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤

として65℃で4時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液5mLに溶かした後，試験液を加えて正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 36$

M_S：ペルフェナジン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)約4mgに対応する量を精密に量り，メタノール70mLを加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として65℃で4時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に250mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

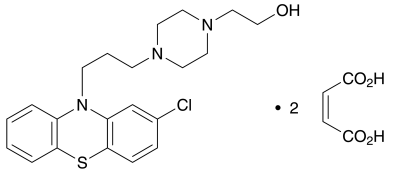
ペルフェナジン($C_{21}H_{26}ClN_3OS$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

M_S：ペルフェナジン標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ペルフェナジンマレイン酸塩

Perphenazine Maleate
マレイン酸ペルフェナジン



$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$：636.11
2-{4-[3-(2-Chlorophenothiazin-10-yl)propyl]piperazin-1-yl}ethanol dimaleate
[*58-39-9*，ペルフェナジン]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはない．
本品は酢酸(100)にやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，クロロホルムにほとんど溶けない．
本品は希塩酸に溶ける．
本品は光によって徐々に着色する．
融点：約175℃(分解)．

確認試験
（1）　本品8mgを硫酸5mLに溶かすとき，液は赤色を呈する．次にこの液を加温するとき，濃赤紫色となる．
（2）　本品0.3gを希塩酸3mLに溶かし，水2mLを加えた後，アンモニア水(28)3mLを加えて振り混ぜ，クロロホルム10mLずつで3回抽出する[水層は(5)の試験に用いる]．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール20mLに溶かし，この液を2,4,6－トリニトロフェノールの温メタノール溶液(1→25)10mLに加えて4時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は237～244℃(分解)である．
（3）　本品の水溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，この液10mLに水30mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．
（5）　(2)の水層を蒸発乾固した後，残留物に希硫酸1mL及び水5mLを加え，ジエチルエーテル25mLずつで4回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，約35℃の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点〈*2.60*〉は128～136℃である．

純度試験
（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.81mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密閉容器．

ペルフェナジンマレイン酸塩錠

Perphenazine Maleate Tablets

マレイン酸ペルフェナジン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$：636.11)を含む.

製法 本品は「ペルフェナジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品は粉末とし，表示量に従い「ペルフェナジンマレイン酸塩」0.04gに対応する量をとり，希塩酸3mL及び水30mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液にアンモニア水(28)3mLを加えて振り混ぜ，クロロホルム10mLずつで3回抽出する[水層は(4)の試験に用いる]．全クロロホルム抽出液を合わせ，水5mLずつで2回洗い，クロロホルム層を分取する．このクロロホルム抽出液6mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物につき「ペルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験(1)を準用する.

（2） (1)のクロロホルム抽出液20mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物をメタノール20mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液を加温し，これに2,4,6－トリニトロフェノールの温メタノール溶液(1→25)5mLを加えて4時間放置し，以下「ペルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験(2)を準用する.

（3） 定量法のろ液2mLに水を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長253～257nm及び303～313nmに吸収の極大を示す.

（4） (1)の水層をとり，必要ならばろ過する．ろ液を約5mLとなるまで蒸発し，希硫酸2mLを加え，ジエチルエーテル10mLずつで2回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を硫酸試液5mLに溶かし，過マンガン酸カリウム試液1～2滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液15mLを加えて崩壊させた後，メタノール50mLを加えて強く振り混ぜ，更に水を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，1mL中にペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)約6μgを含む液となるように水を加えて正確に$V'$ mLとし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを105℃で3時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液15mL及びメタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液3mL，メタノール10mL及び水を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50$

M_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である.

本操作は光を避けて行う．本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)約3.5μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，試験液を加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 45/4$

M_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量(mg)

C：1錠中のペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)約40mgに対応する量を精密に量り，1mol/L塩酸試液15mL及びメタノール50mLを加えて強く振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，1mol/L塩酸試液15mL及びメタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ペルフェナジンマレイン酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量(mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する.

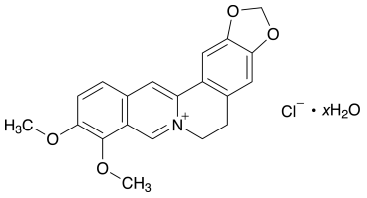
容器 気密容器.

ベルベリン塩化物水和物

Berberine Chloride Hydrate

塩化ベルベリン

ベルベリン塩化物



$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$

9,10-Dimethoxy-5,6-dihydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquino[3,2-*a*]isoquinolin-7-ium chloride hydrate

[*633-65-8*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81)95.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.1gに水20mLを加え，加温して溶かし，硝酸0.5mLを加えた後，冷却し，約10分間放置後ろ過する．ろ液3mLに硝酸銀試液1mLを加え，生じる沈殿をろ取する．この沈殿は希硝酸を加えても溶けないが，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1）　酸　本品0.10gに水30mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに水48mL及び希塩酸2mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに希塩酸1mL，ブロモフェノールブルー試液5～10滴及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約2倍の範囲

検出感度：標準溶液10μLから得たベルベリンのピーク高さがフルスケールの約10%になるように調整する．

水分〈*2.48*〉　8～12%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約10mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)

カラム：内径約4mm，長さ約25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン1mgずつを移動相に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度が1.5以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベンザルコニウム塩化物

Benzalkonium Chloride
塩化ベンザルコニウム

本品は$[C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$で示され，RはC_8H_{17}～$C_{18}H_{37}$で，主として$C_{12}H_{25}$及び$C_{14}H_{29}$からなる．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベンザルコニウム塩化物($C_{22}H_{40}ClN$：354.01として)95.0～105.0%を含む．

性状 本品は白色～黄白色の粉末又は無色～淡黄色のゼラチン状の小片，ゼリー様の流動体若しくは塊で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品0.2gを硫酸1mLに溶かし，硝酸ナトリウム0.1gを加えて水浴上で5分間加熱する．冷後，水10mL及び亜鉛粉末0.5gを加え，5分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2） 本品の水溶液(1→1000)2mLにブロモフェノールブルー溶液(1→2000)0.2mL及び水酸化ナトリウム試液0.5mLの混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム4mLを加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液(1→100)1mLにエタノール(95)2mL，希硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 石油エーテル可溶物 本品3.0gをとり，水を加えて50mLとした液にエタノール(99.5)50mLを加える．0.5mol/L水酸化ナトリウム試液5mLを加え，石油エーテル50mLずつで3回抽出する．石油エーテル抽出液を合わせ，希エタノール50mLずつで3回洗い，無水硫酸ナトリウム10gを加えてよく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル10mLずつで2回洗う．水浴上で加熱して石油エーテルを留去し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その残分は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 15.0%以下(容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(1g).

定量法 本品約0.15gを精密に量り，水75mLに溶かした後，薄めた希塩酸(1→2)を滴加してpHを2.6～3.4に調整し，メチルオレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈するまで0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL
＝7.080mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯法 容器 気密容器.

ベンザルコニウム塩化物液

Benzalkonium Chloride Solution
塩化ベンザルコニウム液

本品は50.0w/v%以下のベンザルコニウム塩化物を含む水溶液である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するベンザルコニウム塩化物($C_{22}H_{40}ClN$：354.01として)を含む．

製法 本品は「ベンザルコニウム塩化物」をとり，「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」に溶かして製する．又は「濃ベンザルコニウム塩化物液50」をとり，「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」で薄めて製する．

性状 本品は無色～淡黄色澄明の液で，特異なにおいがある．

本品は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.2gに対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験(1)を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.01gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとする．この液2mLにつき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験(2)を準用する．

（3） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」1gに対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して10mLとする．この液1mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて200mLとした液につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験(3)を準用する．

（4） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.1gに対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して10mLとする．この液1mLにつき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験(4)を準用する．

定量法 本品のベンザルコニウム塩化物($C_{22}H_{40}ClN$として)約0.15gに対応する容量を正確に量り，必要ならば水を加えて75mLとし，以下「ベンザルコニウム塩化物」の定量法を準用する．

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL
＝7.080mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯法 容器 気密容器.

濃ベンザルコニウム塩化物液50

Benzalkonium Chloride Concentrated Solution 50

濃塩化ベンザルコニウム液50

本品は$[C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$で示され，RはC_8H_{17}～$C_{18}H_{37}$で，主として$C_{12}H_{25}$及び$C_{14}H_{29}$からなるものの水溶液である．

本品は定量するとき，50.0超～55.0%のベンザルコニウム塩化物($C_{22}H_{40}ClN$：354.01として)を含む．

性状　本品は無色～淡黄色の液又はゼリー様の流動体で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えた液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1）　本品0.4gを硫酸1mLに溶かし，硝酸ナトリウム0.1gを加えて水浴上で5分間加熱する．冷後，水10mL及び亜鉛粉末0.5gを加え，5分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2）　本品の水溶液(1→500)2mLにブロモフェノールブルー溶液(1→2000)0.2mL及び水酸化ナトリウム試液0.5mLの混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム4mLを加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとベンザルコニウム塩化物の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→50)1mLにエタノール(95)2mL，希硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　石油エーテル可溶物　本品6.0gをとり，水を加えて50mLとした液にエタノール(99.5)50mLを加える．0.5mol/L水酸化ナトリウム試液5mLを加え，石油エーテル50mLずつで3回抽出する．石油エーテル抽出液を合わせ，希エタノール50mLずつで3回洗い，無水硫酸ナトリウム10gを加えてよく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル10mLずつで2回洗う．水浴上で加熱して石油エーテルを留去し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その残分は1.0%以下である．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

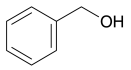
定量法　本品約0.3gを精密に量り，水75mLに溶かした後，薄めた希塩酸(1→2)を滴加してpHを2.6～3.4に調整し，メチルオレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈するまで0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL
　＝7.080mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯法　容器　気密容器.

ベンジルアルコール

Benzyl Alcohol



C_7H_8O：108.14

Benzyl alcohol

[*100-51-6*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，ベンジルアルコール(C_7H_8O)98.0～100.5%を含む．

◆本品のうち，注射剤に用いるものについてはその旨表示する．◆

◆**性状**　本品は無色澄明の油状の液である．

本品はエタノール(95)，脂肪油又は精油と混和する．

本品は水にやや溶けやすい．

比重　d_{20}^{20}：1.043～1.049◆

◆**確認試験**　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.538～1.541

純度試験

◆（1）　溶状　本品2.0mLを水60mLに溶かすとき，液は無色澄明である．◆

（2）　酸　本品10mLにエタノール(95)10mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加え，液の色が淡赤色を呈するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加するとき，その量は1.0mL以下である．

（3）　ベンズアルデヒド及び他の類縁物質　本品を試料溶液とする．別にエチルベンゼン0.100gを正確に量り，本品に溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，本品を加えて正確に20mLとし，エチルベンゼン原液とする．また，ジシクロヘキシル2.000gを正確に量り，本品に溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，本品を加えて正確に20mLとし，ジシクロヘキシル原液とする．更にベンズアルデヒド0.750g及びシクロヘキシルメタノール0.500gを正確に量り，本品を加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，エチルベンゼン原液2mL及びジシクロヘキシル原液3mLを正確に加え，本品を加えて正確に20mLとし，標準溶液(1)とする．試料溶液及び標準溶液(1)0.1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフ

ィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液にエチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークの保持時間と一致するピークを認めた場合は，標準溶液(1)のエチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピーク面積は，試料溶液の対応するピーク面積を差し引き，補正する．試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は，標準溶液(1)と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない(0.15%)．試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は，標準溶液(1)と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない(0.10%)．試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノール以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のエチルベンゼンのピーク面積，又は必要ならばそれを補正した面積の4倍より大きくない(0.04%)．試料溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計面積は，標準溶液(1)のジシクロヘキシルのピーク面積，又は必要ならばそれを補正した面積より大きくない(0.3%)．ただし，標準溶液(1)のエチルベンゼンのピーク面積，又は必要ならばそれを補正した面積の100分の1以下のピークは用いない．

なお，注射用に使用する，と表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする．

本品を試料溶液とする．別にベンズアルデヒド0.250g及びシクロヘキシルメタノール0.500gを正確に量り，本品を加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，エチルベンゼン原液2mL及びジシクロヘキシル原液2mLを正確に加え，本品を加えて正確に20mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液及び標準溶液(2)0.1μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液にエチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークの保持時間と一致するピークを認めた場合は，標準溶液(2)のエチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークの面積は，試料溶液の対応するピーク面積を差し引き，補正する．試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は，標準溶液(2)と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない(0.05%)．試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は，標準溶液(2)と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない(0.10%)．試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノール以外のピークの合計面積は，標準溶液(2)のエチルベンゼンのピーク面積，又は必要ならばそれを補正した面積の2倍より大きくない(0.02%)．試料溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計面積は，標準溶液(2)のジシクロヘキシルのピーク面積，又は必要ならばそれを補正した面積より大きくない(0.2%)．ただし，標準溶液(2)のエチルベンゼンのピーク面積，又は必要ならばそれを補正した面積の100分の1以下のピークは用いない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを厚さ0.5μmで被覆する．

カラム温度：50℃付近の一定温度で注入し，毎分5℃で220℃まで昇温し，220℃を35分間保持する．

注入口温度：200℃付近の一定温度

検出器温度：310℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：25cm/秒

スプリット比：スプリットレス

検出感度：標準溶液(1)0.1μLを注入するとき，検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の30%以上になるように調整する．ただし，注射用に使用する，と表示するものについては標準溶液(2)を使用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液(1)につき，上記の条件で操作するとき，ベンジルアルコールの保持時間は約26分であり，またベンジルアルコールに対する相対保持時間は，エチルベンゼン約0.28，ジシクロヘキシル約0.59，ベンズアルデヒド約0.68，シクロヘキシルメタノール約0.71である．また，ベンズアルデヒドとシクロヘキシルメタノールの分離度は3.0以上である．ただし，注射用に使用する，と表示するものについては標準溶液(2)を使用する．

（4） 過酸化物価　本品約5gを精密に量り，250mLの共栓付き三角フラスコにとり，酢酸(100)／クロロホルム混液(3：2)30mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム飽和溶液0.5mLを加え，正確に1分間振り混ぜた後，水30mLを加える．この液につき，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液をゆっくりと加え，激しく振り混ぜながら滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が淡黄色に変わるとき，デンプン試液5mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，次式により過酸化物価を計算するとき，その値は5以下である．空試験における0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，0.1mLを超えてはならない．

過酸化物価(mEq/kg)＝$10\times(V_1-V_0)/M$

V_1：本試験での0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液滴定量(mL)

V_0：空試験での0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液滴定量(mL)

M：本品の秤取量(g)

（5） 蒸発残留物　過酸化物価の試験に適合することを確認した後，試験する．本品10.0gを磁製若しくは石英製のるつぼ，又は白金製の皿にとり，200℃を超え沸騰しないように注意しながらホットプレート上で蒸発乾固する．残留物をホットプレート上で1時間乾燥した後，デシケーター中で放冷するとき，その量は5mg以下である．

定量法　本品約0.9gを精密に量り，新たに調製したピリジン／無水酢酸混液(7：1)15mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱する．冷後，水25mLを加え，過量の酢酸を1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝108.1mg C_7H_8O

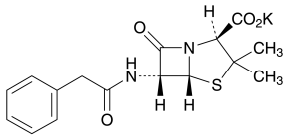
◆**貯法**

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器. ◆

ベンジルペニシリンカリウム

Benzylpenicillin Potassium
結晶ペニシリンGカリウム
ペニシリンGカリウム



$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$：372.48
Monopotassium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate
[*113-98-4*]

本品は，*Penicillium*属の培養によって得られる抗細菌活性を有するペニシリン系化合物のカリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり1430～1630単位を含む．ただし，本品の力価は，ベンジルペニシリンカリウム($C_{16}H_{17}KN_2O_4S$)としての量を単位で示し，その1単位はベンジルペニシリンカリウム0.57μgに対応する．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を示す．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋270～＋300°(乾燥物に換算したもの1g，水，50mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，磁製のるつぼを用い，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品40mgを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の個々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンジルペニシリン以外の個々のピーク面積は，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のベンジルペニシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(33→5000)／アセトニトリル混液(19：6)にリン酸を加えてpH8.0に調整する．

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約7.5分になるように調整する．

面積測定範囲：ベンジルペニシリンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たベンジルペニシリンのピーク面積が，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品40mgを水20mLに溶かす．別にパラオキシ安息香酸メチル10mgをアセトニトリル20mLに溶かす．この液1mLに水を加えて20mLとする．これらの溶液1mLずつをとり，水を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンジルペニシリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(3g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用いる．

（ii）　培地　培地(1)の3)のiiiを用いる．

（iii）　標準溶液　ベンジルペニシリンカリウム標準品約40000単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，2日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し，高濃度標準

溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約40000単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

注射用ベンジルペニシリンカリウム

Benzylpenicillin Potassium for Injection

注射用ペニシリンGカリウム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された単位の93.0～107.0%に対応するベンジルペニシリンカリウム($C_{16}H_{17}KN_2O_4S$：372.48)を含む．

製法　本品は「ベンジルペニシリンカリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　「ベンジルペニシリンカリウム」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ベンジルペニシリンカリウム」1.0×10^5単位に対応する量をとり，水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.5である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ベンジルペニシリンカリウム」1.0×10^6単位に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.10以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.2%以下(3g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

エンドトキシン〈*4.01*〉　1.25×10^{-4}EU/単位未満.

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ベンジルペニシリンカリウム」約6×10^4単位に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別にベンジルペニシリンカリウム標準品の約6×10^4単位に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベンジルペニシリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベンジルペニシリンカリウム($C_{16}H_{17}KN_2O_4S$)の量(単位)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ベンジルペニシリンカリウム標準品の秤取量(単位)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(33→5000)／アセトニトリル混液(19：6)にリン酸を加えてpH8.0に調整する．

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約7.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンジルペニシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，2.0以下である．

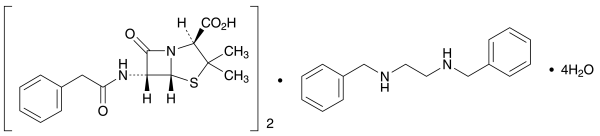
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器.

ベンジルペニシリンベンザチン水和物

Benzylpenicillin Benzathine Hydrate

ベンジルペニシリンベンザチン



$(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$：981.18

(2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-Dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid hemi(*N*,*N*′-dibenzylethylenediamine) dihydrate

[*41372-02-5*]

本品は，*Penicillium*属の培養によって得られる抗細菌活性を有するペニシリン系化合物の*N*,*N*′－ジベンジルエチレンジアミン塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり1213～1333単位を含む．ただし，本品の力価は，ベンジルペニシリンナトリウム($C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$：356.37)としての量を単位で示し，その1単位はベンジルペニシリンナトリウム($C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$)0.6μgに対応する．また，本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，*N*,*N*′－ジベンジルエチレンジアミン($C_{16}H_{20}N_2$：240.34)24.0～27.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→2000)につき，紫外可視吸

光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋217～＋233°(脱水物に換算したもの0.1g，メタノール，20mL，100mm).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品70mgをメタノール25mLに溶かし，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンジルペニシリンに対する相対保持時間約2.4のピークの面積は，標準溶液のベンジルペニシリン及び*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンのピークの合計面積の2倍より大きくない．また，試料溶液のベンジルペニシリン，*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンに対する相対保持時間約2.4のピーク以外の個々のピークの面積は，標準溶液のベンジルペニシリン及び*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンのピークの合計面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：水／メタノール／pH3.5の0.25mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(6：3：1)

移動相B：メタノール／水／pH3.5の0.25mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(6：3：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	75	25
10 ～ 20	75 → 0	25 → 100
20 ～ 55	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベンジルペニシリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たベンジルペニシリンのピーク面積が標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は25以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　5.0～8.0%(1g，容量滴定法，直接滴定).

定量法

（1）　ベンジルペニシリン　本品約85000単位に対応する量を精密に量り，メタノール25mLに溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液50mLにメタノール50mLを加えた液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にベンジルペニシリンカリウム標準品約85000単位に対応する量及び二酢酸*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン約25mgを精密に量り，メタノール25mLに溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液50mLにメタノール50mLを加えた液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベンジルペニシリンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

ベンジルペニシリンナトリウムの量(単位)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ベンジルペニシリンカリウム標準品の秤取量(単位)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／pH3.5の0.25mol/Lリン酸二水素カリウム試液(11：7：2)

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約18分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は20以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンのピーク面積の相

対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

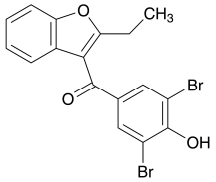
（２） *N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン (1)で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラムの*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンに相当するピーク面積A_T及びA_Sを求める．

N,N′－ジベンジルエチレンジアミン($C_{16}H_{20}N_2$)の量(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 100 \times 0.667$

M_S：二酢酸*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミンの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)
0.667：二酢酸*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン($C_{16}H_{20}N_2 \cdot 2CH_3COOH$)から*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン(ベンザチン，$C_{16}H_{20}N_2$)への換算係数

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

ベンズブロマロン
Benzbromarone



$C_{17}H_{12}Br_2O_3$：424.08
3,5-Dibromo-4-hydroxyphenyl 2-ethylbenzo[*b*]furan-3-yl ketone
[*3562-84-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．
本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験
（１） 本品の0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（２） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉 149～153℃

純度試験
（１） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品1.0gをアセトン40mLに溶かし，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.40mL，アセトン40mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.019%以下)．
（２） 可溶性ハロゲン化物 本品0.5gをアセトン40mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mL，アセトン40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．
（３） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（４） 鉄〈*1.10*〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．
（５） 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／4－メチル－2－ペンタノン／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(100：20：2：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，50℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液5滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

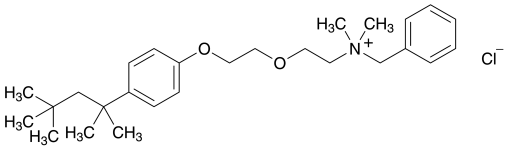
0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
$= 42.41$mg $C_{17}H_{12}Br_2O_3$

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

ベンゼトニウム塩化物

Benzethonium Chloride

塩化ベンゼトニウム



$C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08

N-Benzyl-*N*,*N*-dimethyl-2-{2-[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenoxy]ethoxy}ethylaminium chloride

[*121-54-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベンゼトニウム塩化物($C_{27}H_{42}ClNO_2$)97.0%以上を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶で，においはない．

本品はエタノール(95)に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1）　本品0.2gを硫酸1mLに溶かし，硝酸ナトリウム0.1gを加えて水浴上で5分間加熱する．冷後，水10mL及び亜鉛粉末0.5gを加え，5分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2）　本品の水溶液(1→1000)2mLにブロモフェノールブルー溶液(1→2000)0.2mL及び水酸化ナトリウム試液0.5mLの混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム4mLを加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→100)1mLにエタノール(95)2mL，希硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

融点〈*2.60*〉　158～164℃(乾燥後)．

純度試験　アンモニウム　本品0.10gを水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液3mLを加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水75mLに溶かした後，薄めた希塩酸(1→2)を滴加してpH2.6～3.4に調整し，メチルオレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈するまで0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL
＝8.962mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベンゼトニウム塩化物液

Benzethonium Chloride Solution

塩化ベンゼトニウム液

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するベンゼトニウム塩化物($C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08)を含む．

製法　本品は「ベンゼトニウム塩化物」をとり，「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」に溶かして製する．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

本品は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.2gに対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.01gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとする．この液2mLにつき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験(2)を準用する．

（3）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」1gに対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して10mLとする．この液1mLに0.1mol/L塩酸を加えて500mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262～264nm，268～270nm及び274～276nmに吸収の極大を示す．

（4）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.1gに対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して10mLとする．この液1mLにつき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験(4)を準用する．

純度試験

（1）　亜硝酸塩　本品1.0mLをグリシン溶液(1→10)1mL及び酢酸(31)0.5mLの混液に加えるとき，ガスを発生しない．

（2）　酸化性物質　本品5mLにヨウ化カリウム試液0.5mL及び希塩酸2～3滴を加えるとき，液は黄色を呈しない．

定量法　本品のベンゼトニウム塩化物($C_{27}H_{42}ClNO_2$)約0.2gに対応する容量を正確に量り，必要ならば水を加えて75mLとし，以下「ベンゼトニウム塩化物」の定量法を準用する．

0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL
＝8.962mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

貯法

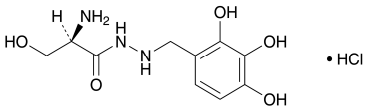
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ベンセラジド塩酸塩

Benserazide Hydrochloride

塩酸ベンセラジド



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{15}N_3O_5$・HCl：293.70

(2*RS*)-2-Amino-3-hydroxy-

N′-(2,3,4-trihydroxybenzyl)propanoylhydrazide

monohydrochloride

[*14919-77-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベンセラジド塩酸塩($C_{10}H_{15}N_3O_5$・HCl)98.0%以上を含む．

性状 本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液(1→30)10mLに硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．

純度試験

（1） 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長430nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3） 類縁物質 本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.25gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mL及び3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)2μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次にギ酸の塩化ナトリウム試液溶液(1→1000)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧した後，風乾し，フォリン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，標準溶液(1)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

水分〈*2.48*〉 2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．ただし，水分測定用メタノールの代わりにサリチル酸の水分測定用メタノール溶液(3→20)を用いる．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品約0.3gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，直ちに0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.37mg $C_{10}H_{15}N_3O_5$・HCl

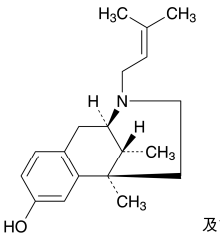
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ペンタゾシン

Pentazocine



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{27}NO$：285.42

(2*RS*,6*RS*,11*RS*)-6,11-Dimethyl-

3-(3-methylbut-2-en-1-yl)-1,2,3,4,5,6-hexahydro-

2,6-methano-3-benzoazocin-8-ol

[*359-83-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペンタゾシン($C_{19}H_{27}NO$)99.0%以上を含む．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液0.5mLを加えるとき，濃赤色を呈し，直ちに灰褐色に変わる．

（2） 本品5mgを硫酸5mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加え，水浴中で2分間加熱するとき，液の色は淡黄色から濃黄色に変わる．更に硝酸1滴を加え，振り混ぜるとき，液は黄色を保つ．

（3） 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(278nm)：67.5～71.5(乾燥後，0.1g，0.01mol/L塩酸試液，1000mL).

融点〈*2.60*〉　150～158℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを0.1mol/L塩酸試液20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)を用いる(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／イソプロピルアミン混液(94：3：3)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に5分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.54mg $C_{19}H_{27}NO$

貯法　容器　密閉容器.

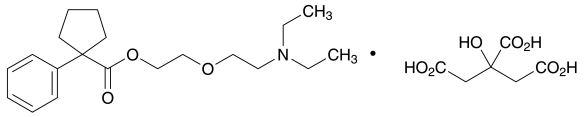
ペントキシベリンクエン酸塩

Pentoxyverine Citrate

クエン酸カルベタペンタン

クエン酸カルベタペンテン

クエン酸ペントキシベリン



$C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$：525.59

2-[2-(Diethylamino)ethoxy]ethyl

1-phenylcyclopentanecarboxylate monocitrate

[*23142-01-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペントキシベリンクエン酸塩($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品0.1gを水10mLに溶かし，ライネッケ塩試液10mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液(1→10)はクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する.

融点〈*2.60*〉　92～95℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液15μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにクロロホルム／メタノール／酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(25：10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に10分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，無水酢酸30mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝52.56mg $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯法　容器　密閉容器.

ベントナイト

Bentonite

本品は天然に産するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムである.

性状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末で，においはなく，味はわずかに土様である.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水に入れると膨潤する．

確認試験

（１） 本品0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水20mLを加えてろ過し，ろ液5mLにアンモニア試液3mLを加えるとき，白色ゲル状の沈殿を生じる．これにアリザリンレッドS試液5滴を加えるとき，赤色に変わる．

（２） (1)の残留物を水で洗い，メチレンブルー溶液(1→10000)2mLを加え，次に水で洗うとき，残留物は青色を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0gに水50mLを加え，振り混ぜて懸濁した液のpHは9.0～10.5である．

純度試験

（１） 重金属〈*1.07*〉 本品1.5gに水80mL及び塩酸5mLを加え，20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで2回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水(28)を滴加し，沈殿がわずかに生じたとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.45gを加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物0.45g，希酢酸6mL及び水を加えて150mLとする．この液50mLをとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.5mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g，酢酸ナトリウム三水和物0.15g，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(50ppm以下)．

（２） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gに希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸5mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水10mLを加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（３） 異物 本品2.0gを乳鉢に入れ，水20mLを加えて膨潤させ，乳棒で均等に分散させた後，水を加えて100mLとする．この分散液を200号(75μm)ふるいを通し，水で洗い，ふるい目の上を指でこするとき，砂を感じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0～10.0%(2g，105℃，2時間)．

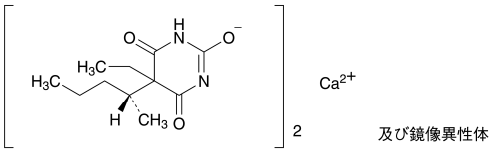
ゲル形成力 本品6.0gを酸化マグネシウム0.30gと混ぜ，水200mLを入れた500mLの共栓シリンダーに数回に分けて加え，1時間揺り動かし，その懸濁液100mLを100mLのメスシリンダーに移し，24時間放置するとき，上層に分離する澄明液は2mL以下である．

膨潤力 本品2.0gをとり，水100mLを入れた100mLのメスシリンダーに10回に分けて加える．ただし，先に加えた試料がほとんど沈着した後，次の試料を加える．これを24時間放置するとき，器底の塊の見かけの容積は20mLの目盛以上である．

貯法 容器 密閉容器．

ペントバルビタールカルシウム

Pentobarbital Calcium



$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$：490.61

Monocalcium bis{5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate}

[*76-74-4*，ペントバルビタール]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ペントバルビタールカルシウム($C_{22}H_{34}CaN_4O_6$)98.0～102.0%を含む．

性状 本品は白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（１） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（２） 本品1gにエタノール(95)5mL及び希塩酸5mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，更に希塩酸5mL及び水10mLを加えて振り混ぜた後，放冷し，ろ過する．ろ液にメチルレッド試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに黄色を呈するまで加えるとき，この液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(3)を呈する．

純度試験

（１） 塩化物〈*1.03*〉 本品1.0gにエタノール(95)5mL及び希硝酸2.5mLを加えて振り混ぜながら加温して溶かし，冷後，水を加えて50mLとし，更によく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液15mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにエタノール(95)1.5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)．

（２） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gにエタノール(95)5mL及び希塩酸5mLを加えて振り混ぜながら加温して溶かし，冷後，水を加えて80mLとし，更によく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液40mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液はエタノール(95)2.5mLに希塩酸2.5mL及び水を加えて30mLとする．次にフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（３） 類縁物質 本品10mgを水100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー

〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペントバルビタール以外のピークの面積は，いずれも標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の3／10より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のペントバルビタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペントバルビタールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステムの性能を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たペントバルビタールのピーク面積が，標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペントバルビタールのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0%以下(1g，105℃，5時間).

定量法　本品約20mgを精密に量り，水5mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとする．この液5mLを量り，水を加えて20mLとする．この液2mLを量り，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にペントバルビタール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約18mgを精密に量り，アセトニトリル10mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，水を加えて50mLとする．この液5mLを量り，水を加えて20mLとする．この液2mLを量り，水を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ペントバルビタールカルシウム($C_{22}H_{34}CaN_4O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.084$

M_S：ペントバルビタール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピル0.2gをアセトニトリル20mLに溶かし，水を加えて100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH4.0に調整する．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：ペントバルビタールの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペントバルビタール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

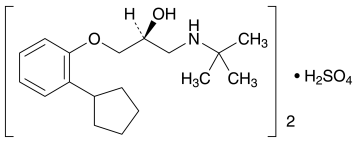
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

ペンブトロール硫酸塩

Penbutolol Sulfate

硫酸ペンブトロール



$(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$：680.94

(2*S*)-3-(2-Cyclopentylphenoxy)-1-(1,1-dimethylethyl)aminopropan-2-ol hemisulfate

[*38363-32-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペンブトロール硫酸塩[$(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$]98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.1gに水25mLを加え，加温して溶かす．冷後，この液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－23～－25°(乾燥後，0.2g，メタノール，20mL，100mm).

融点〈*2.60*〉　213～217℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.8gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試

料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－プロパノール／エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(85：12：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝68.09mg $(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法　容器　密閉容器.

ホウ酸

Boric Acid

H_3BO_3：61.83

本品を乾燥したものは定量するとき，ホウ酸(H_3BO_3)99.5%以上を含む.

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある.

本品は温湯，熱エタノール(95)又はグリセリンに溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.5～4.1である.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はホウ酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水25mL又は熱エタノール(95)10mLに溶かすとき，いずれも液は無色澄明である.

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(2g，シリカゲル，5時間).

定量法　本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，D－ソルビトール15g及び水50mLを加え，加温して溶かし，冷後，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴).

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝61.83mg H_3BO_3

貯法　容器　密閉容器.

ホウ砂

Sodium Borate

$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$：381.37

本品は定量するとき，ホウ砂($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)99.0～103.0%を含む.

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な塩味がある.

本品はグリセリンに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は乾燥空気中に放置するとき，風解し，白色の粉末で覆われる.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及びホウ酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは9.1～9.6である.

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに加え，わずかに加温して溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　炭酸塩又は炭酸水素塩　本品を粉末とし，その1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かし，希塩酸3mLを加えるとき，泡立たない.

（３）　重金属〈1.07〉　本品1.5gに水25mL及び1mol/L塩酸試液7mLを加えて溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまでアンモニア試液を加えた後，再び無色となるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

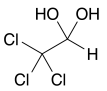
定量法　本品約2gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.5mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴).

0.5mol/L塩酸1mL＝95.34mg $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$

貯法　容器　気密容器.

抱水クロラール

Chloral Hydrate



$C_2H_3Cl_3O_2$：165.40

2,2,2-Trichloroethane-1,1-diol

[*302-17-0*]

本品は定量するとき，抱水クロラール($C_2H_3Cl_3O_2$)99.5%以上を含む.

性状　本品は無色の結晶で，刺激性のにおいがあり，味は刺激

性でやや苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品は空気中で徐々に揮散する．

確認試験

（1）　本品0.2gを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，液は混濁し，加温するとき，澄明の二液層となる．

（2）　本品0.2gにアニリン3滴及び水酸化ナトリウム試液3滴を加えて加熱するとき，フェニルイソシアニド(有毒)の不快なにおいを発する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水2mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品0.20gを水2mLに溶かし，メチルオレンジ試液1滴を加えるとき，液は黄色である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)．

（4）　クロラールアルコラート　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて加温し，上層液をろ過し，ろ液が黄色を呈するまでヨウ素試液を加え，1時間放置するとき，黄色の沈殿を生じない．

（5）　ベンゼン　(1)の液に水3mLを加えて加温するとき，ベンゼンのにおいを発しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

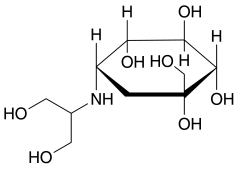
定量法　本品約4gを共栓フラスコに精密に量り，水10mL及び正確に1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを加え，正確に2分間放置し，過量の水酸化ナトリウムを直ちに0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝165.4mg $C_2H_3Cl_3O_2$

貯法　容器　気密容器．

ボグリボース

Voglibose



$C_{10}H_{21}NO_7$：267.28

3,4-Dideoxy-4-[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethylamino]-2-*C*-(hydroxymethyl)-D-*epi*-inositol

[*83480-29-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ボグリボース($C_{10}H_{21}NO_7$)99.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(3→70)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.5ppm付近に2組の二重線シグナルA，δ2.1ppm付近に2組の二重線シグナルB，δ2.9ppm付近に多重線のシグナルC，δ3.4～3.9ppmに多重線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ1：1：1：10である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋45～＋48°(脱水物に換算したもの0.2g，0.1mol/L塩酸試液，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは9.8～10.4である．

融点〈*2.60*〉　163～168℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．ただし，検液は希酢酸の代わりに希塩酸を加えてpH3.0～3.5に調整する．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のボグリボース以外のピークの合計面積は，標準溶液のボグリボースのピーク面積の1／5以下である．ただし，ボグリボースに対する相対保持時間約1.7，約2.0及び約2.3のピーク面積は，感度係数2，2及び2.5をそれぞれ乗じた値とする．

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の2つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，冷却コイル，検出器及び記録装置よりなり，反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光光度計(励起波長：350nm，蛍光波長：430nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

反応コイル：内径0.5mm，長さ20mのポリテトラフルオロエチレンチューブ

冷却コイル：内径0.3mm，長さ2mのポリテトラフルオロエチレンチューブ

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56gに水を加えて500mLとした液にリン酸一水素ナトリウム十

二水和物3.58gに水を加え，500mLとした液を加えて，pH6.5に調整する．この液370mLにアセトニトリル630mLを加える．

反応液：タウリン6.25g及び過ヨウ素酸ナトリウム2.56gを水に溶かし，1000mLとする．

反応温度：100℃付近の一定温度

冷却温度：15℃付近の一定温度

移動相流量：ボグリボースの保持時間が約20分になるように調整する．

反応液流量：移動相の流量に同じ

面積測定範囲：溶媒のピークの後からボグリボースの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液50μLから得たボグリボースのピーク面積が標準溶液のボグリボースのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ボグリボースのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，0.8～1.2である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈2.48〉 0.2%以下(0.5g，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品約0.4gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.73mg $C_{10}H_{21}NO_7$

貯法 容器 気密容器.

ボグリボース錠

Voglibose Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するボグリボース($C_{10}H_{21}NO_7$：267.28)を含む.

製法 本品は「ボグリボース」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ボグリボース」5mgに対応する量をとり，水40mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をカラム(100～200μmのカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)1.0mLを内径8mm，高さ130mmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ，1分間約5mLの速度で流出する．次に水200mLを用いてカラムを洗った後，薄めたアンモニア試液(1→4)10mLを用いて1分間約5mLの速度で流出する．この流出液を孔径0.22μm以下のメンブランフィルターで2回ろ過する．ろ液を減圧で50℃にして蒸発乾固し，残留物を水／メタノール混液(1：1)0.5mLに溶かし，試料溶液とする．別に定量用ボグリボース20mgを水／メタノール混液(1：1)2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／アンモニア水(28)／水混液(5：3：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，表示量に従い1mL中にボグリボース($C_{10}H_{21}NO_7$)約40μgを含む液になるように移動相V mLを正確に加え，振り混ぜて完全に崩壊させた後，遠心分離する．上澄液をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ボグリボース($C_{10}H_{21}NO_7$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量(mg)

定量法 本品20個をとり，移動相80mLを加え，振り混ぜて完全に崩壊させた後，表示量に従いボグリボース($C_{10}H_{21}NO_7$)約4mgに対する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ボグリボース(別途「ボグリボース」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のボグリボースのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ボグリボース($C_{10}H_{21}NO_7$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 500$

M_S：脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量(mg)

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の2つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，冷却コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光光度計(励起波長：350nm，蛍光波長：430nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に，5μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

反応コイル：内径0.5mm，長さ20mのポリテトラフルオロエチレンチューブ

冷却コイル：内径0.3mm，長さ2mのポリテトラフルオロエチレンチューブ

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56gに水を加えて500mLとした液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.58gに水を加えて500mLとした液を加えてpH6.5に調整する．この液300mLにアセトニトリル600mLを加える．

反応液：タウリン6.25g及び過ヨウ素酸ナトリウム2.56gを水に溶かし，1000mLとする．

反応温度：100℃付近の一定温度

冷却温度：15℃付近の一定温度

移動相流量：ボグリボースの保持時間が約20分になるように調整する．

反応液流量：移動相の流量に同じ

システム適合性

システムの性能：定量用ボグリボース2mg及び乳糖一水和物0.2gを水5mLに溶かした後，移動相を加えて50mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，乳糖，ボグリボースの順に溶出し，その分離度は4以上である．

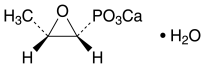
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ホスホマイシンカルシウム水和物

Fosfomycin Calcium Hydrate

ホスホマイシンカルシウム



$C_3H_5CaO_4P \cdot H_2O$：194.14

Monocalcium (2*R*,3*S*)-3-methyloxiran-2-ylphosphonate monohydrate

[*26016-98-8*]

本品は，*Streptomyces fradiae*の培養又は合成によって得られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり725～805μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ホスホマイシン($C_3H_7O_4P$：138.06)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→300)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.5ppm付近に二重線のシグナルを示し，δ2.9ppm付近に二重の二重線のシグナルを示し，δ3.3ppm付近に多重線のシグナルを示し，δ1.4ppm付近にシグナルを認めない．

（３）　本品の水溶液(1→500)はカルシウム塩の定性反応(3)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－2.5～－5.4°(脱水物に換算したもの0.5g，pH8.5の0.4mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，10mL，100mm)．

リン含量　本品約0.1gを精密に量り，過ヨウ素酸ナトリウム溶液(107→10000)40mL及び過塩素酸2mLを加え，水浴中で1時間加熱する．冷後，水を加えて正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ化カリウム試液1mLを加える．この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え，水を加えて正確に100mLとし，試料原液とする．別にリン酸二水素カリウム約70mgを精密に量り，試料原液と同様に操作し，標準原液とする．更に本品を用いないで試料原液と同様に操作し，空試験原液とする．試料原液，標準原液及び空試験原液5mLずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．これらの液を20±1℃で30分間放置した後，それぞれの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長740nmにおける吸光度A_T, A_S，及びA_Bを測定するとき，リンの量は15.2～16.7%である．

リン(P)の量(mg)＝$M \times (A_T - A_B)/(A_S - A_B) \times 0.228$

M：リン酸二水素カリウムの秤取量(mg)

カルシウム含量　本品約0.2gを精密に量り，1mol/L塩酸試液4mLを加え，試料が完全に溶けるまで振り混ぜる．次に水100mL，水酸化ナトリウム試液9mL及びメチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬0.1gを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，カルシウムの量は19.6～21.7%である．ただし，滴定の終点は，さえた青色から灰色又は灰紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝2.004mg Ca

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに0.25mol/Lの酢酸試液40mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　12.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Proteus* sp.（MB 838)を用いる．

（ⅱ） 培地　ペプトン5.0g，肉エキス3.0g，酵母エキス2.0g，カンテン15g及び水1000mLを混和して滅菌し，基層用及び種層用カンテン培地とする．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（ⅲ） 種層カンテン培地　試験菌を37℃で40～48時間，試験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し，少なくとも3回継代培養する．生育した菌をルー瓶に入れた試験菌移植用カンテン培地300mLの表面に接種し，37℃で40～48時間培養した後，発育した菌を水約30mLに懸濁する．この液に水を加えて試験菌液とする．加える水の量は，水で10倍に希釈した試験菌液の波長560nmにおける透過率が17%になる量とする．試験菌液は10℃以下に保存し，7日以内に使用する．試験菌液1.0～2.0mLを，48℃に保った種層用カンテン培地100mLに加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

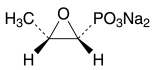
（ⅳ） 標準溶液　ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅴ） 試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

ホスホマイシンナトリウム

Fosfomycin Sodium



$C_3H_5Na_2O_4P$：182.02

Disodium (2*R*,3*S*)-3-methyloxiran-2-ylphosphonate

[*26016-99-9*]

本品は，*Streptomyces fradiae*の培養又は合成によって得られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり725～770μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ホスホマイシン($C_3H_7O_4P$：138.06)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→300)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.5ppm付近に二重線のシグナルを示し，δ 2.8ppm付近に二重の二重線のシグナルを示し，δ 3.3ppm付近に多重線のシグナルを示し，δ 1.3ppm付近にシグナルを認めない．

（3） 本品の水溶液(1→500)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－3.5～－5.5°(脱水物に換算したもの0.5g，水，10mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.70gを水10mLに溶かした液のpHは8.5～10.5である．

リン含量　本品約0.1gを精密に量り，過ヨウ素酸ナトリウム溶液(107→10000)40mL及び過塩素酸2mLを加え，水浴中で1時間加熱する．冷後，水を加えて正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ化カリウム試液1mLを加える．この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え，更に水を加えて正確に100mLとし，試料原液とする．別にリン酸二水素カリウム約70mgを精密に量り，試料原液と同様に操作し，標準原液とする．更に本品を用いないで試料原液と同様に操作し，空試験原液とする．試料原液，標準原液及び空試験原液5mLずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．これらの液を20±1℃で30分間放置した後，それぞれの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長740nmにおける吸光度A_T，A_S，及びA_Bを測定するとき，リンの量は16.2～17.9%である．

$$\text{リン(P)の量(mg)} = M \times (A_T - A_B)/(A_S - A_B) \times 0.228$$

M：リン酸二水素カリウムの秤取量(mg)

純度試験

（1） 溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌　*Proteus* sp.（MB 838)を用いる．

（ⅱ） 培地　ペプトン5.0g，肉エキス3.0g，酵母エキス2.0g，カンテン15g及び水1000mLを混和して滅菌し，基層用及び種層用カンテン培地とする．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（ⅲ） 種層カンテン培地　試験菌を37℃で40～48時間，試

験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し，少なくとも3回継代培養する．生育した菌をルー瓶に入れた試験菌移植用カンテン培地300mLの表面に接種し，37℃で40～48時間培養した後，発育した菌を水約30mLに懸濁する．この液に水を加えて試験菌液とする．加える水の量は，水で10倍に希釈した試験菌液の波長560nmにおける透過率が17%になる量とする．試験菌液は10℃以下に保存し，7日以内に使用する．試験菌液1.0～2.0mLを，48℃に保った種層用カンテン培地100mLに加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

(ⅳ) 標準溶液　ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(ⅴ) 試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器.

注射用ホスホマイシンナトリウム

Fosfomycin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するホスホマイシン($C_3H_7O_4P$：138.06)を含む．

製法　本品は「ホスホマイシンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1)　本品約0.1gを過塩素酸溶液(1→4)3mLに溶かし，0.1mol/L過ヨウ素酸ナトリウム溶液1mLを加え，水浴中60℃で30分間加温する．冷後，水50mLを加え，炭酸水素ナトリウム飽和溶液を加えて中和する．この液にヨウ化カリウム試液1mLを加えるとき，空試験では赤色を呈するが，本試験においては赤色を呈しない．

(2)　本品の水溶液(1→250)2mLに過塩素酸1mL及び0.1mol/L過ヨウ素酸ナトリウム溶液2mLを加え，水浴中で10分間加熱する．冷後，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液1mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLを加えて30分間放置するとき，液は青色を呈する．

(3)　本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」0.1g(力価)に対応する量を水50mLに溶かした液につき，「ホスホマイシンナトリウム」の確認試験(3)を準用する．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水20mLに溶かした液のpHは6.5～8.5である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.1g，電量滴定法).

エンドトキシン〈4.01〉　0.025EU/mg(力価)未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(ⅰ) 試験菌，培地，種層カンテン培地及び標準溶液は「ホスホマイシンナトリウム」の定量法を準用する．

(ⅱ) 試料溶液　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器　本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

乾燥ボツリヌスウマ抗毒素

Freeze-dried Botulism Antitoxin, Equine

乾燥ボツリヌス抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のA型ボツリヌス抗毒素，B型ボツリヌス抗毒素，E型ボツリヌス抗毒素及びF型ボツリヌス抗毒素を含む．ただし，そのいずれかの1種，2種又はその3種を含むものとすることができる．

本品は生物学的製剤基準の乾燥ボツリヌスウマ抗毒素の条に適合する．

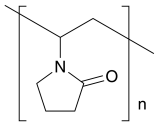
性状　本品は溶剤を加えるとき，無色～黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

ポビドン

Povidone

ポリビドン

ポリビニルピロリドン



$(C_6H_9NO)_n$

Poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene]

[*9003-39-8*]

本品は1－ビニル－2－ピロリドンの直鎖重合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，窒素(N：14.01)11.5～12.8%を含む．

本品のK値は25～90である．

本品はそのK値を表示する．

性状　本品は白色又はわずかに黄味を帯びた細かい粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品を105℃で6時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はポビドン標準品(105℃で6時間乾燥したもの)のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは，表示のK値が30又はそれ以下のものについては3.0～5.0であり，表示のK値が30を超えるものについては4.0～7.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色又は微赤色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　アルデヒド　本品約1.0gを精密に量り，pH9.0の0.05mol/Lピロリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．密栓し，60℃で60分間加温した後室温になるまで放冷し，試料溶液とする．別に新たに蒸留したアセトアルデヒド0.100gをとり，4℃の水に溶かして正確に100mLとする．この液を4℃で約20時間放置し，その1mLを正確に量り，pH9.0の0.05mol/Lピロリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び水0.5mLずつを別々のセルに入れ，pH9.0の0.05mol/Lピロリン酸塩緩衝液2.5mL，及びβ－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液0.2mLを加え，かき混ぜた後密栓して22±2℃で2～3分間放置する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長340nmにおける吸光度を測定し，それぞれの液の吸光度をA_{T1}，A_{S1}及びA_{B1}とする．更にそれぞれの液にアルデヒドデヒドロゲナーゼ試液0.05mLを加え，かき混ぜた後密栓して22±2℃で5分間放置し，同様に操作して吸光度を測定し，それぞれの液の吸光度をそれぞれA_{T2}，A_{S2}及びA_{B2}とするとき，アルデヒドの量はアセトアルデヒドとして500ppm以下である．

$$\text{アルデヒドの量(ppm)}=\frac{1000}{M}\times\frac{(A_{T2}-A_{T1})-(A_{B2}-A_{B1})}{(A_{S2}-A_{S1})-(A_{B2}-A_{B1})}$$

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

（４）　1－ビニル－2－ピロリドン　本品約0.25gを精密に量り，薄めたメタノール(1→5)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に1－ビニル－2－ピロリドン50mgをとり，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の1－ビニル－2－ピロリドンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，1－ビニル－2－ピロリドンの量は10ppm以下である．

$$\text{1－ビニル－2－ピロリドンの量(ppm)}=2.5/M\times A_T/A_S$$

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ約25mm及び内径約4mm，長さ約250mmのそれぞれステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんし，それぞれプレカラム及び分離カラムとする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(4：1)

流量：1－ビニル－2－ピロリドンの保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：1－ビニル－2－ピロリドン0.01g及び酢酸ビニル0.5gをメタノール100mLに溶かす．この液1mLをとり，薄めたメタノール(1→5)を加えて100mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，1－ビニル－2－ピロリドン，酢酸ビニルの順に溶出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液50μLから得た1－ビニル－2－ピロリドンのピーク高さが10～15mmになるように調整する．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，1－ビニル－2－ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は2%以下である．

プレカラムの洗浄：試料溶液を試験した後，移動相をプレカラムに上記の流量で約30分間，試験操作と逆の方向に流し，試料を溶出させて洗浄する．

（５）　過酸化物　本品の換算した脱水物4.0gに対応する量を正確に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．この液25mLに塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液2mLを加え30分間放置する．この液につき，試料溶液25mLに13%硫酸

2mLを加えた液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長405nmにおける吸光度は0.35以下である(過酸化水素として400ppm以下).

（６）　ヒドラジン　本品2.5gを容量50mLの遠心沈殿管に入れ，水25mLを加え，かき混ぜて溶かす．サリチルアルデヒドのメタノール溶液(1→20)500μLを加え，かき混ぜ，60℃の水浴中で15分間加温する．冷後，トルエン2.0mLを加え，密栓して2分間激しく振り混ぜ，遠心分離し，上層のトルエン液を試料溶液とする．別にサリチルアルダジン0.09gをトルエンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，トルエンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した厚さ0.25mmの薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール(2→3)を展開溶媒として薄層板の長さの約3／4の距離を展開した後，薄層板を風乾する．これに365nmの紫外線を照射するとき，標準溶液から得た蛍光スポットのR_f値は約0.3で，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットの蛍光は標準溶液のそれよりも濃くない(1ppm以下).

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

Ｋ値　本品の換算した脱水物1.00gに対応する量を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に100mLとし，60分間放置し，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25℃で粘度測定法第1法〈*2.53*〉により試験を行い，次式によりK値を求めるとき，表示K値の90～108%である．

$$K=\frac{1.5\log\eta_{rel}-1}{0.15+0.003c}+\frac{\sqrt{300c\log\eta_{rel}+(c+1.5c\log\eta_{rel})^2}}{0.15c+0.003c^2}$$

c：溶液100mL中の換算した脱水物の質量(g)

η_{rel}：水の動粘度に対する試料溶液の動粘度の比

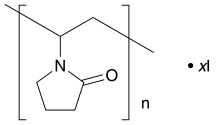
定量法　本品約0.1gを精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，これに硫酸カリウム33g，硫酸銅(Ⅱ)五水和物1g及び酸化チタン(Ⅳ)1gの混合物を粉末とし，その5gを加え，フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み，更にフラスコの内壁に沿って硫酸7mLを加える．フラスコを徐々に加熱し，液が黄緑色澄明になり，フラスコの内壁に炭化物を認めなくなってから更に45分間加熱を続ける．冷後，水20mLを注意しながら加えて冷却する．フラスコを，あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する．受器にはホウ酸溶液(1→25)30mL及びブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液3滴を入れ，適量の水を加え，冷却器の下端をこの液に浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液(2→5)30mLを加え，注意して水10mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，水蒸気を通じて留液80～100mLを得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分で洗い込み0.025mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.025mol/L硫酸1mL＝0.700mg N

貯法　容器　気密容器.

ポビドンヨード

Povidone-Iodine



$(C_6H_9NO)_n \cdot xI$

Poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene] iodine

[*25655-41-8*]

本品は1－ビニル－2－ピロリドンの重合物とヨウ素の複合体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，有効ヨウ素(I：126.90)9.0～12.0%及び窒素(N：14.01)9.5～11.5%を含む．

性状　本品は暗赤褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは1.5～3.5である．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→10)1滴を薄めたデンプン試液(1→10)10mLに加えるとき，液は濃い青色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→100)1mLにチオ硫酸ナトリウム試液1mLを加えた後，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液1mL及び1mol/L塩酸試液2滴を加えるとき，液は青色を呈し，徐々に青色の沈殿を生じる．

純度試験

（１）　溶状　本品0.30gを水100mLに溶かすとき，液は褐色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　ヨウ化物イオン　本品約0.5gを精密に量り，水100mLに溶かし，亜硫酸水素ナトリウム試液をヨウ素の色が完全に消失するまで加える．次に0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，更に硝酸10mLを加えてよく振り混ぜた後，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉し，全ヨウ素量を求める(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mL)．ただし，滴定の終点は液が赤褐色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL＝12.69mg I

全ヨウ素量(%)から有効ヨウ素の量(%)を差し引いて乾燥物に換算したヨウ化物イオンの量を求めるとき，6.6%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0%以下(1g，100℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(5g).

定量法

（1）　有効ヨウ素　本品約0.5gを精密に量り，水30mLに溶かし，0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液2mL).

0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝2.538mg I

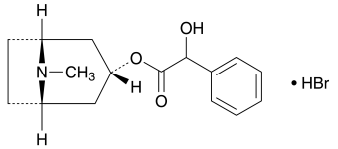
（2）　窒素　本品約20mgを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う.

貯法　容器　気密容器.

ホマトロピン臭化水素酸塩

Homatropine Hydrobromide

臭化水素酸ホマトロピン



$C_{16}H_{21}NO_3$・HBr：356.25

(1*R*,3*r*,5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl [(2*RS*)-2-hydroxy-2-phenyl]acetate monohydrobromide

[*51-56-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ホマトロピン臭化水素酸塩($C_{16}H_{21}NO_3$・HBr)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって変化する.

融点：約214℃(分解).

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→20)5mLにヨウ素試液2～3滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる.

（2）　本品0.05gを水5mLに溶かし，2,4,6－トリニトロフェノール試液3mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水10mLずつで5回洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は184～187℃である.

（3）　本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　酸　本品1.0gを水20mLに溶かし，0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.40mL及びメチルレッド・メチレンブルー試液1滴を加えるとき，液は緑色である.

（2）　アトロピン，ヒヨスチアミン又はスコポラミン　本品10mgに硝酸5滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈しない.

（3）　類縁物質　本品0.15gを水3mLに溶かし，試料溶液とする.

（i）　試料溶液1mLにタンニン酸試液2～3滴を加えるとき，沈殿を生じない.

（ii）　試料溶液1mLに希塩酸及びヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液それぞれ2～3滴を加えるとき，沈殿を生じない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.2g).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)60mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.63mg $C_{16}H_{21}NO_3$・HBr

貯法

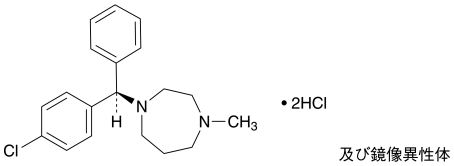
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ホモクロルシクリジン塩酸塩

Homochlorcyclizine Hydrochloride

塩酸ホモクロルシクリジン



$C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl：387.77

1-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]-4-methylhexahydro-1*H*-1,4-diazepine dihydrochloride

[*1982-36-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ホモクロルシクリジン塩酸塩($C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微褐色の結晶又は粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，アセトニトリル又は無水酢酸に極めて溶けにくい.

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける.

本品は吸湿性である.

本品は光によってわずかに着色する.

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない.

融点：約227℃(分解).

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を

呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：223nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液(134：66：1)

流量：ホモクロルシクリジンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：ホモクロルシクリジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たホモクロルシクリジンのピーク面積が，標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及びパラオキシ安息香酸メチル5mgを移動相100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ホモクロルシクリジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ホモクロルシクリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(1g，110℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.39mg $C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

経口生ポリオワクチン

Live Oral Poliomyelitis Vaccine

本品はⅠ型，Ⅱ型及びⅢ型弱毒生ポリオウイルスを含む．

本品は必要ならば，単価又は2価の製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準の経口生ポリオワクチンの条に適合する．

性状　本品は淡黄赤色～淡赤色澄明の液である．凍結してあるときは，淡白黄色～淡白赤色である．

ポリスチレンスルホン酸カルシウム

Calcium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ，カルシウム型とした陽イオン交換樹脂である．

本品を乾燥したものは定量するとき7.0～9.0%のカルシウム(Ca：40.08)を含む．

本品の乾燥物1gは53～71mgのカリウム(K：39.10)と交換する．

性状　本品は微黄白色～淡黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品0.5gに希塩酸10mLを加え，かき混ぜた後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　アンモニウム　本品1.0gをフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液5mLを加えて下面に潤した赤色リトマス紙をつけた時計皿で覆い，15分間加熱するとき，発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない(5ppm以下)．

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　スチレン　本品10.0gをとり，アセトン10mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離した上澄液を試料溶液とする．別にスチレン10mgにアセトンを加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確に量り，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のスチレンのピーク高さH_T及びH_Sを測定するとき，H_TはH_Sより大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ2mのステンレス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に15%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：スチレンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スチレン10mgをアセトン1000mLに混和する．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，スチレンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ800段以上，0.8～1.2である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スチレンのピーク高さの相対標準偏差は5%以下である．

（５）　ナトリウム　定量法(1)で得た液50mLより，2mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に500mLとし，試料溶液とする．別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥し，この0.2542gを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとする．この液の適量を正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて1mL中にナトリウム(Na：22.99)1～3μgを含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液より得た検量線より試料溶液中のナトリウム量を求める(1%以下)．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0nm

乾燥減量〈2.41〉　10.0%以下(1g，減圧，80℃，5時間)．

微粒子

（ⅰ）　装置　図に示すものを用いる．

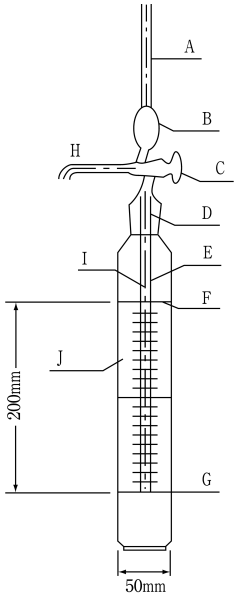
（ⅱ）　操作法　本品を乾燥し，その約5.5gを精密に量り，25℃の水300mLを加え，5分間かき混ぜる．これを25℃に保った沈降管Jに移し，沈降管Jの20cm標線Fの2mm下まで25℃の水を加えた後，ピペットを挿入する．三方コックCを開いて空気を排出し，水を通気口Dより20cm標線Fまで正確に加えて，三方コックCを閉じる．装置を横方向及び縦方向に十分に振りながら，内容物を分散させた後，三方コックCを開いて，25±1℃で，5時間15分間静置する．

次に沈降管J中の懸濁液を正確にピペット球目盛線Aまで吸い上げ，ピペット排出管Hの方向に三方コックCを開いてとる．更に同じ操作を繰り返し，合わせて20mLの懸濁液を正確にとる．この液を水浴上で蒸発乾固し，105℃で恒量になるまで乾燥し，その質量M_S(g)を求める．また，使用した水20mLを正確に量り，同様に操作し，質量M_B(g)を求める．M_S，M_Bの差m_i(g)を求め，次の式によって微粒子の量(S)を求めるとき，0.1%以下である．

$$S(\%)=(m_i\times V)/(20\times M_T)\times 100$$

M_T：本品の秤取量(g)

V：ピペット毛細管挿入時の20cm標線までの内容積(mL)



ピペット毛細管挿入時の20cm標線までの内容量：550mL
1回の吸引量：10mL

A：ピペット球目盛線
B：吸上げ用ピペット球
C：三方コック
D：通気口
E：ピペット吸上げ管
F：20cm標線
G：0cm基線
H：ピペット排出管
I：ピペット毛細管
J：沈降管

図　アンドレアゼンピペット

定量法

（１）　カルシウム　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，3mol/L塩酸試液5mLを加えて分散させ，これを下に50mLのメスフラスコの受器をおき，底にガラスウールを入れた内径12mm，高さ70mmのクロマトグラフィー管に3mol/L塩酸試液少量を用いて完全に洗い込む．更に3mol/L塩酸試液を用いて液量が約45mLとなるまで溶出する．次に水を加えて正確に50mLとする．この液20mLを正確に量り，アンモニア試液を加えて，正確にpH10に調整した後，直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が消え，青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝2.004mg Ca

（２）　カリウム交換容量　本品を乾燥し，その約1.0gを精密に共栓ガラス容器に量り，カリウム標準原液50mLを正確に加えて，120分間かき混ぜた後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に1000mLとし，試料溶液とする．別にカリウム標準原液適量を正確に量り，

0.02mol/L塩酸試液を加えて1mL中にカリウム(K：39.10)0.5～2.5μgを含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で，原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて，試料溶液1000mL中のカリウム含量Y(mg)を求める．次の式によって本品の乾燥物1gのカリウム交換量を計算するとき，53～71mgである．

本品の乾燥物1g当たりのカリウム(K)交換量(mg)

$=(X-100Y)/M$

X：交換前のカリウム標準原液50mL中のカリウム量(mg)

M：本品の乾燥物の秤取量(g)

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：カリウム中空陰極ランプ

波長：766.5nm

貯法　容器　気密容器．

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム

Sodium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ，ナトリウム型とした陽イオン交換樹脂である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ナトリウム(Na：22.99)9.4～11.0%を含む．

本品の換算した脱水物1gは0.110～0.135gのカリウム(K：39.10)と交換する．

性状　本品は黄褐色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品1gに希塩酸10mLを加え，かき混ぜた後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アンモニウム　本品1.0gをフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液5mLを加えて下面に潤した赤色リトマス紙を付けた時計皿で覆い，15分間加熱するとき，発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　スチレン　本品10.0gをとり，アセトン10mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離した上澄液を試料溶液とする．別にスチレン10mgをとり，アセトンに溶かして正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のスチレンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：スチレンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スチレン及びパラオキシ安息香酸ブチル0.02gずつをアセトン100mLに溶かす．この液5mLをとり，アセトンを加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，スチレンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スチレンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　10.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法

（1）　ナトリウム　本品の換算した脱水物約1gを精密に共栓ガラス容器に量り，3mol/L塩酸試液50mLを正確に加えて，60分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとし，試料溶液とする．別にナトリウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて1mL中にナトリウム(Na：22.99)1～3μgを含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて，試料溶液中のナトリウム含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0nm

（2）　カリウム交換容量　本品の換算した脱水物約1.5gを精密に共栓ガラス容器に量り，カリウム標準原液100mLを正確に加え，15分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとし，試料溶液とする．別にカリウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて1mL中にカリウム(K：39.10)1～5μgを含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用い

て試料溶液1000mL中のカリウム含量Y(mg)を求める．次の式によって本品の換算した脱水物1g当たりのカリウム交換量を計算するとき，0.110～0.135gである．

本品の換算した脱水物1g当たりのカリウム(K)交換量(mg)
$=(X-100Y)/M$

X：交換前のカリウム標準原液100mL中のカリウム量(mg)
M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：カリウム中空陰極ランプ
波長：766.5nm

貯法　容器　気密容器．

ポリソルベート80

Polysorbate 80

本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもののポリオキシエチレンエーテルである．

性状　本品は無色～だいだい黄色の粘稠性のある液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦く，温感がある．

本品はメタノール，エタノール(95)，温エタノール(95)，ピリジン又はクロロホルムと混和する．

本品は水に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→20)5mLに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，5分間煮沸し，冷後，希塩酸を加えて酸性にするとき，液は白濁する．

（2）　本品の水溶液(1→20)5mLに臭素試液2～3滴を加えるとき，試液の色は消える．

（3）　本品6mLに水4mLを常温又はそれ以下の温度で混ぜ合わせるとき，ゼリー様の塊となる．

（4）　本品の水溶液(1→20)10mLにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液5mLを加えてよく振り混ぜ，更にクロロホルム5mLを加え，振り混ぜて静置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

粘度〈*2.53*〉　345～445mm^2/s(第1法，25℃)．

比重〈*1.13*〉　d^{20}_{20}：1.065～1.095

酸価〈*1.13*〉　2.0以下．

けん化価〈*1.13*〉　45～55

ヨウ素価〈*1.13*〉　19～24　ただし，シクロヘキサンの代わりにクロロホルムを用い，指示薬を用いないで滴定〈*2.50*〉し，その終点はヨウ素の黄色が消えるときとする．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

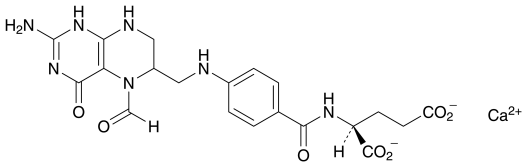
水分〈*2.48*〉　3.0%以下(1g，容量滴定法，逆滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

貯法　容器　気密容器．

ホリナートカルシウム

Calcium Folinate
ホリン酸カルシウム
ロイコボリンカルシウム



$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$：511.50
Monocalcium *N*-{4-[(2-amino-5-formyl-4-oxo-1,4,5,6,7,8-hexahydropteridin-6-yl)methylamino]benzoyl}-L-glutamate
[*1492-18-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ホリナートカルシウム($C_{20}H_{21}CaN_7O_7$)95.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はホリナートカルシウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋14～＋19°(脱水物に換算したもの0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.25gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，必要ならば40℃に加温して溶かした液のpHは6.8～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.25gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，必要ならば40℃に加温して溶かした液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.25以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品0.40gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(50ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品10mgを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のホリナート以外のピークの面積は，標準溶液のホリナートのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のホリナート以外のピークの合計面積は，標準溶液のホリナートのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からホリナートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たホリナートのピーク面積が，標準溶液のホリナートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ホリナートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　7.0～17.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びホリナートカルシウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLずつを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のホリナートのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

ホリナートカルシウム($C_{20}H_{21}CaN_7O_7$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液(287→100000)／メタノール／テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液混液(385：110：4)にリン酸を加えてpH7.5に調整する．

流量：ホリナートの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び葉酸10mgずつを移動相100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ホリナート，葉酸の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ホリナートのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

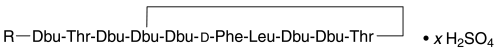
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ポリミキシンB硫酸塩

Polymixin B Sulfate

硫酸ポリミキシンB



ポリミキシンB_1：　R = 6-メチルオクタン酸
Dbu = L-α,γ-ジアミノ酪酸

ポリミキシンB_2：　R = 6-メチルヘプタン酸
Dbu = L-α,γ-ジアミノ酪酸

本品は，*Bacillus polymyxa*の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり6500単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ポリミキシンB($C_{55\sim56}H_{96\sim98}N_{16}O_{13}$)としての量を単位で示し，その1単位はポリミキシンB硫酸塩($C_{55\sim56}H_{96\sim98}N_{16}O_{13}$・1～2$H_2SO_4$)0.129μgに対応する．

性状　本品は白色～黄褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→10)5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え，振り混ぜながら硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→100)5滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（２）　本品及びポリミキシンB硫酸塩標準品5mgずつをそれぞれ共栓試験管にとり，薄めた塩酸(1→2)1mLに溶かし，栓をして135℃で5時間加熱した後，水浴上で蒸発乾固し，塩酸臭がなくなるまで加熱を続ける．残留物を水0.5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液(1)とする．別にL－ロイシン，L－トレオニン，フェニルアラニン及びL－セリン20mgずつをそれぞれ水10mLに溶かし，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)3μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．この薄層板を飽和した展開溶媒の蒸気に15時間さらした後，フェノール／水混液(3：1)を展開溶媒として，遮光して約13cm展開する．展開後，薄層板を110℃で5分間乾燥し，これにニンヒドリン・酢酸試液を均等に噴霧し，110℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た各々のスポットのR_f値は，標準溶液(1)から得た各々のスポットのR_f値と等しい．また，試料溶液から得たスポットは，それぞれ標準溶液(2)，標準溶液(3)及び

標準溶液(4)から得たスポットに対応する位置に認められ，標準溶液(5)から得たスポットに対応する位置には認められない．

（３） 本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：－78～－90°(乾燥物に換算したもの0.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

フェニルアラニン 本品約0.375gを精密に量り，0.1mol/L塩酸に溶かし，正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長252nm，258nm，264nm，280nm及び300nmにおける吸光度A_1，A_2，A_3，A_4及びA_5を測定する．次式によりフェニルアラニンの量を求めるとき，9.0～12.0%である．

フェニルアラニンの量(%)

$$=(A_2-0.5A_1+0.5A_3-1.8A_4+0.8A_5)/M_T \times 9.4787$$

M_T：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

純度試験 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 6.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.75%以下(1g).

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる．

（ⅱ） 種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地 ペプトン10.0g，肉エキス3.0g，塩化ナトリウム30.0g，カンテン20.0g及び水1000mLを混和し，滅菌する．ただし，滅菌後のｐＨ〈2.54〉は6.5～6.6とする．

（ⅲ） 標準溶液 ポリミキシンB硫酸塩標準品約200000単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，14日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4000単位及び1000単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ） 試料溶液 本品約200000単位に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4000単位及び1000単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

ホルマリン

Formalin

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド(CH_2O：30.03)35.0～38.0%を含む．

本品は重合を避けるためメタノール5～13%を加えてある．

性状 本品は無色澄明の液で，そのガスは粘膜を刺激する．

本品は水又はエタノール(95)と混和する．

本品は長く保存するとき，特に寒冷時に混濁することがある．

確認試験

（１） 本品2mLに水10mL及び硝酸銀・アンモニア試液1mLを加えるとき，灰色の沈殿を生じるか，又は管壁に銀鏡を生じる．

（２） 本品2滴をサリチル酸0.1gに硫酸5mLを加えて溶かした液に加え，加温するとき，液は持続する暗赤色を呈する．

純度試験 酸 本品20mLに水20mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液5.0mL及びブロモチモールブルー試液2滴を加えるとき，液の色は青色である．

強熱残分〈2.44〉 0.06w/v%以下(5mL，蒸発後).

定量法 はかり瓶に水5mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約1gを加え，再び精密に量る．次に水を加えて正確に100mLとし，その10mLを正確に量り，正確に0.05mol/Lヨウ素液50mLを加え，更に水酸化カリウム試液20mLを加え，15分間常温で放置した後，希硫酸15mLを加え，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝1.501mg CH_2O

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

ホルマリン水

Formalin Water

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド(CH_2O：30.03)0.9～1.1w/v%を含む．

製法

ホルマリン	30mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，混和して製する．

性状 本品は無色澄明の液で，わずかにホルムアルデヒドのにおいがある．

本品はほとんど中性である．

定量法 本品20mLを正確に量り，1mol/L水酸化カリウム液2.5mLを入れた100mLのメスフラスコに入れ，水を加えて100mLとし，その10mLを正確に量り，以下「ホルマリン」の定量法を準用する．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝1.501mg CH_2O

貯法 容器 気密容器.

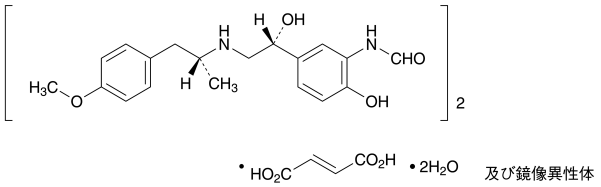
ホルモテロールフマル酸塩水和物

Formoterol Fumarate Hydrate

フマル酸フォルモテロール

フマル酸ホルモテロール

ホルモテロールフマル酸塩



$(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O$：840.91

N-(2-Hydroxy-5-{(1*RS*)-1-hydroxy-2-[(1*RS*)-2-(4-methoxyphenyl)-1-methylethylamino]ethyl}phenyl)formamide hemifumarate monohydrate

[*43229-80-7*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ホルモテロールフマル酸塩[$(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$：804.88]98.5％以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

融点：約138℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.5gを0.5mol/L硫酸試液20mLに溶かし，ジエチルエーテル25mLずつで3回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，0.5mol/L硫酸試液10mLで洗った後，ジエチルエーテル層を減圧で留去し，105℃で3時間乾燥するとき，得られた残留物の融点〈*2.60*〉は約290℃(分解，封管中)である．

（2）　本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／1,4－ジオキサン／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(20：20：10：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に5分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　4.0～5.0％(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1％以下(1g)．

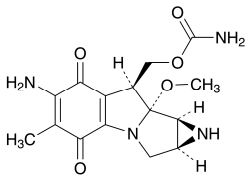
定量法　本品約0.7gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.24mg $(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器．

マイトマイシンC

Mitomycin C



$C_{15}H_{18}N_4O_5$：334.33

(1a*S*,8*S*,8a*R*,8b*S*)-6-Amino-4,7-dioxo-8a-methoxy-5-methyl-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydroazirino[2′,3′:3,4]pyrrolo[1,2-*a*]indol-8-ylmethyl carbamate

[*50-07-7*]

本品は，*Streptomyces caespitosus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり970～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，マイトマイシンC($C_{15}H_{18}N_4O_5$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は青紫色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N*,*N*－ジメチルアセトアミドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシンC標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシンC標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本操作は，試料溶液及び標準溶液調製後速やかに行う．本品50mgをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマイトマイシンC以外の各々のピーク面積は標準溶液のマイトマイシンCのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のマイトマイシンC以外のピークの合計面積は標準溶液のマイトマイシンCのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：0.5mol/L酢酸アンモニウム試液20mLに水を加えて1000mLとする．この液800mLにメタノール200mLを加える．

移動相B：0.5mol/L酢酸アンモニウム試液20mLに水を加えて1000mLとする．この液にメタノール1000mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 30	100 → 0	0 → 100
30 ～ 45	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からマイトマイシンCの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たマイトマイシンCのピーク面積が標準溶液のマイトマイシンCのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品25mg及び3－エトキシ－4－ヒドロキシベンズアルデヒド40mgをメタノール50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，マイトマイシンC，3－エトキシ－4－ヒドロキシベンズアルデヒドの順に溶出し，その分離度は15以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，マイトマイシンCのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法 本品及びマイトマイシンC標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを*N,N*－ジメチルアセトアミドに溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のマイトマイシンCのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

マイトマイシンC($C_{15}H_{18}N_4O_5$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：マイトマイシンC標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：365nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.5mol/L酢酸アンモニウム試液40mLに薄めた酢酸(100)(1→20)5mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．この液600mLにメタノール200mLを加える．

流量：マイトマイシンCの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：マイトマイシンC標準品25mg及び3－エトキシ－4－ヒドロキシベンズアルデヒド0.375gを*N,N*－ジメチルアセトアミド50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，マイトマイシンC，3－エトキシ－4－ヒドロキシベンズアルデヒドの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マイトマイシンCのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

注射用マイトマイシンC

Mitomycin C for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するマイトマイシンC($C_{15}H_{18}N_4O_5$：334.33)を含む．

製法 本品は「マイトマイシンC」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は青紫色の粉末である．

確認試験 本品の表示量に従い「マイトマイシンC」2mg(力価)に対応する量をとり，水200mLに溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長216～220nm及び362～366nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉 本品0.25gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～8.5である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(0.4g，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈4.01〉 10EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中に「マイトマイシンC」約0.5mg(力価)を含むように*N,N*－ジメチルアセトアミド*V* mLを正確に加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にマイトマイシンC標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，*N,N*－ジメチルアセトアミドを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「マイトマイシンC」の定量法を準用する．

マイトマイシンC($C_{15}H_{18}N_4O_5$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：マイトマイシンC標準品の秤取量[mg(力価)]

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「マイトマイシンC」約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，*N,N*－ジメチルアセトアミド20mLを正確に加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にマイトマイシンC標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，*N,N*－ジメチルアセトアミドに溶かし正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「マイトマイシンC」の定量法を準用する．

マイトマイシンC($C_{15}H_{18}N_4O_5$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

M_S：マイトマイシンC標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器.

マーキュロクロム

Mercurochrome
メルブロミン

本品はフルオレセインを臭素化及び水銀化した色素混合物のナトリウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，臭素(Br：79.90)18.0～22.4%及び水銀(Hg：200.59)22.4～26.7%を含む．

性状　本品は青緑色～帯緑赤褐色の小葉片又は粒で，においはない．

本品は水に溶けやすいが，わずかに不溶分を残すことがあり，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品の水溶液(1→250)5mLに希硫酸3滴を加えるとき，赤みのだいだい色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.1gを試験管にとり，ヨウ素の小片を加えて加熱するとき，管壁上部に赤色の結晶を生じる．黄色の結晶を生じるときは，これをガラス棒でこするとき，赤色に変わる．

（4）　本品0.1gを磁製るつぼにとり，水酸化ナトリウム溶液(1→6)1mLを加え，かき混ぜながら蒸発乾固した後，強熱する．残留物を水5mLに溶かし，塩酸を加えて酸性とし，塩素試液3滴及びクロロホルム2mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄褐色を呈する．

純度試験

（1）　色素　本品0.40gに水を加えて20mLとし，希硫酸3mLを加え，ろ過するとき，液の色は色の比較液Cより濃くない．

（2）　可溶性ハロゲン化物　本品5.0gを水80mLに溶かし，希硝酸10mL及び水を加えて100mLとし，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液40mLをネスラー管にとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えてよく振り混ぜ，直射日光を避け，5分間放置するとき，混濁を生じないか，又は生じることがあっても次の比較液の呈する混濁より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えて同様に操作する．

（3）　可溶性水銀塩　(1)のろ液5mLに水5mLを加えて試料溶液とする．別に塩化水銀(Ⅱ)40mgを正確に量り，水に溶かし1000mLとした液20mLに希硫酸3mLを加える．この液5mLに水5mLを加え，比較液とする．両液に硫化ナトリウム試液1滴を加え，比較するとき，試料溶液の色は比較液より濃くない．

（4）　不溶性水銀化合物　本品2.5gを水50mLに溶かし，24時間放置した後，遠心分離し，沈殿を洗液が無色となるまで少量の水で洗い，共栓フラスコに移し，正確に0.05mol/Lヨウ素液5mLを加え，しばしば振り混ぜて1時間放置した後，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液4.3mLを振り混ぜながら滴加し，更にデンプン試液1mLを加えるとき，液の色は青色である．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，105℃，5時間).

定量法

（1）　水銀　本品を粉末とした後，乾燥し，その約0.6gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水50mLに溶かし，酢酸(31)8mL及びクロロホルム20mLを加え，更に正確に0.05mol/Lヨウ素液30mLを加えて密栓し，しばしば強く振り混ぜて1時間放置する．この液を再び激しく振り動かしながら過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝10.03mg Hg

（2）　臭素　本品を粉末とした後，乾燥し，その約0.5gを精密に量り，るつぼに入れ，硝酸カリウム2g，炭酸カリウム3g及び無水炭酸ナトリウム3gを加えてよく混和し，更にその表面を炭酸カリウム及び無水炭酸ナトリウムの等量混合物3gで覆い，ほとんど融解するまで加熱する．冷後，温湯80mLを加えて溶かし，硝酸を加えて酸性とし，0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，よく振り混ぜ，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝7.990mg Br

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

マーキュロクロム液

Mercurochrome Solution

メルブロミン液

本品は定量するとき，水銀(Hg：200.59)0.42～0.56w/v%を含む.

製法

マーキュロクロム	20g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，振り混ぜて製する.

性状　本品は暗赤色の液である.

確認試験

（1）　本品1mLに水40mLを加えるとき，液は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する.

（2）　本品1mLに水4mLを加え，希硫酸3滴を加えるとき，赤みのだいだい色の沈殿を生じる.

（3）　本品5mLを蒸発乾固し，残留物につき，「マーキュロクロム」の確認試験(3)を準用する.

（4）　本品5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→6)1mLを加え，以下「マーキュロクロム」の確認試験(4)を準用する.

純度試験　色素　本品20mLに希硫酸3mLを加え，生じた沈殿をろ過するとき，ろ液の色は色の比較液Cより濃くない.

定量法　本品30mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水20mLを加え，酢酸(31)8mL及びクロロホルム20mLを加え，以下「マーキュロクロム」の定量法(1)を準用する.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝10.03mg Hg

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

マクロゴール400

Macrogol 400

ポリエチレングリコール400

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$で表され，$n$は7～9である.

性状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある.

本品は水，メタノール，エタノール(95)又はピリジンと混和する.

本品はジエチルエーテルにやや溶けやすい.

本品はやや吸湿性である.

凝固点：4～8℃

比重　d_{20}^{20}：1.110～1.140

確認試験　本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる.

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～7.0である.

純度試験

（1）　酸　本品5.0gを中和エタノール20mLに溶かし，フェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液の色は赤色である.

（2）　エチレングリコール及びジエチレングルコール　本品4.0gを水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約50mgずつを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さH_{Ta}及びH_{Sa}並びにジエチレングリコールのピーク高さH_{Tb}及びH_{Sb}を測定し，エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき，エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は0.25%以下である.

エチレングリコールの量(mg)＝$M_{Sa} \times H_{Ta} / H_{Sa} \times 1/10$

ジエチレングリコールの量(mg)＝$M_{Sb} \times H_{Tb} / H_{Sb} \times 1/10$

M_{Sa}：エチレングリコールの秤取量(mg)

M_{Sb}：ジエチレングリコールの秤取量(mg)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約1.5mの管にガスクロマトグラフィー用D－ソルビトールを150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に12%の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度：165℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：ジエチレングリコールの保持時間が約8分になるように調整する.

カラムの選定：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチレングリコール，ジエチレングリコールの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

検出感度：標準溶液2μLから得たジエチルグリコールのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する.

平均分子量試験　無水フタル酸42gをとり，新たに蒸留したピリジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16時間以上放置する．この液25mLを正確に量り，約200mLの耐圧共栓瓶に入れ，これに本品約1.5gを精密に量って加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ98±2℃に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃で30分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に0.5mol/L水酸化ナトリウム液

50mLを正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え，この液につき，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量＝(M×4000)／(a−b)

M：本品の秤取量(g)
a：空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
b：本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

平均分子量は380～420である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).
貯法　容器　気密容器.

マクロゴール1500

Macrogol 1500
ポリエチレングリコール1500

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$で表され，$n$が5～6及び28～36の等量混合物である．

性状　本品は白色の滑らかなワセリン様の固体で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，ピリジン又はジフェニルエーテルに極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：37～41℃

確認試験　本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～7.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品5.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品5.0gを中和エタノール20mLに溶かし，フェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（３）　エチレングリコール及びジエチレングリコール　本品50.0gを250mLの蒸留フラスコにとり，ジフェニルエーテル75mLを加え，必要ならば加温して溶かし，0.13～0.27kPaの減圧でゆっくり蒸留し，1mL目盛付きの100mLの容器に留液25mLをとる．留液に水20mLを正確に加え，激しく振り混ぜた後，氷水中で冷却し，ジフェニルエーテルを凝固させ，25mLのメスフラスコ中にろ過する．残留物を氷冷した水5.0mLで洗い，洗液はろ液に合せ，加温して室温とした後，水を加えて25mLとする．この液を共栓フラスコに移し，新たに蒸留したアセトニトリル25.0mLを加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にジエチレングリコール62.5mgをとり，新たに蒸留したアセトニトリルを用いて調製した水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確にとり，それぞれに硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液15mLを正確に加える．この液につき，2～5分の間に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，450nm付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).
貯法　容器　気密容器.

マクロゴール4000

Macrogol 4000
ポリエチレングリコール4000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$で表され，$n$は59～84である．

性状　本品は白色のパラフィン様の塊，薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：53～57℃

確認試験　本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～7.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品5.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品5.0gに中和エタノール20mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約12.5gを精密に量り，約200mLの耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約25mLを加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸42gをとり，新たに蒸留したピリジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16時間以上放置する．この液25mLを正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ98±2℃に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃で30分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え，この液につき，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，

滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量＝$(M \times 4000)/(a-b)$

M：本品の秤取量(g)
a：空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
b：本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

平均分子量は2600～3800である．

水分〈2.48〉　1.0%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).
強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).
貯法　容器　密閉容器.

マクロゴール6000

Macrogol 6000
ポリエチレングリコール6000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$で表され，$n$は165～210である．

性状　本品は白色のパラフィン様の塊，薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，ピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：56～61℃

確認試験　本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～7.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品5.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品5.0gに中和エタノール20mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約12.5gを精密に量り，約200mLの耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約25mLを加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸42gをとり，新たに蒸留したピリジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16時間以上放置する．この液25mLを正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ98±2℃に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃で30分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え，この液につき，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，

滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量＝$(M \times 4000)/(a-b)$

M：本品の秤取量(g)
a：空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
b：本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

平均分子量は7300～9300である．

水分〈2.48〉　1.0%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).
強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).
貯法　容器　密閉容器.

マクロゴール20000

Macrogol 20000
ポリエチレングリコール20000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$で表され，$n$は340～570である．

性状　本品は白色のパラフィン様の薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)，エーテル(99.5)，石油ベンジン又はマクロゴール400にほとんど溶けない．

凝固点：56～64℃

確認試験　本品0.05gに希塩酸5mLを加えて溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～7.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品5.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品5.0gに中和エタノール20mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約15gを精密に量り，約200mLの耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約25mLを加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸42gをとり，新たに蒸留したピリジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16時間以上放置する．この液25mLを正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ98±2℃に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃で60分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え，この液につき，0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，

滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量＝(M×4000)／(a－b)

M：本品の秤取量(g)
a：空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)
b：本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

平均分子量は15000～25000である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(2g，容量滴定法，直接滴定).
強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).
貯法　容器　密閉容器.

マクロゴール軟膏

Macrogol Ointment
ポリエチレングリコール軟膏

製法

マクロゴール4000	500g
マクロゴール400	500g
全量	1000g

本品は「マクロゴール4000」及び「マクロゴール400」をとり，水浴上で65℃に加温して溶かした後，固まるまでよくかき混ぜて製する．ただし，「マクロゴール4000」及び「マクロゴール400」のそれぞれ100g以内の量を互いに増減して全量1000gとし，適当な稠度の軟膏を製することができる．

性状　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．
確認試験　本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．
貯法　容器　気密容器.

乾燥弱毒生麻しんワクチン

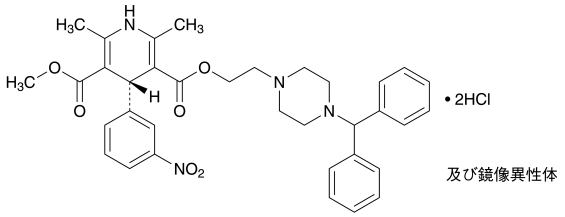
Freeze-dried Live Attenuated Measles Vaccine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．
本品は弱毒生麻しんウイルスを含む．
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生麻しんワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液となる．

マニジピン塩酸塩

Manidipine Hydrochloride
塩酸マニジピン



$C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl：683.62
3-{2-[4-(Diphenylmethyl)piperazin-1-yl]ethyl}
5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-
1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate dihydrochloride
[*126229-12-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品のジメチルスルホキシド溶液(1→100)は旋光性を示さない．
本品は光によりわずかに帯褐黄白色になる．
融点：約207℃(分解).

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマニジピン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマニジピン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品0.1gに水10mLを加え，激しく振り混ぜ，ろ過する．ろ液3mLにアンモニア試液1滴を加え，5分間放置した後，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験
（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).
（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).
（3）　類縁物質　本品20mgを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，200mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー

〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマニジピン以外のピークの面積は，標準溶液のマニジピンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のマニジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のマニジピンのピーク面積の7／10より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からマニジピンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たマニジピンのピーク面積が，標準溶液のマニジピンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品50mgを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，50mLとする．この液10mLに安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7→5000)5mLを加えた後，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとした液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，マニジピン，安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システム再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マニジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にマニジピン塩酸塩標準品を乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するマニジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

M_S：マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：228nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム13.6gを水に溶かし，1000mLとした液に，薄めた水酸化カリウム試液(1→10)を加えてpH4.6に調整する．この液490mLにアセトニトリル510mLを加える．

流量：マニジピンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，マニジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するマニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

マニジピン塩酸塩錠

Manidipine Hydrochloride Tablets

塩酸マニジピン錠

本品は定量するとき，表示量の92.0～108.0%に対応するマニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl：683.62)を含む．

製法　本品は「マニジピン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「マニジピン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノール5mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にマニジピン塩酸塩標準品10mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ジエチルアミン混液(200：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)1mg当たり内標準溶液1mLを正確に加え，更に1mL中にマニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)約0.1mgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(1：1)を加えV mLとして崩壊させ，10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$

M_S：マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7→10000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は75%以上である．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にマニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール2mLを正確に加え，試料溶液とする．別にマニジピン塩酸塩標準品を乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，マニジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のマニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：228nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／リン酸二水素カリウム液(681→100000)混液(3：2)

流量：マニジピンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，マニジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マニジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとし，10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にマニジピン塩酸塩標準品を乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて100mLとし，標準溶液とする．以下「マニジピン塩酸塩」の定量法を準用する．

マニジピン塩酸塩($C_{35}H_{38}N_4O_6$・2HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

M_S：マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7→10000)

貯法

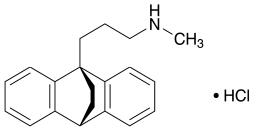
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

マプロチリン塩酸塩

Maprotiline Hydrochloride

塩酸マプロチリン



$C_{20}H_{23}N$・HCl：313.86

3-(9,10-Dihydro-9,10-ethanoanthracen-9-yl)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride

[*10347-81-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，マプロチリン塩酸塩($C_{20}H_{23}N$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水に溶けにくい．

融点：約244℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をエタノール(99.5)から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液(1→200)5mLにアンモニア試液2mLを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－ブタノール／薄めたアンモニア水(28)(1→3)／酢酸エチル混液(14：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，酢酸(100)180mLに溶かし，硝酸ビスマスの酢酸(100)溶液(1→50)8mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.39mg $C_{20}H_{23}N$・HCl

貯法 容器 密閉容器.

乾燥まむしウマ抗毒素

Freeze-dried Mamushi Antivenom, Equine

乾燥まむし抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品はウマ免疫グロブリン中のまむし抗毒素を含む.

本品は生物学的製剤基準の乾燥まむしウマ抗毒素の条に適合する.

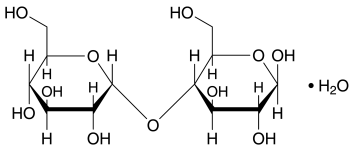
性状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる.

マルトース水和物

Maltose Hydrate

麦芽糖

マルトース



$C_{12}H_{22}O_{11}$・H_2O：360.31

α-D-Glucopyranosyl-(1→4)-β-D-glucopyranose monohydrate

[*6363-53-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，マルトース水和物($C_{12}H_{22}O_{11}$・H_2O)98.0%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は甘い.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品0.5gを水5mLに溶かし，アンモニア試液5mLを加え，水浴上で5分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する.

（2） 本品の水溶液(1→50)2～3滴を沸騰フェーリング試液5mLに加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋126～＋131° 本品を乾燥し，その約10gを精密に量り，アンモニア試液0.2mL及び水を加えて溶かし，正確に100mLとし，この液につき層長100mmで測定する.

pH〈*2.54*〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である.

純度試験

（1） 溶状 本品10gをとり，水30mLを入れたネスラー管に加え，60℃の水浴中で加温して溶かす．冷後，水を加えて50mLとするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液1.0mLをとり，水を加えて50mLとする.

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下).

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下).

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(4ppm以下).

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.5gを水5mLに溶かし，希硫酸5mL及び臭素試液1mLを加え，水浴上で5分間加熱し，更に濃縮して5mLとする．冷後，これを検液とし，試験を行う(1.3ppm以下).

（6） デキストリン，溶性でんぷん及び亜硫酸塩 本品1.0gを水10mLに溶かし，ヨウ素試液1滴を加えるとき，液は黄色を呈し，更にデンプン試液1滴を加えるとき，液は青色を呈する.

（7） 窒素 本品約2gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は0.01%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は10mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする.

（8） 類縁物質 本品0.5gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマルトースより前に溶出する物質のピークの合計面積は，標準溶液のマルトースのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のマルトースより後に溶出する物質のピークの合計面積は，標準溶

液のマルトースのピーク面積の1／2より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は，定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液20μLから得たマルトースのピーク高さが約30mmになるように調整する．

面積測定範囲：マルトースの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5％以下(1g，80℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1％以下(1g)．

定量法　本品及びマルトース標準品を乾燥し，その約0.1gずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するマルトースのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

マルトース($C_{12}H_{22}O_{11}$・H_2O)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：マルトース標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　エチレングリコール溶液(1→50)

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径約8mm，長さ約55cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度8％)を充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水

流量：マルトースの保持時間が約18分になるように調整する．

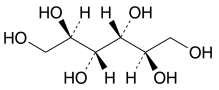
カラムの選定：マルトース0.25g，ブドウ糖0.25g及びエチレングリコール0.4gを水に溶かし，100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，マルトース，ブドウ糖，エチレングリコールの順に溶出し，マルトースとブドウ糖の分離度が4以上のものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

Dーマンニトール

D-Mannitol

Dーマンニット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D-Mannitol

[*69-65-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Dーマンニトール($C_6H_{14}O_6$)98.0％以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（１）　本品の飽和水溶液5滴に塩化鉄(Ⅲ)試液1mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)5滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，これを強く振り混ぜるとき，液は澄明となる．更に水酸化ナトリウム溶液(1→5)を追加しても沈殿を生じない．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品1gを温湯3mLに溶かした後，5℃で24時間又は結晶が析出するまで放置した後，ろ過する．得られた結晶を少量の冷水で洗った後，105℃で4時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋137～＋145°　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(1→20)80mLに溶かし，薄めた硫酸(1→35)を加えて正確に100mLとする．この液につき，層長100mmで測定する．

融点〈*2.60*〉　166～169℃

純度試験

（１）　溶状　本品2.0gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　酸　本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（３）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.007％以下)．

（４）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010％以下)．

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（６）　ニッケル　本品0.5gを水5mLに溶かし，ジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（７）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下)．

（８）　糖類　本品5.0gに水15mL及び希塩酸4.0mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和する(指示薬：メチルオレンジ試液2滴)．更に水を加えて50mLとし，その10mLをフラスコに量り，水10mL及びフェーリング試液40mLを加えて穏やかに3分間煮沸した後，放置して酸化銅(Ⅰ)を沈殿させる．次いで上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿に硫酸鉄(Ⅲ)試液20mLを加えて溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80℃に加熱し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は1.0mL以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30％以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム2.5gを加え，密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.822mg $C_6H_{14}O_6$

貯法　容器　密閉容器.

Dーマンニトール注射液

D-Mannitol Injection

Dーマンニット注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するDーマンニトール($C_6H_{14}O_6$：182.17)を含む.

製法　本品は「Dーマンニトール」をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない.

性状　本品は無色澄明の液で，味は甘い.

本品は結晶を析出することがある.

確認試験　本品を水浴上で濃縮して飽和溶液とし，この液5滴につき，「Dーマンニトール」の確認試験(1)を準用する.

ｐＨ〈2.54〉　4.5～7.0

エンドトキシン〈4.01〉　0.50EU/mL未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のDーマンニトール($C_6H_{14}O_6$)約5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，次にこの液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「Dーマンニトール」の定量法を準用する.

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.822mg $C_6H_{14}O_6$

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

ミグレニン

Migrenin

本品はアンチピリン90，カフェイン9及びクエン酸1の質量の割合からなる.

本品を乾燥したものは定量するとき，アンチピリン($C_{11}H_{12}N_2O$ ： 188.23)87.0 ～ 93.0 %及びカフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$：194.19)8.6～9.5%を含む.

性状　本品は白色の粉末又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい.

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である.

本品は湿気及び光によって変化する.

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→100)5mLに亜硝酸ナトリウム試液2滴及び希硫酸1mLを加えるとき，液は濃緑色を呈する.

（２）　本品の水溶液(1→50)5mLに塩酸1滴及びホルムアルデヒド液0.2mLを加え，30分間水浴中で加熱した後，アンモニア試液の過量を加えてろ過する．ろ液に塩酸を加えて酸性とし，クロロホルム3mLを加えて振り混ぜ，クロロホルム層を分取し，水浴上で蒸発し，残留物に過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき消える.

（３）　本品の水溶液(1→10)はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.

融点〈2.60〉　104～110℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水40mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法

（１）　アンチピリン　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れて，酢酸ナトリウム試液25mLに溶かし，0.05mol/Lヨウ素液30mLを正確に加え，時々振り混ぜて20分間放置した後，クロロホルム15mLを加えて沈殿を溶かし，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝9.411mg $C_{11}H_{12}N_2O$

（２）　カフェイン　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にクロロホルムを加えて溶かし，10mLとし，試料溶液とする．別にカフェイン標準品を80℃で4時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にクロロホルムを加えて溶かし，10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：カフェイン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　エテンザミドのクロロホルム溶液(1→50)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径2.6mm，長さ210cmのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用50%フェニルーメチルシリコーンポリマーを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に15%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エテンザミドの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンチピリン0.9g及びカフェイン0.09gをクロロホルム10mLに溶かす．この液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，アンチピリンの順に流出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

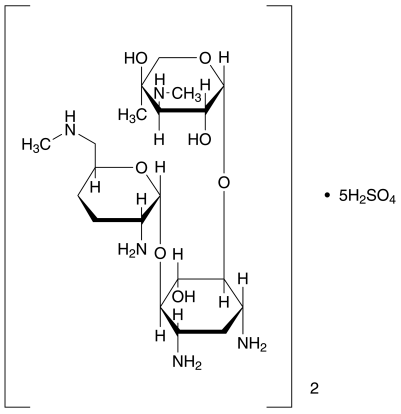
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ミクロノマイシン硫酸塩

Micronomicin Sulfate

硫酸ミクロノマイシン



$(C_{20}H_{41}N_5O_7)_2 \cdot 5H_2SO_4$：1417.53

2-Amino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methylamino-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine hemipentasulfate

[*52093-21-7*，ミクロノマイシン]

本品は，*Micromonospora sagamiensis*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり590～660μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ミクロノマイシン($C_{20}H_{41}N_5O_7$：463.57)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エチレングリコールにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びミクロノマイシン硫酸塩標準品50mgずつを水10mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(10：8：7)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン／ピリジン混液(25：1)溶液(1→500)を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2）　本品の水溶液(1→100)5mLに塩化バリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を加えても沈殿は溶けない．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋110～＋130°(脱水物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.40gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(10：8：7)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン／ピリジン混液(25：1)溶液(1→500)を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　10.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール／水分測定用エチレングリコール混液(1：1)を用いる)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．

（iii）　標準溶液　ミクロノマイシン硫酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとし，標準

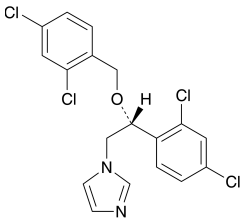
原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2μg(力価)及び0.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2μg(力価)及び0.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

ミコナゾール

Miconazole



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$：416.13

1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole

[*22916-47-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ミコナゾール($C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　84～87℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／クロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(60：30：10：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に20分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の淡黄褐色が淡黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

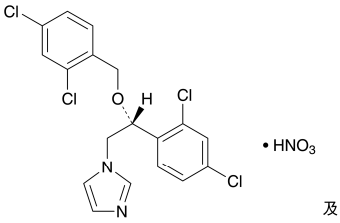
0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.61mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$

貯法　容器　気密容器.

ミコナゾール硝酸塩

Miconazole Nitrate

硝酸ミコナゾール



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$：479.14

1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole mononitrate

[*22832-87-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ミコナゾール硝酸塩($C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)，アセトン又は酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

融点：約180℃(分解).

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100)2mLにライネッケ塩試液2mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

（2）　本品のメタノール溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品の

スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品のメタノール溶液(1→100)につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

（４）　本品のメタノール溶液(1→100)は硝酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gをメタノール100mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.10gをとり，希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて溶かし，50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.09%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（５）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／クロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(60：30：10：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に20分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，60℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝47.91mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$

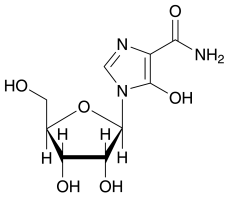
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ミゾリビン

Mizoribine



$C_9H_{13}N_3O_6$：259.22

5-Hydroxy-1-β-D-ribofuranosyl-1*H*-imidazole-4-carboxamide

[*50924-49-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品の参照スペクトル又はミゾリビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミゾリビン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－25～－27°(脱水物に換算したもの0.5g，水，25mL，100mm).

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（２）　類縁物質　本品0.10gを移動相に溶かして50mLとし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のミゾリビン以外のピークの面積は，標準溶液のミゾリビンのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミゾリビンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に5mLとする．この液5μLから得たミゾリビ

ンのピーク面積が，標準溶液のミゾリビンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ミゾリビンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミゾリビンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　0.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.1gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にミゾリビン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のミゾリビンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 10$

M_S：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：279nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1500)

流量：ミゾリビンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ミゾリビンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミゾリビンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ミゾリビン錠

Mizoribine Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$：259.22)を含む.

製法　本品は「ミゾリビン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ミゾリビン」0.1gに対応する量をとり，水5mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別にミゾリビン標準品20mgをとり，水1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)／1－プロパノール混液(2：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤褐色を呈し，それらのR_f値は等しい.

純度試験　類縁物質　本品を粉末とし，表示量に従い「ミゾリビン」0.10gに対応する量をとり，移動相30mLを加えてよく振り混ぜた後，移動相を加えて50mLとする．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のミゾリビンに対する相対保持時間約0.3のピーク面積は，標準溶液のミゾリビンのピーク面積より大きくない．また，ミゾリビン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のミゾリビンのピーク面積の2／5より大きくない.

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は，「ミゾリビン」の定量法の試験条件を準用する.

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミゾリビンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に5mLとする．この液5μLから得たミゾリビンのピーク面積が，標準溶液のミゾリビンのピーク面積の14～26%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ミゾリビンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.4以下である.

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミゾリビンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水50mLを加え，崩壊するまで振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)約5μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

ミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)の量

＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50$

M_S：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，

毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)約14μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にミゾリビン標準品(別途「ミゾリビン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長279nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)約25mgに対応する量を精密に量り，水50mLを加えてよく振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にミゾリビン標準品(別途「ミゾリビン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長279nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ミゾリビン($C_9H_{13}N_3O_6$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

ミツロウ

Yellow Beeswax

CERA FLAVA

黄蝋

本品はヨーロッパミツバチ*Apis mellifera* Linné又はトウヨウミツバチ*Apis cerana* Fabricius (*Apidae*)などのミツバチの巣から得たろうを精製したものである．

性状　本品は淡黄色～帯褐黄色の塊で，敗油性でない特異なにおいがある．

本品は冷時では比較的割りやすく，割面は非結晶粒状性である．

酸価〈*1.13*〉　5～9又は17～22．本品約6gを精密に量り，250mLの共栓フラスコに入れ，エタノール(99.5)50mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液1mLを加え，以下酸価の試験を行う．ただし，溶媒はあらかじめ中和せずに同様の方法で空試験を行い，補正する．

けん化価〈*1.13*〉　80～100　本品約3gを精密に量り，250mLの共栓フラスコに入れ，正確に0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液25mL及びエタノール(95)50mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で4時間加熱し，以下けん化価の試験を行う．

融点〈*1.13*〉　60～67℃

純度試験　パラフィン，脂肪，もくろう又は樹脂　本品をなるべく低温で融解し，エタノール(95)中に滴加して球粒を製し，24時間空気中に放置した後，これを比重0.95及び0.97に調製したエタノール(95)及び水の混液にそれぞれ投入するとき，球粒は比重0.95の混液では沈むか又は懸留し，比重0.97の混液では浮かぶか又は懸留する．

貯法　容器　密閉容器.

サラシミツロウ

White Beeswax

CERA ALBA

白蝋

本品は「ミツロウ」を漂白したものである．

性状　本品は白色～帯黄白色の塊で，特異なにおいがある．

本品は冷時では比較的割りやすく，割面は非結晶粒状性である．

本品はジエチルエーテルに溶けにくく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

酸価〈*1.13*〉　5～9又は17～22．本品約6gを精密に量り，250mLの共栓フラスコに入れ，エタノール(99.5)50mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液1mLを加え，以下酸価の試験を行う．ただし，溶媒はあらかじめ中和せずに同様の方法で空試験を行い，補正する．

けん化価〈*1.13*〉　80～100　本品約3gを精密に量り，250mLの共栓フラスコに入れ，正確に0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液25mL及びエタノール(95)50mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で4時間加熱し，以下けん化価の試験を行う．

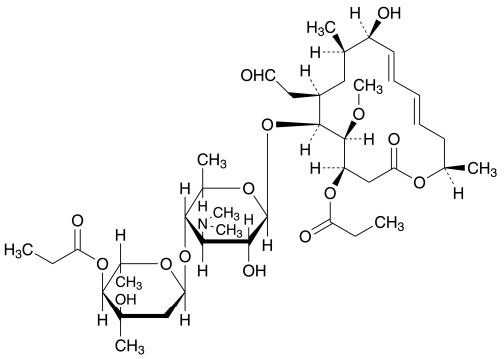
融点〈*1.13*〉　60～67℃

純度試験　パラフィン，脂肪，もくろう又は樹脂　本品をなるべく低温で融解し，エタノール(95)中に滴加して球粒を製し，24時間空気中に放置した後，これを比重0.95及び0.97に調製したエタノール(95)及び水の混液にそれぞれ投入するとき，球粒は比重0.95の混液では沈むか又は懸留し，比重0.97の混液では浮かぶか又は懸留する．

貯法　容器　密閉容器.

ミデカマイシン

Midecamycin



$C_{41}H_{67}NO_{15}$：813.97

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[2,6-Dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propanoyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*35457-80-8*]

本品は，*Streptomyces mycarofaciens*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ミデカマイシン($C_{41}H_{67}NO_{15}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　153～158℃

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．

（iii）　標準溶液　ミデカマイシン標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，水を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．標準溶液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

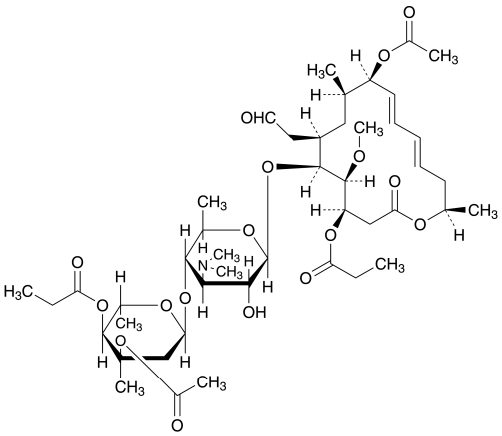
（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，水を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ミデカマイシン酢酸エステル

Midecamycin Acetate

酢酸ミデカマイシン



$C_{45}H_{71}NO_{17}$：898.04

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-9-Acetoxy-5-[3-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propanoyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-propioyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*55881-07-7*]

本品は，ミデカマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ミデカマイシン酢酸エステル($C_{45}H_{71}NO_{17}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクト

ルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したミデカマイシン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1.0g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の3)のⅰを用いる．

（ⅲ）　標準溶液　ミデカマイシン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとし，標準原液とする．標準溶液は5～15℃に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

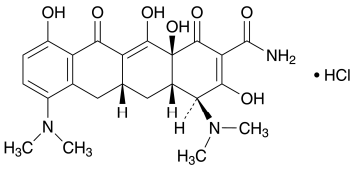
（ⅳ）　試料溶液　本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

ミノサイクリン塩酸塩

Minocycline Hydrochloride

塩酸ミノサイクリン



$C_{23}H_{27}N_3O_7$・HCl：493.94

(4*S*,4a*S*,5a*R*,12a*S*)-4,7-Bis(dimethylamino)-3,10,12,12a-tetrahydroxy-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride

[*13614-98-7*]

本品は，テトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり890～950μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$：457.48)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品の塩酸のメタノール溶液(19→20000)溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水100mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長560nmにおける吸光度は0.06以下である．ただし，試験は溶液調製後，1時間以内に行う．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以下).

（３）　類縁物質　本品50mgをとり，移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液調製後，速やかに試験を行う．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，エピミノサイクリンは1.2%以下であり，ミノサイクリン及びエピミノサイクリン以外の各々のピークの面積は1.0%以下である．また，ミノサイクリン及びエピミノサイクリン以外のピークの合計面積は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

流量：ミノサイクリンの保持時間が約12分になるように調整する．この条件で，エピミノサイクリンの保持時間は約10分である．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液2mLをとり，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たミノサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のミノサイクリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉 4.3～8.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.5%以下(1g).

定量法 本品及びミノサイクリン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(7→250)／*N,N*－ジメチルホルムアミド／0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液(11：5：4)にテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えてpH6.5に調整する．
流量：ミノサイクリンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：本品50mgを水25mLに溶かす．この液5mLを水浴上で60分間加熱した後，水を加えて25mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エピミノサイクリン，ミノサイクリンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

ミノサイクリン塩酸塩錠

Minocycline Hydrochloride Tablets
塩酸ミノサイクリン錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$：457.48)を含む．

製法 本品は「ミノサイクリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，塩酸のメタノール溶液(19→20000)625mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nm，261～265nm及び354～358nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本操作は，試料溶液を調製した後，速やかに試験を行う．本品5個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」50mg(力価)に対応する量をとり，移動相60mLを加えて激しく振り混ぜた後，移動相を加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりミノサイクリンに対する相対保持時間約0.83のエピミノサイクリンの量を求めるとき，2.0%以下である．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：試料溶液2mLに移動相を加えて100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たミノサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のミノサイクリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉 12.0%以下(本品を粉末としたもの0.5g，容量滴定法，逆滴定).

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相60mLを加えて15分間超音波処理した後，1mL中に「ミノサイクリン塩酸塩」約0.5mg(力価)を含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「ミノサイクリン塩酸塩」約9μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV'

mLとし，試料溶液とする．別にミノサイクリン塩酸塩標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長348nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1錠中のミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品の「ミノサイクリン塩酸塩」約1g(力価)に対応する個数をとり，移動相120mLを加えて15分間超音波処理した後，移動相を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にミノサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「ミノサイクリン塩酸塩」の定量法を準用する．

ミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 40$

M_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

注射用ミノサイクリン塩酸塩

Minocycline Hydrochloride for Injection
注射用塩酸ミノサイクリン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．
本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$：457.48)を含む．

製法　本品は「ミノサイクリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は黄色～黄褐色の粉末又は薄片である．

確認試験　本品4mgをとり，塩酸のメタノール溶液(19→20000)250mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nm，261～265nm及び354～358nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」0.1g(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かした液のpHは2.0～3.5である．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液を調製後，速やかに試験を行う．本品の表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」0.1g(力価)に対応する量をとり，移動相に溶かして100mLとする．この液25mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりミノサイクリンに対する相対保持時間約0.83のエピミノサイクリンの量を求めるとき，6.0%以下である．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：定量法の標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たミノサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のミノサイクリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　本品1個の質量を精密に量り，水分測定用メタノール2mLを正確に加え，内容物を溶かした後，その1mLを正確に量り，容量滴定法の逆滴定により試験を行うとき，3.0%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　1.25EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ミノサイクリン塩酸塩」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にミノサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「ミノサイクリン塩酸塩」の定量法を準用する．

ミノサイクリン($C_{23}H_{27}N_3O_7$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 4$

M_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．

ミョウバン水

Alum Solution

本品は定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム水和物[$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：474.39]0.27～0.33w/v%を含む．

製法

硫酸アルミニウムカリウム水和物	3g
ハッカ水	50mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性状　本品は無色澄明の液で，ハッカ油のにおいがあり，味は渋い．

確認試験

（１）　本品5mLに塩化アンモニウム試液3mL及びアンモニア試液1mLを加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，更にアリザリンレッドS試液5滴を追加するとき，沈殿は赤色に変わる(硫酸アルミニウム).

（２）　本品100mLを蒸発皿にとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水5mLに溶かした液はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（３）　本品は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

定量法　本品50mLを正確に量り，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え，pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)55mLを加え，0.02mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液2mL). ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

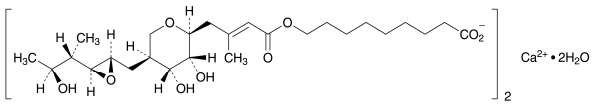
0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝9.488mg $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

貯法　容器　気密容器.

ムピロシンカルシウム水和物

Mupirocin Calcium Hydrate

ムピロシンカルシウム　水和物



$C_{52}H_{86}CaO_{18} \cdot 2H_2O$：1075.34

Monocalcium bis[9-((2*E*)-4-{(2*S*,3*R*,4*R*,5*S*)-5-[(2*S*,3*S*,4*S*,5*S*)-2,3-epoxy-5-hydroxy-4-methylhexyl]-3,4-dihydroxy-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl}-3-methylbut-2-enoyloxy)nonanoate] dihydrate

[*115074-43-6*]

本品は，*Pseudomonas fluorescens*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり895～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ムピロシン($C_{26}H_{44}O_9$：500.62)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の粉末で，味は苦い．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→200)1mLに，過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液4mL及び*N,N′*－ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液1mLを加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に20分間放置する．冷後，過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は暗紫色を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長219～224nmに吸収の極大を示す．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により測定するとき，波数1708cm^{-1}，1648cm^{-1}，1558cm^{-1}，1231cm^{-1}，1151cm^{-1}及び894cm^{-1}付近に吸収を認める．

（４）　本品の水溶液(3→1000)は，カルシウム塩の定性反応(3)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16～－20°(脱水物に換算したもの1g，メタノール，20mL，100mm).

純度試験

（１）　類縁物質　本品約50mgを量り，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液(1：1)に溶かして10mLとし，試料溶液(1)とする．この液2mLを正確に量り，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，試料溶液(2)とする．調製した試料溶液は4～8℃に保存する．試料溶液(1)及び試料溶液(2)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液(1)及び試料溶液(2)の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，ムピロシンに対する相対保持時間約0.7のピークの量(主類縁物質の量)を次式により求めるとき，4.0%以下であり，溶媒ピーク及びムピロシンのピーク以外のピークの合計量(類縁物質の合計量)を次式により求めるとき，6.0%以下である．

主類縁物質の量(%)

$$=\frac{A_i}{A+A_m}\times 100\times\frac{P\times 100}{100-\dfrac{A\times 100}{A+A_m}}$$

類縁物質の合計量(%)

$$=\frac{A}{A+A_m}\times 100\times\frac{P\times 100}{100-\dfrac{A\times 100}{A+A_m}}$$

A：試料溶液(1)から得た溶媒ピーク及びムピロシンのピーク以外のピークの合計面積

A_i：試料溶液(1)から得たムピロシンに対する相対保持時間約0.7のピーク面積

A_m：試料溶液(2)から得たムピロシンのピーク面積を50倍した値

P：定量法で求めた本品1mg当たりの力価[mg(力価)]

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，ムピロシンの保

持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液(2)1mLを正確に量り，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たムピロシンのピーク面積が，試料溶液(2)のピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの再現性：試料溶液(2)20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（2）　工程由来の無機塩類　別に規定する．

水分〈2.48〉　3.0～4.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びムピロシンリチウム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれpH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液(1：1)に溶かして正確に200mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．調製した試料溶液及び標準溶液は4～8℃に保存する．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のムピロシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ムピロシン($C_{26}H_{44}O_9$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：ムピロシンリチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム7.71gを水750mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH5.7に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液300mLにテトラヒドロフラン100mLを加える．

流量：ムピロシンの保持時間が約12.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ムピロシンリチウム標準品約20mg及びパラオキシ安息香酸エチル約5mgをとり，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液(1：1)に溶かして200mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ムピロシン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は12以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ムピロシンカルシウム軟膏

Mupirocin Calcium Ointment

本品は油性の軟膏剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～105.0%に対応するムピロシン($C_{26}H_{44}O_9$：500.62)を含む．

製法　本品は「ムピロシンカルシウム水和物」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ムピロシンカルシウム水和物」10mg(力価)に対応する量をとり，水5mLを加え，時々振り混ぜながら60℃の水浴上で10分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液1mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長220～224nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「ムピロシンカルシウム水和物」50mg(力価)に対応する量をとり，薄めたテトラヒドロフラン(3→4)5mLを加えて激しく振り混ぜる．この液にpH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを加えて激しく振り混ぜ，ガラスウール製ろ紙を用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／薄めたテトラヒドロフラン(3→4)混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のムピロシン以外のピークの面積及び標準溶液のムピロシンのピーク面積を自動積分法により測定し，次式により個々の類縁物質の量を求めるとき，ムピロシンに対する相対保持時間約0.7の類縁物質の量は4.0%以下，その他の類縁物質の量は1.5%以下であり，類縁物質の総量は6.0%以下である．

個々の類縁物質の量(%)$= A / (\Sigma A + A_m) \times 100$

A：試料溶液から得た個々の類縁物質のピーク面積

ΣA：試料溶液から得たムピロシンのピーク以外のピークの合計面積

A_m：標準溶液から得たムピロシンのピーク面積を50倍した値

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ムピロシンカルシウム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からムピロシンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「ムピロシンカルシウム水和物」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／薄めたテトラヒドロフラン(3→4)混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たムピロシンのピーク面積が，標準溶液のムピロシンのピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品の「ムピロシンカルシウム水和物」約2mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたテトラヒドロフラン(3→4)10mLを正確に加え，激しく振り混ぜる．この液にpH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLを正確に加えて激しく振り混ぜ，ガラスウール製ろ紙を用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にムピロシンリチウム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液／薄めたテトラヒドロフラン(3→4)混液(1：1)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「ムピロシンカルシウム水和物」の定量法を準用する．

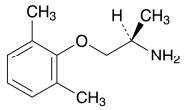
ムピロシン($C_{26}H_{44}O_9$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：ムピロシンリチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

メキシレチン塩酸塩

Mexiletine Hydrochloride
塩酸メキシレチン



・HCl
及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$：215.72
(1*RS*)-2-(2,6-Dimethylphenoxy)-1-methylethylamine monohydrochloride
[*5370-01-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メキシレチン塩酸塩($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色の粉末である.

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメキシレチン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメキシレチン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をエタノール(95)から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う.

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.8～5.8である.

融点〈*2.60*〉　200～204℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　類縁物質　本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たメキシレチンのピーク以外のピークのピークの面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は，定量法の操作条件を準用する.

検出感度：標準溶液20μLから得たメキシレチンのピーク高さが5～10mmになるように調整する.

面積測定範囲：メキシレチンの保持時間の約3倍の範囲，ただし，溶媒のピークは除く.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びメキシレチン塩酸塩標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメキシレチンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

メキシレチン塩酸塩($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：メキシレチン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸フェネチルアミンの移動相溶液(3→5000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に約7μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.5g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物3gを水600mLに溶かし，アセトニトリル420mLを加える.

流量：メキシレチンの保持時間が約6分になるように調

整する．

カラムの選定：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，メキシレチンの順に溶出し，その分離度が9以上のものを用いる．

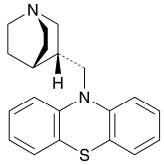
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メキタジン

Mequitazine



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{22}N_2S$：322.47

10-[(3*RS*)-1-Azabicyclo[2.2.2]oct-3-ylmethyl]-10*H*-phenothiazine

[*29216-28-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メキタジン($C_{20}H_{22}N_2S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに，同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　146～150℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.05gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／ジエチルアミン混液(7：2：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは3個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.25gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.25mg $C_{20}H_{22}N_2S$

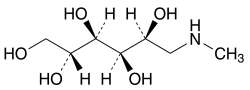
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メグルミン

Meglumine



$C_7H_{17}NO_5$：195.21

1-Deoxy-1-methylamino-D-glucitol

[*6284-40-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メグルミン($C_7H_{17}NO_5$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは11.0～12.0である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10)1mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10)2mLにメチルレッド試液1滴を加え，0.5mol/L硫酸試液で中和した後，希水酸化ナトリウム試液0.5mL及びホウ酸0.5gを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（3）　本品0.5gを薄めた塩酸(1→3)1mLに溶かし，エタノール(99.5)10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．次に容器の内壁をガラス棒でこすりながら氷冷して更に沈殿を析出させ，ガラスろ過器(G3)を用いて吸引ろ過し，エタノール(99.5)少量で洗った後，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は149～152℃である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16.0～－17.0°(乾燥後，1g，水，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　128～131℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gを水30mLに溶かし，希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下).

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gを水30mLに溶かし，希塩酸5mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下).

（4）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（6）　還元性物質　本品の水溶液(1→20)5mLにフェーリング試液5mLを加え，2分間煮沸するとき，赤褐色の沈殿を生じない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド試液2滴).

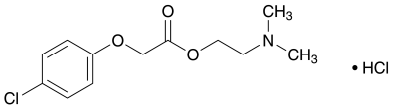
0.1mol/L塩酸1mL＝19.52mg $C_7H_{17}NO_5$

貯法　容器　気密容器.

メクロフェノキサート塩酸塩

Meclofenoxate Hydrochloride

塩酸メクロフェノキサート



$C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl：294.17

2-(Dimethylamino)ethyl (4-chlorophenoxy)acetate monohydrochloride

[*3685-84-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メクロフェノキサート塩酸塩($C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

確認試験

（1）　本品0.01gにエタノール(95)2mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，塩酸ヒドロキシアンモニウムの飽和エタノール(95)溶液2滴及び水酸化カリウムの飽和エタノール(95)溶液2滴を加え，水浴中で2分間加熱する．冷後，希塩酸を加えて弱酸性とし，塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤紫色～暗紫色を呈する．

（2）　本品0.05gを水5mLに溶かし，ライネッケ塩試液2滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉　139～143℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下).

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　有機酸　本品2.0gをとり，ジエチルエーテル50mLを加え，10分間振り混ぜた後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し，残留物はジエチルエーテル5mLずつで2回洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に中和エタノール50mL及びフェノールフタレイン試液5滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和するとき，その消費量は0.54mL以下である．

水分〈2.48〉　0.50%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

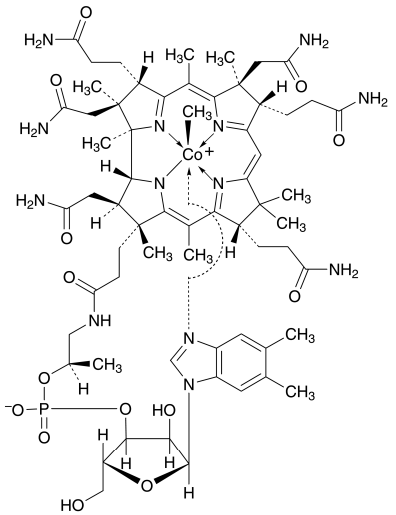
定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸(100)溶液(1→100)3滴)．ただし，滴定の終点は液の青緑色が黄緑色を経て微帯緑黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.42mg $C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl

貯法　容器　気密容器.

メコバラミン

Mecobalamin



$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$：1344.38

*Co*α-[α-(5,6-Dimethyl-1*H*-benzoimidazol-1-yl)]-*Co*β-methylcobamide

[*13422-55-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メコバラミン($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)98.0%以上を含む．

性状　本品は暗赤色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1又はメコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のpH7.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2又はメコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品1mgに硫酸水素カリウム0.05gを混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水3mLを加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム0.5g，希酢酸0.5mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→500)0.5mLを加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸0.5mLを追加し，1分間煮沸しても液の赤色は消えない．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　定量法で得られた試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，メコバラミン以外の各々のピーク面積はメコバラミンのピーク面積の0.5%以下であり，その合計面積は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メコバラミンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たメコバラミンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のメコバラミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　12%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びメコバラミン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のメコバラミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

メコバラミン($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したメコバラミン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：266nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル200mLにpH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液800mLを加え，更に1－ヘキサンスルホン酸ナトリウム3.76gを加えて溶かす．

流量：メコバラミンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シアノコバラミン及び酢酸ヒドロキソコバラミン5mgずつを移動相に溶かし，100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シアノコバラミン，ヒドロキソコバラミンの順に溶出

し，その分離度は3以上である．また，標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メコバラミンのピークの理論段数は6000段以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

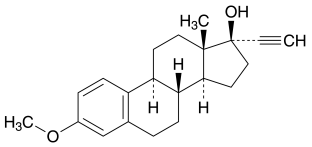
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メストラノール

Mestranol



$C_{21}H_{26}O_2$：310.43

3-Methoxy-19-nor-17α-pregna-1,3,5(10)-trien-20-yn-17-ol

[*72-33-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メストラノール($C_{21}H_{26}O_2$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，1,4－ジオキサンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品2mgを硫酸／エタノール(99.5)混液(2：1)1mLに溶かすとき，液は赤紫色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメストラノール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメストラノール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋2～＋8°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　148～154℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(99.5)混液(29：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(1→5)を均等に噴霧した後，105℃で15分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びメストラノール標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長279nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メストラノール($C_{21}H_{26}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：メストラノール標準品の秤取量(mg)

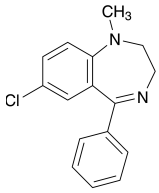
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メダゼパム

Medazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2$：270.76

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-1,4-benzodiazepine

[*2898-12-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メダゼパム($C_{16}H_{15}ClN_2$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(99.5)，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色に着色する．

確認試験

（1）　本品10mgをクエン酸・酢酸試液3mLに溶かすとき，液は濃だいだい色を呈し，水浴中で3分間加熱するとき，暗赤色に変わる．

（2）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品

のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品に付き，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉　101～104℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき，液は淡黄色～黄色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.5gをジエチルエーテル50mLに溶かし，水46mL及び炭酸ナトリウム試液4mLを加えて振り混ぜ，水層を分取してジエチルエーテル20mLずつで2回洗った後，水層をろ過する．ろ液20mLをとり，希硝酸を加えて中和し，更に希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.018%以下).

（3）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.25gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／アセトン／アンモニア水(28)混液(60：40：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.08mg $C_{16}H_{15}ClN_2$

貯法

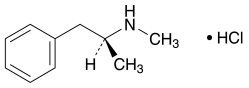
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メタンフェタミン塩酸塩

Methamphetamine Hydrochloride

塩酸メタンフェタミン



$C_{10}H_{15}N$・HCl：185.69

(2*S*)-*N*-Methyl-1-phenylpropan-2-amine monohydrochloride

[*51-57-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メタンフェタミン塩酸塩($C_{10}H_{15}N$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液0.5mLを加えるとき，だいだい黄色の結晶性の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→100)5mLにヨウ素試液0.5mLを加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→100)5mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液0.5mLを加えるとき，黄色の結晶性の沈殿を生じる．

（4）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16～＋19°(乾燥後，0.2g，水，10mL，100mm).

融点〈2.60〉　171～175℃

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品2.0gを新たに煮沸して冷却した水40mLに溶かし，メチルレッド試液2滴を加え，試料溶液とする．

（i）　試料溶液20mLに0.01mol/L硫酸0.20mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（ii）　試料溶液20mLに0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（2）　硫酸塩　本品0.05gを水40mLに溶かし，希塩酸1mL及び塩化バリウム試液1mLを加え，10分間放置するとき，液は変化しない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

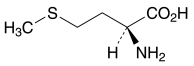
定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.57mg $C_{10}H_{15}N$・HCl

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

L－メチオニン

L-Methionine



$C_5H_{11}NO_2S$：149.21
(2*S*)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid
[*63-68-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－メチオニン($C_5H_{11}NO_2S$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．
本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．
本品は希塩酸に溶ける．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋21.0～＋25.0°(乾燥後，0.5g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水20mLに溶かした液のpHは5.2～6.2である．

純度試験
（１）　溶状　本品0.5gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを水20mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて40mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに希硝酸6mL及び水を加えて40mLとする．ただし，検液及び比較液には硝酸銀試液10mLずつを加える(0.021%以下)．
（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)．
（４）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)．
（５）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水40mL及び希酢酸2mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．
（６）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを100mLの分解フラスコに入れ，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLずつを2回加えて加熱し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．
（７）　類縁物質　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

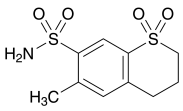
定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝14.92mg $C_5H_{11}NO_2S$

貯法　容器　気密容器．

メチクラン

Meticrane



$C_{10}H_{13}NO_4S_2$：275.34
6-Methylthiochromane-7-sulfonamide 1,1-dioxide
[*1084-65-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチクラン($C_{10}H_{13}NO_4S_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトニトリル又はメタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．
融点：約234℃(分解)．

確認試験
（１）　本品のメタノール溶液(3→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験
（１）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.10gをとり，試験を行う．

比較液にはアンモニウム標準液3.0mLを用いる(0.03%以下).

（２） 重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４） 類縁物質　本品50mgをアセトニトリル50mLに溶かす．この液5mLを量り，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチクラン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチクランのピーク面積より大きくない.

試験条件1

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(17：3)

流量：メチクランの保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性1

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たメチクランのピーク面積が，標準溶液のメチクランのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：本品及びカフェイン0.01gずつをアセトニトリル100mLに溶かす．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとした液10μLにつき，試験条件1で操作するとき，カフェイン，メチクランの順に溶出し，その分離度は10以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，試験条件1で試験を6回繰り返すとき，メチクランのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

試験条件2

検出器，カラム及びカラム温度は試験条件1を準用する.

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：メチクランの保持時間が約2分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性2

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たメチクランのピーク面積が，標準溶液のメチクランのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸メチル0.02gずつをアセトニトリル100mLに溶かす．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとした液10μLにつき，試験条件2で操作するとき，メチクラン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，試験条件2で試験を6回繰り返すとき，メチクランのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

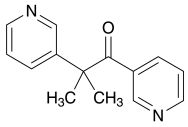
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLに溶かし，水5mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝27.54mg $C_{10}H_{13}NO_4S_2$

貯法　容器　密閉容器.

メチラポン

Metyrapone



$C_{14}H_{14}N_2O$：226.27

2-Methyl-1,2-di(pyridin-3-yl)propan-1-one

[*54-36-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチラポン($C_{14}H_{14}N_2O$)98.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味は苦い.

本品はメタノール，エタノール(95)，無水酢酸，クロロホルム，ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく，水にやや溶けにくい.

本品は0.5mol/L硫酸試液に溶ける.

確認試験

（１） 本品5mgに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを混ぜ，5～6秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する.

（２） 本品の0.5mol/L硫酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈2.60〉　50～54℃

純度試験

（１） 溶状　本品0.5gをメタノール5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（２） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.25gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(15：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を温風で約15分間乾燥する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ニトロベンゼン10mL及び無水酢酸40mLを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.31mg $C_{14}H_{14}N_2O$

貯法

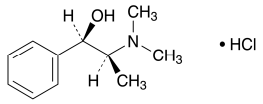
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

dl－メチルエフェドリン塩酸塩

dl-Methylephedrine Hydrochloride

dl－塩酸メチルエフェドリン



及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}NO$・HCl：215.72

(1*RS*,2*SR*)-2-Dimethylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride

[*18760-80-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩($C_{11}H_{17}NO$・HCl)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，無水酢酸にほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない.

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（３）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である.

融点〈*2.60*〉　207～211℃

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　類縁物質　本品50mgを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチルエフェドリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム13.6g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム3gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液900mLにアセトニトリル200mLを加える.

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約10分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチルエフェドリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たメチルエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：本品50mg及びパラオキシ安息香酸メチル0.4mgを水50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，メチルエフェドリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メチルエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，

補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.57mg $C_{11}H_{17}NO$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

dl－メチルエフェドリン塩酸塩散10%

10% *dl*-Methylephedrine Hydrochloride Powder

dl－塩酸メチルエフェドリン散

dl－塩酸メチルエフェドリン散10%

本品は定量するとき，*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩($C_{11}H_{17}NO$・HCl：215.72)9.3～10.7%を含む．

製法

dl－メチルエフェドリン塩酸塩	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品0.5gに水100mLを加え，20分間激しく振り混ぜた後，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長250～253nm，255～259nm及び261～264nmに吸収の極大を示す．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に水25mLを加え，20分間激しく振り混ぜて溶かした後，水を加えて50mLとし，必要ならば孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用*dl*－塩酸メチルエフェドリンを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に水を加えて溶かし，50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

dl－メチルエフェドリン塩酸塩($C_{11}H_{17}NO$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用*dl*－塩酸メチルエフェドリンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム13.6g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム3gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液900mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，メチルエフェドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

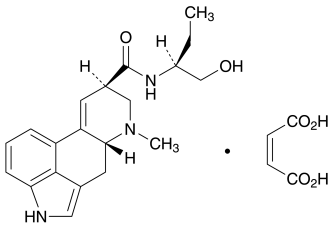
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩

Methylergometrine Maleate

マレイン酸メチルエルゴメトリン



$C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$：455.50

(8*S*)-*N*-[(1*S*)-1-(Hydroxymethyl)propyl]-6-methyl-9,10-didehydroergoline-8-carboxamide monomaleate

[*7054-07-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)95.0～105.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約190℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200)は青色の蛍光を発する．

（2）　定量法で得た呈色液は深青色を呈し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋44～＋50°(乾燥後，0.1g，水，20mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品8mgをエタノール(95)／アンモニア水(28)混液(9：1)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正

確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(9：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，直ちに薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし，直ちにクロロホルム／メタノール／水混液(75：25：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　2.0%以下(0.2g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

定量法　本品及びメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれを褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液4mLを正確に加え，45℃で10分間加温した後，室温で20分間放置する．これらの液につき，水2.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長545nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠

Methylergometrine Maleate Tablets

マレイン酸メチルエルゴメトリン錠

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するメチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$：455.50)を含む．

製法　本品は「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法で得た試料溶液は青色の蛍光を発する．

（2）　定量法で得た呈色液は深青色を呈し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長543～547nm及び620～630nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり，水10mLを加え，10分間激しく振り混ぜ，崩壊させた後，塩化ナトリウム3g及びアンモニア水(28)2mLを加える．次にクロロホルム25mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，5分間遠心分離して水層を除く．クロロホルム抽出液を分取し，1mL中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)約5μgを含む液となるようにクロロホルムを加えて正確にV mLとし，試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約1.25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，褐色の共栓遠心沈殿管に入れ，塩化ナトリウム3g及びアンモニア水(28)2mLを加える．次にクロロホルム25mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，5分間遠心分離して水層を除き，クロロホルム抽出液を分取し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り，褐色の共栓遠心沈殿管に入れ，直ちに希4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液10mLを正確に加え，5分間激しく振り混ぜる．この液を5分間遠心分離した後，水層を分取し，1時間放置する．これらの液につき，希4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長545nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)約0.13μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，直ちに蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起波長338nm，蛍光波長427nmにおける蛍光の強さF_T及びF_Sを測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times F_T / F_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 20$

M_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のメチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)約0.3mgに対応する量を精密に量り，褐色の分液漏斗に入れ，炭酸水素ナトリウム溶液(1→20)15mLを加え，クロロホルム20mLずつで4回抽出する．抽出液は別の乾燥した褐色の分液漏斗に，あらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いて順次ろ過し，全ろ液を合わせ試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，褐色の分液漏斗に入れ，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液の全量に，希4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液25mLずつを正確に加え，5分間激しく振り混ぜ，30分間放置する．水層を分取し，遠心分離した後1時間放置する．これらの液につき，希4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長545nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩($C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 3 / 100$

M_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

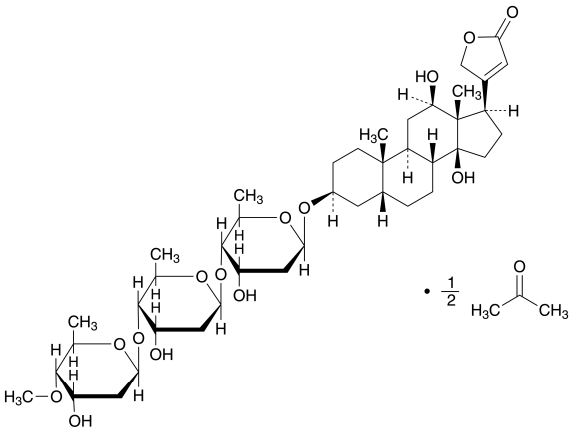
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

メチルジゴキシン

Metildigoxin



$C_{42}H_{66}O_{14}$・$\frac{1}{2}C_3H_6O$：824.00

3β-[2,6-Dideoxy-4-*O*-methyl-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β-card-20(22)-enolide—acetone (2/1)

[*30685-43-9*，アセトン和していないもの]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルジゴキシン($C_{42}H_{66}O_{14}$・$\frac{1}{2}C_3H_6O$)96.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド，ピリジン又は酢酸(100)に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)又はアセトンに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品2mgを酢酸(100)2mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えてよく振り混ぜた後，硫酸2mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面は褐色を呈する．また，酢酸層は徐々に濃青色を呈する．

（2）　本品2mgを1,3－ジニトロベンゼン試液2mLに溶かし，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール(95)溶液(1→200)2mLを加えて振り混ぜるとき，液は徐々に紫色を呈し，次に青紫色となる．

（3）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びメチルジゴキシン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{5461}$：＋22.0～＋25.5°(脱水物に換算したもの1g，ピリジン，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(4ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品10mgをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－ブタノン／クロロホルム混液(3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

アセトン　本品約0.1gを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて溶かし，更に*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド約10mLを入れた50mLのメスフラスコを用い，アセトン約0.4gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，更に*N,N*－ジメチルホルムアミドを加

えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，アセトンの量は2.0～5.0%である．

アセトンの量(%)＝M_S／M_T × Q_T／Q_S

M_S：アセトンの秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　*t*－ブチルアルコールの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→2000)
操作条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径約2mm，長さ1～2mのガラス管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．
カラム温度：170～230℃の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：アセトンの保持時間が約2分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトン，*t*－ブチルアルコールの順に流出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

水分〈2.48〉　3.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びメチルジゴキシン標準品約0.1gずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれに2,4,6－トリニトロフェノール・エタノール試液15mL及び水酸化ナトリウム試液2mLずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に25mLとし，20±0.5℃に20分間放置する．これらの液につき，2,4,6－トリニトロフェノール・エタノール試液15mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長495nmにおける吸光度を5分ごとに測定し，それぞれの最大値A_T及びA_Sを求める．

メチルジゴキシン($C_{42}H_{66}O_{14}$・½C_3H_6O)の量(mg)
＝M_S × A_T／A_S

M_S：脱水物に換算したメチルジゴキシン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

メチルセルロース

Methylcellulose
Cellulose, methyl ether

[*9004-67-5*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのメチルエーテルである．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メトキシ基(－OCH_3：31.03)26.0～33.0%を含む．

本品はその粘度をミリパスカル秒(mPa･s)の単位で表示する．

◆**性状**　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である．

本品はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．◆

確認試験

（１）　本品1.0gをビーカーに入れた水100mLの表面に，必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら，均一に分散し，放置するとき，水面上で凝集する．

（２）　本品1.0gを熱湯100mLに加え，かき混ぜるとき，懸濁液となる．この懸濁液を5℃に冷却し，かき混ぜるとき，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．

（３）　(2)の試験終了後の溶液0.1mLに薄めた硫酸(9→10)9mLを加えて振り混ぜ，水浴中で正確に3分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液0.6mLを注意して加え，振り混ぜて25℃で放置するとき，液は紅色を呈し，更に100分間放置後も紫色に変化しない．

（４）　(2)の試験終了後の溶液2～3mLをスライドガラス上に薄く塗り，水を蒸発させるとき，透明なフィルム膜を形成する．

（５）　水50mLを正確に量り，(2)の試験終了後の溶液50mLを正確に加え，かき混ぜながら1分間に2～5℃上昇するように加温する．液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき，50℃以上である．

粘度〈2.53〉

（ｉ）　第1法　本品の表示粘度が600mPa･s未満のものに適用する．本品の換算した乾燥物4.000gに対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて200.0gとし，容器にふたをした後，かき混ぜ機を用いて均一な分散液となるまで毎分350～450回転で10～20分間かき混ぜる．必要ならば容器の器壁に付着した試料をかき取り，分散液に加えた後，5℃以下の水浴中で20～40分間かき混ぜながら溶解する．必要ならば冷水を加えて200.0gとし，溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き，試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1℃で粘度測定法第1法により試験を行うとき，表示粘度の80～120%である．

（ii）　第2法　本品の表示粘度が600mPa･s以上のものに適用する．本品の換算した乾燥物10.00gに対応する量を広口瓶

に正確に量り，熱湯を加えて500.0gとし，以下第1法と同様に操作して試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1℃で粘度測定法第2法の単一円筒形回転粘度計により，次の条件で試験を行うとき，表示粘度の75～140%である．

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計LVモデル

円筒番号，回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う．

表示粘度 (mPa･s)		円筒番号	回転数 /分	換算乗数
600以上	1400未満	3	60	20
1400以上	3500未満	3	12	100
3500以上	9500未満	4	60	100
9500以上	99500未満	4	6	1000
99500以上		4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ，2分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り，2分間停止する．同様の操作を2回繰り返し，3回の測定値を平均する．

ｐＨ〈2.54〉　粘度試験の試料溶液を20±2℃とし，5分間放置した液のpHは5.0～8.0である．

純度試験　重金属　本品1.0gを100mLのケルダールフラスコにとり，硝酸／硫酸混液(5：4)を試料が十分に潤うまで加えて穏やかに加熱する．この操作を硝酸／硫酸混液(5：4)18mLを使用するまで繰り返す．液が黒色に変化するまで穏やかに煮沸する．冷後，硝酸2mLを加え，液が黒色に変化するまで再び加熱する．この操作を繰り返し，液が黒色に変化しなくなった後，濃い白煙を生じるまで強く加熱する．冷後，水5mLを加え，濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し，更に液量が2～3mLになるまで加熱する．冷後，水5mLを加えたとき，液がなお黄色を呈するときは，過酸化水素(30)1mLを加え，液量が2～3mLになるまで加熱する．冷後，水2～3mLを加えて希釈した液をネスラー管に入れ，水を加えて25mLとし，検液とする．別に鉛標準液2.0mLを100mLのケルダールフラスコに入れ，硝酸／硫酸混液(5：4)18mLを加え，更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え，濃い白煙を生じるまで加熱する．冷後，水10mLを加え，検液の調製に過酸化水素(30)を用いた場合には，その同量を加え，以下検液の調製と同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にアンモニア水(28)を加え，液のpHを3.0～4.0に調整し，水を加えて40mLとする．更にそれぞれチオアセトアミド・グリセリン塩基性試液1.2mL，pH3.5の酢酸塩緩衝液2mL及び水を加えて50mLとし，5分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方から観察して液の色を比較する．検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(20ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，105℃，1時間)．

強熱残分〈2.44〉　1.5%以下(1g)．

定量法

(ｉ)　装置　分解瓶：5mLの耐圧セラムバイアルで，外径20mm，高さ50mm，首部の外径20mm及び内径13mm，セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で，アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの．又は同等の構造を持つもの．

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20mm，深さ32mmの穴をあけたもので，分解瓶に適合するもの．加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか，又は振とう器に取り付けられて，毎分約100回の往復振とうができるもの．

(ⅱ)　操作法　本品約65mgを精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸0.06～0.10g，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを加え，直ちに密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶の内容物の温度が130±2℃になるようにブロックを加熱しながら，加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて60分間かき混ぜる．マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には，加熱時間の初めの30分間，5分ごとに手で振り混ぜる．冷後，その質量を精密に量り，減量が内容物質量の0.50%以下又は内容物の漏れがないとき，混合物の上層を試料溶液とする．別にアジピン酸0.06～0.10g，内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり，直ちに密栓し，その質量を精密に量り，マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン45μLを加え，その質量を精密に量る．分解瓶を振り混ぜた後，内容物の上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1～2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨードメタンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メトキシ基(CH_3O)の量(%)＝M_S／M × Q_T／Q_S × 21.86

M_S：定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

M：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

内標準溶液　*n*－オクタンの*o*－キシレン溶液(3→100)

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム：内径3～4mm，長さ1.8～3mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを125～150μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10～20%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100℃付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素．

流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調整する．

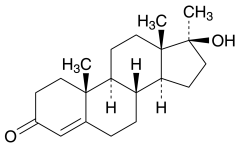
システム適合性

システムの性能：標準溶液1～2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヨードメタン，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークは完全に分離する．

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

メチルテストステロン

Methyltestosterone



$C_{20}H_{30}O_2$：302.45

17β-Hydroxy-17α-methylandrost-4-en-3-one

[*58-18-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)98.0～102.0%を含む.

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルテストステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルテストステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋79～＋85°(乾燥後，0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm).

融点〈*2.60*〉 163～168℃

純度試験 類縁物質 本品40mgをエタノール(95)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，10時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(0.5g).

定量法 本品及びメチルテストステロン標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で10時間乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

メチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(11：9)

流量：メチルテストステロンの保持時間が約10分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準溶液，メチルテストステロンの順に溶出し，その分離度は9以上である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

メチルテストステロン錠

Methyltestosterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するメチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$：302.45)を含む.

製法 本品は「メチルテストステロン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「メチルテストステロン」10mgに対応する量をとり，アセトン50mLを加えて30分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品10mgをアセトン10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)混液(9：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水5mLを加えて崩壊させ，メタノール

50mLを加えて30分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，1mL中にメチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)約10μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で10時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，水5mL及びメタノール50mLを加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長241nm付近の吸収極大の波長における吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/10$

M_S：メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液にポリソルベート80　1gに水を加えて5Lとした液900mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，10mg錠の30分間の溶出率は75%以上であり，25mg錠の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として10時間減圧乾燥し，その約22mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長249nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 45$

M_S：メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のメチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)約25mgに対応する量を精密に量り，メタノール約70mLを加えて30分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で10時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールを加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メチルテストステロン($C_{20}H_{30}O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5/4$

M_S：メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液(1→10000)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)
- カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：35℃付近の一定温度
- 移動相：アセトニトリル／水混液(11：9)
- 流量：メチルテストステロンの保持時間が約10分になるように調整する．

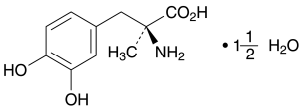
システム適合性
- システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，メチルテストステロンの順に溶出し，その分離度は9以上である．
- システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

メチルドパ水和物

Methyldopa Hydrate

メチルドパ



$C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：238.24

(2*S*)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-2-methylpropanoic acid sesquihydrate

[*41372-08-1*]

本品を定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$：211.21)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gにニンヒドリン試液3滴を加え，水浴中で3分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（２）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－25～－28°(脱水物に換算したもの1g，塩化アルミニウム(Ⅲ)試液，20mL，100mm).

純度試験

（１）　酸　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて振り混ぜ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及びメチルレッド試液2滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（２）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下).

（３）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かす．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（５）　3－*O*－メチルメチルドパ　本品0.10gをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，薄層クロマトグラフィー用3－*O*－メチルメチルドパ5mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(13：5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，薄層板を風乾する．更に，これに炭酸ナトリウム十水和物溶液(1→4)を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　10.0～13.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2～3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.12mg $C_{10}H_{13}NO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

メチルドパ錠

Methyldopa Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するメチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$：211.21)を含む．

製法　本品は「メチルドパ水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（１）　本品を粉末とし，表示量に従い「メチルドパ水和物」0.1gに対応する量をとり，水10mLを加え，時々振り混ぜながら水浴中で5分間加熱する．冷後，毎分2000回転で5分間遠心分離し，上澄液1滴をろ紙に付け，温風で乾燥した後，これにニンヒドリン試液1滴を重ねて付け，100℃で5分間加熱するとき，紫色を呈する．

（２）　(1)の上澄液0.5mLに0.05mol/L硫酸試液2mL，酒石酸鉄(Ⅱ)試液2mL及びアンモニア試液4滴を加えて振り混ぜるとき，液は暗紫色を呈する．

（３）　(1)の上澄液0.7mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて20mLとする．この液10mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～283nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05mol/L硫酸試液50mLを加えて15分間よく振り混ぜ，更に0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液のメチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)約5mgに対応する容量V mLを正確に量り，酒石酸鉄(Ⅱ)試液5mLを正確に加え，更にpH8.5のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にメチルドパ標準品(別途125℃，2時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約0.11gを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，酒石酸鉄(Ⅱ)試液5mLを正確に加え，更にpH8.5のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長520nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 5 / V$

M_S：乾燥物に換算したメチルドパ標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液30mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)約25μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用メチルドパ(別途125℃，2時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約56mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液10mLを正確に量

り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：乾燥物に換算した定量用メチルドパの秤取量(mg)
C：1錠中のメチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.05mol/L硫酸試液50mLを加えて15分間よく振り混ぜ，更に0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にメチルドパ標準品(別途125℃，2時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約0.11gを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれに酒石酸鉄(Ⅱ)試液5mLを正確に加え，更にpH8.5のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に100mLとする．これらの液につき，0.05mol/L硫酸試液5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長520nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

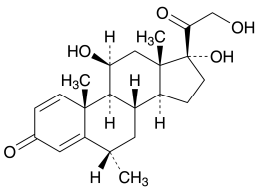
メチルドパ($C_{10}H_{13}NO_4$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したメチルドパ標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

メチルプレドニゾロン

Methylprednisolone



$C_{22}H_{30}O_5$：374.47
11β,17,21-Trihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione
[*83-43-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルプレドニゾロン($C_{22}H_{30}O_5$)96.0～104.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：232～240℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，濃赤色を呈し，この液は蛍光を発しない．この液に水10mLを加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gをメタノール1mLに溶かし，フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋79～＋86°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本品50mgをクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／ジエチルエーテル／メタノール／水混液(385：75：40：6)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これを105℃で10分間加熱し，冷後，アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(0.2g)．

定量法　本品を乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長243nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

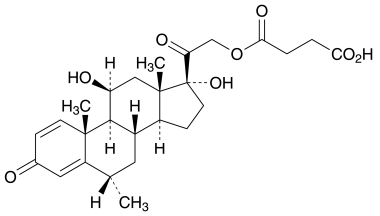
メチルプレドニゾロン($C_{22}H_{30}O_5$)の量(mg)
$= A / 400 \times 10000$

貯法　容器　気密容器．

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル

Methylprednisolone Succinate

コハク酸メチルプレドニゾロン



$C_{26}H_{34}O_8$：474.54

11β,17,21-Trihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(hydrogen succinate)

[*2921-57-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステル($C_{26}H_{34}O_8$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約235℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品をそれぞれエタノール(95)に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物を乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋99～＋103°(乾燥後，0.2g，エタノール(95)，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品15mgをメタノール5mLに溶かし，pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メチルプレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積が，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g)．

定量法　本品及びメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約15mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール5mLに溶かし，pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル($C_{26}H_{34}O_8$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：メチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのpH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)溶液(3→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液1000mLに0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加えてpH5.5に調整する．この液640mLにアセトニトリル

360mLを加える．

流量：メチルプレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

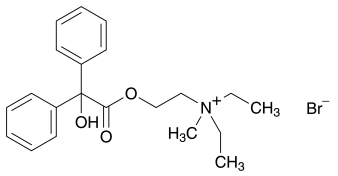
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

メチルベナクチジウム臭化物

Methylbenactyzium Bromide

臭化メチルベナクチジウム



$C_{21}H_{28}BrNO_3$：422.36

N,N-Diethyl-2-[(hydroxyl)(diphenyl)acetoxy]-*N*-methylethylaminium bromide

[*3166-62-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルベナクチジウム臭化物($C_{21}H_{28}BrNO_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)0.5mLにpH7.0のリン酸塩緩衝液5mL，ブロモチモールブルー試液2～3滴及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2）　本品約1gに水5mL及び水酸化ナトリウム試液10mLを加え，5分間放置した後，希塩酸5mLを加え，沈殿をろ取し，水でよく洗い，水／エタノール(95)混液(10：3)から再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は145～150℃であり，更に約200℃まで加熱を続けるとき，赤色を呈する．

（3）　本品の水溶液(1→10)5mLに希硝酸2mLを加えた液は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　168～172℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝42.24mg $C_{21}H_{28}BrNO_3$

貯法　容器　気密容器．

メチルロザニリン塩化物

Methylrosanilinium Chloride

塩化メチルロザニリン

クリスタルバイオレット

$C_{25}H_{30}ClN_3$：407.98

本品はヘキサメチルパラロザニリン塩化物で，通例，ペンタメチルパラロザニリン塩化物及びテトラメチルパラロザニリン塩化物を含む．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メチルロザニリン塩化物[ヘキサメチルパラロザニリン塩化物($C_{25}H_{30}ClN_3$)として]96.0%以上を含む．

性状　本品は緑色の金属光沢のある砕片又は暗緑色の粉末で，においはないか，又はわずかににおいがある．

本品はエタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgを硫酸1mLに加えるとき，だいだい色～赤褐色を呈して溶ける．この液に水を滴加するとき，液は褐色から緑色を経て青色に変わる．

（2）　本品0.02gを水10mLに溶かし，塩酸5滴を加え，試料溶液とする．試料溶液5mLにタンニン酸試液を滴加するとき，深青色の沈殿を生じる．

（3）　(2)の試料溶液5mLに亜鉛粉末0.5gを加えて振り混ぜるとき，液の色は消える．この液1滴をろ紙上に滴下し，そのすぐ横にアンモニア試液1滴を滴下するとき，両液の接触部は青色を呈する．

純度試験

（1）　エタノール不溶物　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，エタノール(95)50mLを加え，還流冷却器を付け，水浴中で15分間加熱した後，沈殿を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，洗液が紫色を呈しなくなるまで温エタノール(95)で洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0%以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，

試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（３）　亜鉛　本品0.10gに硫酸0.1mLを加え，強熱して灰化し，冷後，希塩酸5mL，希硝酸0.5mL及び水4mLを加えて煮沸し，アンモニア試液5mLを加え，更に煮沸してろ過する．ろ液に硫化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（４）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　7.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　1.5%以下(0.5g).

定量法　本品約0.4gを精密に量り，広口三角フラスコに入れ，水25mL及び塩酸10mLに溶かし，二酸化炭素を通じながら0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液50mLを正確に加え，沸騰するまで加熱し，更にしばしば振り動かしながら15分間穏やかに煮沸する．続いて二酸化炭素を通じながら冷却し，過量の塩化チタン(Ⅲ)を0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液で滴定〈2.50〉する(指示薬：チオシアン酸アンモニウム試液5mL).ただし，滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする．同様の方法で空試験を行う.

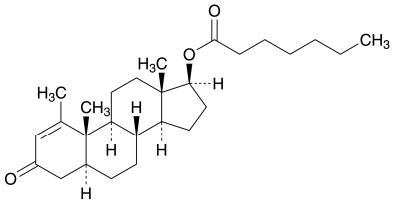
0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液1mL＝20.40mg $C_{25}H_{30}ClN_3$

貯法　容器　気密容器.

メテノロンエナント酸エステル

Metenolone Enanthate

エナント酸メテノロン



$C_{27}H_{42}O_3$：414.62

1-Methyl-3-oxo-5α-androst-1-en-17β-yl heptanoate

[*303-42-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メテノロンエナント酸エステル($C_{27}H_{42}O_3$)97.0～103.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品はエタノール(95)，アセトン，1,4－ジオキサン又はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，酢酸エチル，ジエチルエーテル，シクロヘキサン，石油エーテル又はトルエンに溶けやすく，ゴマ油にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（１）　本品1mgを硫酸／エタノール(95)混液(1：1)5mLに溶かし，水浴中で30分間加熱するとき，液は，赤褐色を呈する.

（２）　本品0.05gをメタノール3mLに溶かし，炭酸カリウム溶液(1→6)0.3mLを加え，還流冷却器を付け，2時間煮沸し，冷後，この液を冷水50mL中に徐々に加え，15分間かき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ取し，洗液が中性になるまで水で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は156～162℃である.

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39～＋43°(乾燥後，0.2g，クロロホルム，10mL，100mm).

融点〈2.60〉　67～72℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gを1,4－ジオキサン10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　類縁物質　本品20mgをとり，クロロホルム10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／シクロヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．更にこの液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長242nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する.

メテノロンエナント酸エステル($C_{27}H_{42}O_3$)の量(mg)

$= A / 325 \times 100000$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

メテノロンエナント酸エステル注射液

Metenolone Enanthate Injection

エナント酸メテノロン注射液

本品は油性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するメテノロンエナント酸エステル($C_{27}H_{42}O_3$：414.62)を含む.

製法　本品は「メテノロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は微黄色澄明の油液である.

確認試験

（１）　本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステル」0.1gに対応する容量をとり，石油エーテル20mLを加え，薄めた酢酸(100)(5→7)20mLずつで3回抽出する．抽出液を

合わせ，石油エーテル20mLで洗った後，氷冷しながら冷水300mLを加え，よくかき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で6時間乾燥したものにつき，「メテノロンエナント酸エステル」の確認試験(1)を準用する．

（２）　本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステル」0.01gに対応する容量をとり，クロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．別にメテノロンエナント酸エステル0.01gをクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．更に，酢酸エチル／シクロヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のメテノロンエナント酸エステル($C_{27}H_{42}O_3$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用エナント酸メテノロンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3mLずつを正確に量り，イソニアジド試液10mLを正確に加え，メタノールを加えて正確に20mLとし，60分間放置する．これらの液につき，クロロホルム3mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長384nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メテノロンエナント酸エステル($C_{27}H_{42}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用エナント酸メテノロンの秤取量(mg)

貯法

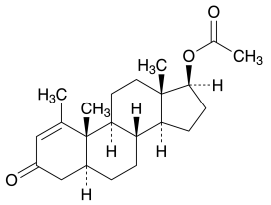
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

メテノロン酢酸エステル

Metenolone Acetate

酢酸メテノロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49

1-Methyl-3-oxo-5α-androst-1-en-17β-yl acetate

[*434-05-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メテノロン酢酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトン，1,4－ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテル又はゴマ油にやや溶けにくく，ヘキサン又は石油エーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品1mgを硫酸／エタノール(95)混液(1：1)5mLに溶かし，水浴中で30分間加熱するとき，液は赤褐色を呈する．

（２）　本品0.01gに希水酸化カリウム・エタノール試液0.5mLを加え，水浴上で1分間加熱する．冷後，薄めた硫酸(1→2)0.5mLを加え，1分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（３）　本品0.05gをメタノール3mLに溶かし，炭酸カリウム溶液(1→6)0.3mLを加え，還流冷却器を付け，2時間煮沸し，冷後，この液を冷水50mL中に徐々に加え，15分間かき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し，水10mLで洗った後，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は157～161℃である．

（４）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39～＋42°(乾燥後，0.2g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　141～144℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.50gを1,4－ジオキサン10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品35mgをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ

トする．次に酢酸エチル／シクロヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品を乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長242nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

メテノロン酢酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)の量(mg)
$= A / 391 \times 10000$

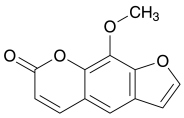
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

メトキサレン

Methoxsalen



$C_{12}H_8O_4$：216.19

9-Methoxy-7*H*-furo[3,2-*g*]chromen-7-one

[*298-81-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メトキサレン($C_{12}H_8O_4$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品0.01gに希硝酸5mLを加え，加熱するとき，液は黄色を呈する．この液に水酸化ナトリウム溶液(2→5)を加えてアルカリ性とするとき，液の色は赤褐色に変わる.

（2）　本品0.01gに硫酸5mLを加えて振り混ぜるとき，液は黄色を呈する.

（3）　本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトキサレン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈2.60〉　145～149℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品50mgをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ヘキサン／酢酸エチル混液(40：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

水分〈2.48〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びメトキサレン標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．これらの液2mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に25mLとする．更に，これらの液10mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長300nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

メトキサレンの量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したメトキサレン標準品の秤取量(mg)

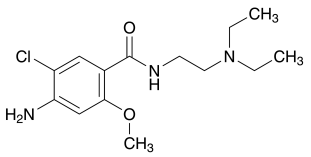
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器.

メトクロプラミド

Metoclopramide



$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$：299.80

4-Amino-5-chloro-*N*-[2-(diethylamino)ethyl]-2-methoxybenzamide

[*364-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はクロロホ

ルムにやや溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品0.01gに希塩酸5mL及び水20mLを加えて溶かし，この液5mLにドラーゲンドルフ試液1mLを加えるとき，赤だいだい色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.1gを1mol/L塩酸試液1mLに溶かした後，水を加えて100mLとする．この液1mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　146～149℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，1mol/L塩酸試液5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，無水酢酸5mLを加え，5分間加温する．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.98mg $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$

貯法　容器　密閉容器．

メトクロプラミド錠

Metoclopramide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$：299.80)を含む．

製法　本品は「メトクロプラミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「メトクロプラミド」50mgに対応する量をとり，0.5mol/L塩酸試液15mLを加え，70℃の水浴中でしばしば振り混ぜながら15分間加温する．冷後，この液を10分間遠心分離し，上澄液5mLに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液1mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長270～274nm及び306～310nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液10mLを加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとする．この液を10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，1mL中にメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)約12μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加え，正確にV mLとし，試料溶液とする．別に定量用メトクロプラミドを105℃で3時間乾燥し，その約80mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に500mLとする．この液4mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長308nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 1000$

M_S：定量用メトクロプラミドの秤取量(mg)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)約75mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液300mLを加えて1時間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に500mLとし，10分間遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用メトクロプラミドを105℃で3時間乾燥し，その約80mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に500mLとする．この液4mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長308nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

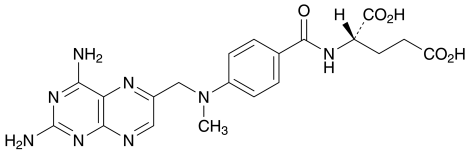
メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用メトクロプラミドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

メトトレキサート

Methotrexate



$C_{20}H_{22}N_8O_5$：454.44

N-{4-[(2,4-Diaminopteridin-6-ylmethyl)(methyl)amino]benzoyl}-L-glutamic acid

[*59-05-2*]

本品は4－アミノ－10－メチル葉酸及び近縁化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)94.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄褐色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けにくく，水，アセトニトリル，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液又は希炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品1mgを0.1mol/L塩酸試液100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水分〈*2.48*〉　水分測定用ピリジン5mL及び水分測定用メタノール20mLを乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定〈*2.50*〉する．次に本品約0.2gを精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，30分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は12.0%以下である．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g).

定量法　本品及びメトトレキサート標準品約25mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に250mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のメトトレキサートのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

メトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：302nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH6.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液／アセトニトリル混液(89：11)

流量：メトトレキサートの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び葉酸10mgずつを移動相100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，葉酸，メトトレキサートの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトトレキサートのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メトトレキサートカプセル

Methotrexate Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するメトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$：454.44)を含む．

製法　本品は「メトトレキサート」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「メトトレキサート」2mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240～244nm及び304～308nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，移動相3V／5 mLを加え，15分間超音波処理した後，25分間振り混ぜ，1mL中にメトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)約20μgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にメトトレキサート標準品(別途「メトトレキサート」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトトレキサートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－ニトロフェノールのメタノール溶液(1→10000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトトレキサートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)約2.2μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にメトトレキサート標準品(別途「メトトレキサート」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のメトトレキサートのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

メトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量(mg)

C：1カプセル中のメトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトトレキサートのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトトレキサートのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，カプセルの質量を精密に量る．内容物を粉末とした後，メトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)約10mgに対応する量を精密に量り，移動相60mLを加え，25分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にメトトレキサート標準品(別途「メトトレキサート」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトトレキサートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メトトレキサート($C_{20}H_{22}N_8O_5$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－ニトロフェノールのメタノール溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：302nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液250mLに0.2mol/L水酸化ナトリウム試液28.5mL及び水を加えて1000mLとする．この液890mLにアセトニトリル110mLを加える．

流量：メトトレキサートの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：メトトレキサート及び葉酸10mgずつを移動相100mLに溶かす．この液2mLをとり，移動相を加えて20mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，葉酸，メトトレキサートの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトトレキサートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

メトプロロール酒石酸塩

Metoprolol Tartrate

酒石酸メトプロロール

$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$：684.81

(2*RS*)-1-[4-(2-Methoxyethyl)phenoxy]-3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

[*56392-17-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]99.0～101.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすい.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$：＋7.0～＋10.0°(乾燥後，1g，水，50mL，100mm).

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をアセトン溶液(23→1000)から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う.

（3） 本品の水溶液(1→5)は酒石酸塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する.

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である.

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水をガラス容器に入れ，酢酸エチル／メタノール混液(4：1)を展開溶媒とした展開用容器中に静置し，飽和させた後，約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは3個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.24mg $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法 容器 密閉容器.

メトプロロール酒石酸塩錠

Metoprolol Tartrate Tablets

酒石酸メトプロロール錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するメトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$：684.81]を含む.

製法 本品は「メトプロロール酒石酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「メトプロロール酒石酸塩」10mgに対応する量をとり，エタノール(95)100mLを加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長274～278nm及び281～285nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，「メトプロロール酒石酸塩」10mg当たり水1mLを加えて20分間振り混ぜた後，エタノール(95)75mLを加え，更に15分間振り混ぜ，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液V mLを正確に量り，1mL中にメトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約0.1mgを含む液となるようにエタノール(95)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを60℃で4時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，水5mLに溶かし，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール(95)を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長276nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

メトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/5$

M_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約22μgを含む液となるように水を加えて正確に$V'$ mLとし，試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを60℃で4時間減圧乾燥し，その約56mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液8mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメトプロロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

メトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量(mg)

C：1錠中のメトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトプロロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約0.12gに対応する量を精密に量り，エタノール(99.5)／1mol/L塩酸試液混液(100：1)60mL及び内標準溶液10mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，エタノール(99.5)／1mol/L塩酸試液混液(100：1)を加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを60℃で4時間減圧乾燥し，その約0.12gを精密に量り，エタノール(99.5)／1mol/L塩酸試液混液(100：1)60mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，エタノール(99.5)／1mol/L塩酸試液混液(100：1)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトプロロールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メトプロロール酒石酸塩[$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのエタノール(99.5)／1mol/L塩酸試液混液(100：1)溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム14.0gを水1000mLに溶かし，薄めた過塩素酸(17→2000)を加え，pH3.2に調整する．この液750mLにアセトニトリル250mLを加える．

流量：メトプロロールの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトプロロール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

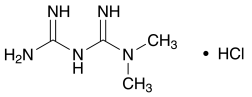
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトプロロールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

メトホルミン塩酸塩

Metformin Hydrochloride

塩酸メトホルミン



$C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$：165.62

1,1-Dimethylbiguanide monohydrochloride

[*1115-70-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

融点：約221℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品2.5gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．別に1－シアノグアニジン0.10gを水に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に4－メチル－2－ペンタノン／2－メトキシエタノール／水

／酢酸(100)混液(30：20：5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に105℃で10分間乾燥する．これにペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下であり，標準溶液(3)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(3)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，酢酸(100)40mLに溶かし，無水酢酸40mLを加え，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝4.141mg $C_4H_{11}N_5$・HCl

貯法　容器　気密容器．

メトホルミン塩酸塩錠

Metformin Hydrochloride Tablets

塩酸メトホルミン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するメトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5$・HCl：165.62)を含む．

製法　本品は「メトホルミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「メトホルミン塩酸塩」250mgに対応する量をとり，2－プロパノール25mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を40℃の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3370cm^{-1}，3160cm^{-1}，1627cm^{-1}，1569cm^{-1}及び1419cm^{-1}付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5$・HCl)約0.15gに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(3：2)70mLを加え，10分間振り混ぜた後，水／アセトニトリル混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液3mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，水／アセトニトリル混液(3：2)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸メトホルミンを105℃で3時間乾燥し，その約0.15gを精密に量り，水／アセトニトリル混液(3：2)に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，水／アセトニトリル混液(3：2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトホルミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5$・HCl)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸メトホルミンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチル0.3gを水／アセトニトリル混液(3：2)100mLに溶かす．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム0.8gを薄めたリン酸(1→2500)620mLに溶かし，アセトニトリル380mLを加える．

流量：メトホルミンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

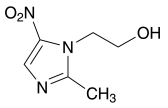
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトホルミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトホルミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

メトロニダゾール

Metronidazole



$C_6H_9N_3O_3$：171.15

2-(2-Methyl-5-nitro-1*H*-imidazol-1-yl)ethanol

[*443-48-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトンにやや溶けにくく，水に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって黄褐色になる．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭

化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　159～163℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　2－メチル－5－ニトロイミダゾール　本品0.10gをアセトンに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用2－メチル－5－ニトロイミダゾール20mgをアセトンに溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにアセトン／水／酢酸エチル混液(8：1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，24時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液0.5mL)．ただし，滴定の終点は液のだいだい黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝17.12mg $C_6H_9N_3O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メトロニダゾール錠

Metronidazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するメトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$：171.15)を含む．

製法　本品は「メトロニダゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「メトロニダゾール」0.1gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加える．時々振り混ぜながら30分間放置した後，激しく振り混ぜ，この液の一部をとり，遠心分離する．上澄液1mLを量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長275～279nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「メトロニダゾール」0.20gに対応する量をとり，アセトン20mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にメトロニダゾール0.10gをアセトン10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにアセトン／水／酢酸エチル混液(8：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／メタノール混液(1：1)25mLを加え，25分間激しく振り混ぜた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水／メタノール混液(4：1)を加えて正確に100mLとする．この液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

メトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 10$

M_S：定量用メトロニダゾールの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用メトロニダゾールをシリカゲルを乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長320nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

メトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用メトロニダゾールの秤取量(mg)

C：1錠中のメトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)約0.25gに対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)25mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水／メタノール混液(4：1)を加えて正確に100mLとする．この液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用メトロニダゾールをシリカゲルを乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／メタノール混液(4：1)

に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメトロニダゾールのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

メトロニダゾール($C_6H_9N_3O_3$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 10$

M_S：定量用メトロニダゾールの秤取量(mg)

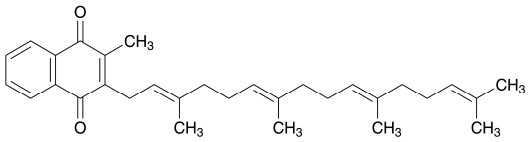
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：320nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／メタノール混液(4：1)
流量：メトロニダゾールの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトロニダゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトロニダゾールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

メナテトレノン

Menatetrenone



$C_{31}H_{40}O_2$：444.65
2-Methyl-3-[(2*E*,6*E*,10*E*)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-2,6,10,14-tetraen-1-yl]-1,4-naphthoquinone
[*863-61-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メナテトレノン($C_{31}H_{40}O_2$)98.0%以上を含む．

性状 本品は黄色の結晶，結晶性の粉末，ろう様の塊又は油状である．

本品はヘキサンに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，2－プロパノールにやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって分解し，着色が強くなる．

融点：約37℃

確認試験

（1） 本品0.1gにエタノール(99.5)5mLを加え，加温して溶かし，冷後，水酸化カリウムのエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加えるとき，液は青色を呈し，放置するとき，青紫色から赤紫色を経て赤褐色に変わる．

（2） 本品につき，必要ならば加温融解した後，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメナテトレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2） メナジオン 本品0.20gに薄めたエタノール(1→2)5mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液0.5mLに3－メチル－1－フェニル－5－ピラゾロンのエタノール(99.5)溶液(1→20)1滴及びアンモニア水(28)1滴を加え，2時間放置するとき，液は青紫色を呈しない．

（3） シス体 本品0.10gをヘキサン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジー*n*－ブチルエーテル混液(17：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポットに対する相対R_f値1.1のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） その他の類縁物質 本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをエタノール(99.5)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメナテトレノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメナテトレノンのピーク面積より大きくない．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からメナテトレノンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする．この液20μLから得たメナテトレノンのピーク面積が，標準溶液のメナテトレノンのピーク面積の7～13%になることを確認する．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メナテトレノンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉 0.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本

品及びメナテトレノン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り，それぞれを2－プロパノール50mLに溶かし，更にエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする．この液2mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液4mLを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメナテトレノンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メナテトレノン($C_{31}H_{40}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したメナテトレノン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フィトナジオンの2－プロパノール溶液(1→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：メナテトレノンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，メナテトレノン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメナテトレノンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

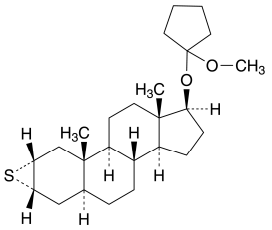
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

メピチオスタン

Mepitiostane



$C_{25}H_{40}O_2S$：404.65

2α,3α-Epithio-17β-(1-methoxycyclopentyloxy)-5α-androstane

[*21362-69-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メピチオスタン($C_{25}H_{40}O_2S$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はトリエチルアミン，クロロホルム，ジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶けやすく，ジエチレングリコールジメチルエーテル又は石油エーテルにやや溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は湿った空気中で加水分解する．

確認試験

（1）　本品1mgをメタノール1mLに溶かし，塩化パラジウム(Ⅱ)試液0.5mLを加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．これに水1mL及びクロロホルム2mLを加え，よく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層はだいだい色を呈する．

（2）　本品0.1gをジエチレングリコールジメチルエーテル2mLに溶かし，1mol/L塩酸試液1mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液1.5mL及び薄めたエタノール(2→3)1.5mLを加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，エタノール(99.5)から再結晶し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は144～149℃である．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋20～＋23°(0.1g，クロロホルム，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを石油エーテル4mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品20mgをとり，アセトン／トリエチルアミン混液(1000：1)5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にエピチオスタノール標準品10mgをとり，アセトン／トリエチルアミン混液(1000：1)に溶かし，正確に10mLとする．この液1mL及び3mLをそれぞれ正確に量り，それぞれにアセトン／トリエチルアミン混液(1000：1)を加えて正確に25mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，ヘキサン／アセトン混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(1→5)を均等に噴霧し，120～130℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち，標準溶液と同じR_f値のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くなく，その他の主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　0.7%以下(0.3g，容量滴定法，逆滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，シクロヘキサンに溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(99.5)10mLを加え，この液に0.01mol/L塩酸試液及び内標準溶液2mLずつを正確に加えて振り混ぜた後，エタノール(99.5)を加えて20mLとし，常温で30分間放置し，試料溶液とする．別にエピチオスタノール標準品約45mgを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて溶かした後，エタノール(99.5)を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メピチオスタン($C_{25}H_{40}O_2S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.320$

M_S：脱水物に換算したエピチオスタノール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　*n*－オクチルベンゼンのエタノール(99.5)溶液(1→300)

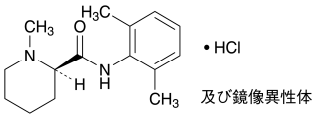
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)
カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：メタノール／水混液(20：3)
流量：エピチオスタノールの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エピチオスタノール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換し，冷所に保存する．
容器　密封容器．

メピバカイン塩酸塩

Mepivacaine Hydrochloride
塩酸メピバカイン



$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$：282.81
(2*RS*)-*N*-(2,6-Dimethylphenyl)-1-methylpiperidine-2-carboxamide monohydrochloride
[*1722-62-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メピバカイン塩酸塩($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水又はメタノールに溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい．
本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．
融点：約256℃(分解)．

確認試験
（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.2gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

純度試験
（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)．
（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．
（4）　類縁物質　本品0.10gをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／メタノール／アンモニア水(28)混液(100：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).
定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸70mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.28mg $C_{15}H_{22}N_2O$・HCl

貯法　容器　気密容器.

メピバカイン塩酸塩注射液

Mepivacaine Hydrochloride Injection
塩酸メピバカイン注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するメピバカイン塩酸塩($C_{15}H_{22}N_2O$・HCl：282.81)を含む．
製法　本品は「メピバカイン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．
性状　本品は無色澄明の液である．
確認試験　本品の表示量に従い「メピバカイン塩酸塩」20mgに対応する容量をとり，水酸化ナトリウム試液1mLを加えた後，ヘキサン20mLで抽出する．ヘキサン抽出液8mLをとり，1mol/L塩酸試液20mLを加えて激しく振り混ぜた後，水層につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長261～265nm及び270～273nmに吸収の極大を示す．
ｐＨ　別に規定する．
エンドトキシン〈*4.01*〉　0.6EU/mg未満.
採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．
不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．
不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．
無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．
定量法　本品のメピバカイン塩酸塩($C_{15}H_{22}N_2O$・HCl)約40mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，0.001mol/L塩酸試液を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸メピバカインを105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，0.001mol/L塩酸試液に溶かし，内標準溶液4mLを正確に加え，0.001mol/L塩酸試液を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメピバカインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

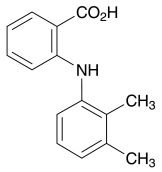
メピバカイン塩酸塩($C_{15}H_{22}N_2O$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸メピバカインの秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→4000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.88gをpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(11：9)1000mLに溶かす．
流量：メピバカインの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，メピバカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメピバカインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．
貯法　容器　密封容器.

メフェナム酸

Mefenamic Acid



$C_{15}H_{15}NO_2$：241.29
2-(2,3-Dimethylphenylamino)benzoic acid
[*61-68-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メフェナム酸($C_{15}H_{15}NO_2$)99.0%以上を含む．
性状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い．
本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．
融点：約225℃(分解).
確認試験
（１）　本品0.01gにメタノール1mLを加え，加温して溶かし，冷後，4－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1→1000)1mLを加え，更に水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液はだいだい赤色を呈する．
（２）　本品0.01gを硫酸2mLに溶かし，加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．
（３）　本品7mgを塩酸のメタノール溶液(1→1000)に溶かして500mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，加温して溶かし，冷後，酢酸(100)2mL及び水を加えて100mLとして振り混ぜ，生じた沈殿をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.50mLに水酸化ナトリウム試液5mL，酢酸(100)0.5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.071%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム／メタノール混液(3：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(3：1)を加えて正確に200mLとする．この液10mLを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に2－メチル－1－プロパノール／アンモニア水(28)混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

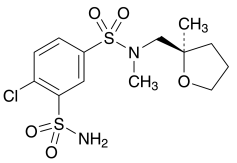
定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，あらかじめ0.1mol/L水酸化ナトリウム液でフェノールレッド試液に対し中性としたエタノール(95)100mLを加え，穏やかに加温して溶かす．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールレッド試液2～3滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄赤色を経て赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝24.13mg $C_{15}H_{15}NO_2$

貯法 容器 密閉容器.

メフルシド

Mefruside



及び鏡像異性体

$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$：382.88

4-Chloro-*N*-methyl-*N*-[(2*RS*)-2-methyltetrahydrofuran-2-ylmethyl]-3-sulfamoylbenzenesulfonamide

[*7195-27-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→10)は旋光性を示さない.

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する.

融点〈2.60〉 149～152℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 類縁物質 本品0.20gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン混液(5：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド80mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド80mLに水13mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL＝38.29mg $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$

貯法 容器 密閉容器.

メフルシド錠

Mefruside Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するメフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$：382.88)を含む.

製法　本品は「メフルシド」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「メフルシド」0.3gに対応する量をとり，熱メタノール15mLを加えて20分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水25mLを加え，氷冷して30分間放置する．生じた白色沈殿をろ取し，水で洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は149～152℃である.

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「メフルシド」0.01gに対応する量をとり，メタノール70mLを加え，15分間強く振り混ぜ，メタノールを加えて100mLとし，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長274～278nm及び283～287nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，メタノール40mLを加え，時々振り混ぜながら超音波処理して崩壊させた後，更に10分間超音波処理し，1mL中にメフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)約0.5mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

メフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 125$

M_S：定量用メフルシドの秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は85%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にメフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)約28μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用メフルシドを105℃で2時間乾燥し，その約70mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，層長5cmで波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

メフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用メフルシドの秤取量(mg)
C：1錠中のメフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)約65mgに対応する量を精密に量り，メタノール70mLを加えて，15分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液をろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用メフルシドを105℃で2時間乾燥し，その約65mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

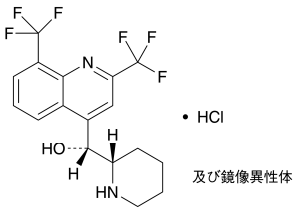
メフルシド($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用メフルシドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

メフロキン塩酸塩

Mefloquine Hydrochloride
塩酸メフロキン



$C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$：414.77
(1*RS*)-[2,8-Bis(trifluoromethyl)quinolin-4-yl][(2*SR*)-piperidin-2-yl]methanol monohydrochloride
[*51773-92-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メフロキン塩酸塩($C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくい.

本品は硫酸に溶ける.

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない.

融点：約260℃(分解).

確認試験

（1）　本品2mgを硫酸1mLに溶かした液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，液は青色の蛍光を発する.

（2）　本品のメタノール溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品の水溶液(1→1000)5mLに希硝酸1mL及び硝酸銀

試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分離し，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gを石英るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱し，800℃で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸3mLを加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外の各々のピークの面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外のピークの合計面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／薄めたリン酸(1→14)混液(24：1)

流量：メフロキンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：メフロキンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たメフロキンのピーク面積が標準溶液のメフロキンのピーク面積の40～60%になることを確認する．

システムの性能：塩酸メフロキン10mg及びジプロフィリン5mgを移動相50mLに溶かす．この液2mLをとり，移動相を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジプロフィリン，メフロキンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メフロキンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

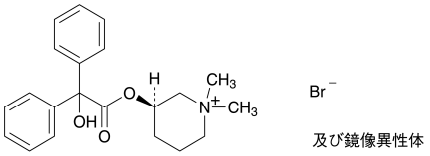
0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.48mg $C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl

貯法　容器　密閉容器.

メペンゾラート臭化物

Mepenzolate Bromide

臭化メペンゾラート



$C_{21}H_{26}BrNO_3$：420.34

(3*RS*)-3-[(Hydroxy)(diphenyl)acetoxy]-1,1-dimethylpiperidinium bromide

[*76-90-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メペンゾラート臭化物($C_{21}H_{26}BrNO_3$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点：約230℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.03gに硫酸10滴を加えるとき，赤色を呈する.

（2）　本品0.01gを水20mL及び希塩酸5mLに溶かし，この液5mLにドラーゲンドルフ試液1mLを加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる.

（3）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品0.5gに水50mL及び硝酸3mLを加え，加熱して溶かした液は臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.40gをとり，メタノール10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．別にベンゾフェノン40mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メ

タノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：3：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，80℃で30分間乾燥する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及びベンゾフェノンに対応する位置のスポット以外のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，かつ，ベンゾフェノンに対応する位置のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，この薄層板にドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，無水酢酸60mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

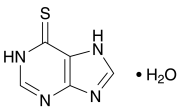
0.1mol/L過塩素酸1mL＝42.03mg $C_{21}H_{26}BrNO_3$

貯法　容器　気密容器.

メルカプトプリン水和物

Mercaptopurine Hydrate

メルカプトプリン



$C_5H_4N_4S \cdot H_2O$：170.19

1,7-Dihydro-6*H*-purine-6-thione monohydrate

[*6112-76-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メルカプトプリン($C_5H_4N_4S$：152.18)98.0%以上を含む.

性状　本品は淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は水，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける.

確認試験

（１）　本品0.6gを水酸化ナトリウム溶液(3→100)6mLに溶かし，激しくかき混ぜながらヨードメタン0.5mLを徐々に加え，更に10分間よくかき混ぜた後，氷冷し，酢酸(31)を滴加してpHを約5に調整する．次に析出した結晶をろ取し，水から再結晶し，120℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は218～222℃(分解)である.

（２）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（１）　溶状　本品0.20gをアンモニア試液10mLに溶かすとき，液は澄明である.

（２）　硫酸塩　本品0.05gを希塩酸10mLに溶かし，塩化バリウム試液5滴を加えて5分間放置するとき，液は混濁しない.

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（４）　ヒポキサンチン　本品50mgをとり，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→10)10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒポキサンチン5.0mgをとり，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→10)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／ギ酸*n*－ブチル／アンモニア水(28)混液(8：6：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない.

（５）　リン　本品0.20gをるつぼにとり，薄めた硫酸(3→7)2mLを加え，穏やかに加熱しながら内容物が無色になるまで硝酸0.5mLずつを徐々に滴加した後，ほとんど蒸発するまで加熱する．冷後，残留物を水10mLに溶かし，25mLのメスフラスコに移し，るつぼを水4mLずつで2回洗い，洗液を合わせ，試料溶液とする．別にリン酸二水素カリウム0.4396gを水に溶かし，正確に200mLとする．この液2.0mLを量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液2.0mLを25mLのメスフラスコにとり，水16mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液に薄めた硫酸(3→7)1mL，硝酸0.5mL，七モリブデン酸六アンモニウム試液0.75mL，1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mL及び水を加えて25mLとし，5分間放置する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長750nmにおける試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない.

水分〈*2.48*〉　10.0～12.0%(0.2g，容量滴定法，逆滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

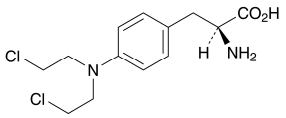
定量法　本品約0.25gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド90mLに溶かし，0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．別に*N,N*－ジメチルホルムアミド90mLに水15mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝15.22mg $C_5H_4N_4S$

貯法　容器　密閉容器.

メルファラン

Melphalan



$C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$：305.20

4-Bis(2-chloroethyl)amino-L-phenylalanine

[*148-82-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メルファラン($C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$)93.0%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である.

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

旋光度　〔α〕$^{20}_{D}$：約－32°(乾燥物に換算したもの0.5g，メタノール，100mL，100mm).

確認試験

（1）　本品0.02gにメタノール50mLを加え，加温して溶かし，4－(4－ニトロベンジル)ピリジンのアセトン溶液(1→20)1mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を温メタノール1mLに溶かし，アンモニア水(28)2滴を加えるとき，液は紫色を呈する.

（2）　本品0.1gを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水浴上で10分間加熱する．冷後，希硝酸を加えて酸性とし，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（3）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　分解産生塩化物　本品約0.5gを精密に量り，薄めた硝酸(1→40)80mLに溶かし，2分間かき混ぜた後，電位差滴定法〈*2.50*〉により0.1mol/L硝酸銀液で滴定するとき，その消費量は本品0.50gにつき1.0mL以下である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g).

定量法　本品約0.25gを精密に量り，水酸化カリウム溶液(1→5)20mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で2時間加熱する．冷後，水75mL及び硝酸5mLを加える．冷後，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．純度試験(1)で得られた結果を用いて補正する.

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝15.26mg $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$

貯法

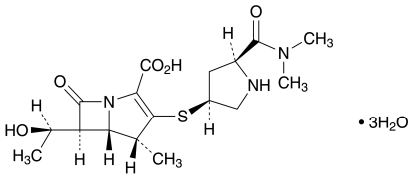
保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

メロペネム水和物

Meropenem Hydrate

メロペネム　三水和物



$C_{17}H_{25}N_3O_5S$・$3H_2O$：437.51

(4*R*,5*S*,6*S*)-3-[(3*S*,5*S*)-5-(Dimethylcarbamoyl)pyrrolidin-3-ylsulfanyl]-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-4-methyl-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid trihydrate

[*119478-56-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり980～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，メロペネム($C_{17}H_{25}N_3O_5S$：383.46)としての量を質量(力価)で示す.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である.

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は炭酸水素ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1）　本品0.01gをとり，水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液3mLを加え，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する.

（2）　本品及びメロペネム標準品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品及びメロペネム標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－17～－21°(脱水物に換算したもの0.22g，水，50mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.2gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である.

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを炭酸水素ナトリウム試液10mLに溶

かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.3mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液1.2mLに薄めた塩酸(1→40)18.5mLを加える．

（2） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3） 類縁物質　本品50mgをpH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液1mLを正確に量り，pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメロペネムに対する相対保持時間約0.5の開環体及び約2.2の二量体のピーク面積は，標準溶液のメロペネムのピーク面積より大きくなく，試料溶液のメロペネム及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のメロペネムのピーク面積の1／3より大きくない．また，試料溶液のメロペネム以外のピークの合計面積は，標準溶液のメロペネムのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液／アセトニトリル混液(100：7)

流量：メロペネムの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：メロペネムの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たメロペネムのピーク面積が，標準溶液のメロペネムのピーク面積の16～24%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液を60℃で30分間加温した液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，開環体，メロペネム，二量体の順に溶出し，開環体とメロペネムの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メロペネムのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

水分〈2.48〉　11.4～13.4%(0.35g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びメロペネム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

メロペネム($C_{17}H_{25}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：メロペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ベンジルアルコールのpH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液溶液(1→300)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液／メタノール混液(5：1)

流量：メロペネムの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，メロペネム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は20以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

注射用メロペネム

Meropenem for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するメロペネム($C_{17}H_{25}N_3O_5S$：383.46)を含む．

製法　本品は「メロペネム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数3410cm^{-1}，1750cm^{-1}，1655cm^{-1}，1583cm^{-1}及び1391cm^{-1}付近に吸収を認める．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「メロペネム水和物」0.25g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは7.3～8.3である．

純度試験

（1） 溶状　本品の表示量に従い「メロペネム水和物」1.0g(力価)に対応する量をとり，水20mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.3mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液1.2mLに薄めた塩酸(1→40)18.5mLを加える．

（2） 類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　9.5～12.0％(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.12EU/mg(力価)未満.

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る.「メロペネム水和物」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にメロペネム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

メロペネム($C_{17}H_{25}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：メロペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ベンジルアルコールのpH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液溶液(1→300)

試験条件

「メロペネム水和物」の定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

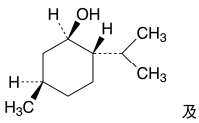
システムの性能は「メロペネム水和物」の定量法のシステム適合性を準用する.

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0％以下である.

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

dl－メントール

dl-Menthol



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{20}O$：156.27

(1*RS*,2*SR*,5*RS*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexanol

[*89-78-1*]

本品は定量するとき，*dl*－メントール($C_{10}H_{20}O$)98.0％以上を含む.

性状　本品は無色の結晶で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい.

本品は室温で徐々に昇華する.

確認試験

（1）　本品を等量のカンフル，抱水クロラール又はチモールとすり混ぜるとき，液化する.

（2）　本品1gに硫酸20mLを加えて振り混ぜるとき，液は混濁して黄赤色を呈するが，3時間放置するとき，メントールのにおいのない澄明な油層を分離する.

凝固点〈*2.42*〉　27～28℃

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－2.0～＋2.0°(2.5g，エタノール(95)，25mL，100mm).

純度試験

（1）　蒸発残留物　本品2.0gを水浴上で蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である.

（2）　チモール　本品0.20gをとり，酢酸(100)2mL，硫酸6滴及び硝酸2滴の冷混液を加えるとき，液は直ちに緑色～青緑色を呈しない.

（3）　ニトロメタン又はニトロエタン　本品0.5gをフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液(1→2)2mL及び過酸化水素(30)1mLを加え，還流冷却器を付け，10分間穏やかに沸騰させる．冷後，水を加えて正確に20mLとし，ろ過する．ろ液1mLをネスラー管にとり，水を加えて10mLとし，希塩酸を加えて中和し，更に希塩酸1mLを加え，冷後，スルファニル酸溶液(1→100)1mLを加えて2分間放置した後，*N*,*N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液(1→1000)1mL及び水を加えて25mLとするとき，液は直ちに赤紫色を呈しない.

定量法　本品約2gを精密に量り，無水ピリジン／無水酢酸混液(8：1)20mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱する．次に冷却器を通じて水20mLで洗い込み，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．同様の方法で空試験を行う.

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝156.3mg $C_{10}H_{20}O$

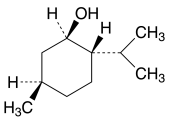
貯法

保存条件　冷所に保存する.

容器　気密容器.

l－メントール

l-Menthol



$C_{10}H_{20}O$：156.27

(1*R*,2*S*,5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexanol

[*2216-51-5*]

本品は定量するとき，*l*－メントール($C_{10}H_{20}O$)98.0％以上を含む.

性状　本品は無色の結晶で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は室温で徐々に昇華する．

確認試験

（1）　本品を等量のカンフル，抱水クロラール又はチモールとすり混ぜるとき，液化する．

（2）　本品1gに硫酸20mLを加えて振り混ぜるとき，液は混濁して黄赤色を呈するが，3時間放置するとき，メントールのにおいのない澄明な油層を分離する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－45.0～－51.0°(2.5g，エタノール(95)，25mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　42～44℃

純度試験

（1）　蒸発残留物　本品2.0gを水浴上で蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

（2）　チモール　本品0.20gをとり，酢酸(100)2mL，硫酸6滴及び硝酸2滴の冷混液を加えるとき，液は直ちに緑色～青緑色を呈しない．

（3）　ニトロメタン又はニトロエタン　本品0.5gをフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液(1→2)2mL及び過酸化水素(30)1mLを加え，還流冷却器を付け，10分間穏やかに沸騰させる，冷後，水を加えて正確に20mLとし，ろ過する．ろ液1mLをネスラー管にとり，水を加えて10mLとし，希塩酸を加えて中和し，更に希塩酸1mLを加え，冷後，スルファニル酸溶液(1→100)1mLを加えて2分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液(1→1000)1mL及び水を加えて25mLとするとき，液は直ちに赤紫色を呈しない．

定量法　本品約2gを精密に量り，無水ピリジン／無水酢酸混液(8：1)20mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱する．次に冷却器を通じて水20mLで洗い込み，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝156.3mg $C_{10}H_{20}O$

貯法

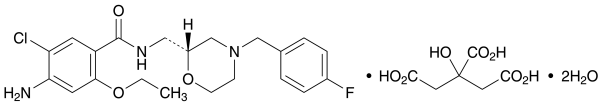
保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

モサプリドクエン酸塩水和物

Mosapride Citrate Hydrate

クエン酸モサプリド



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7 \cdot 2\,H_2O$：650.05

4-Amino-5-chloro-2-ethoxy-*N*-{[(2*RS*)-4-(4-fluorobenzyl)morpholin-2-yl]methyl}benzamide monocitrate dihydrate

[*636582-62-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$：614.02)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→10)はクエン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを白金るつぼにとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.10gをメタノール50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のモサプリドに対する相対保持時間約0.47のピーク面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積の3倍より大きくなく，モサプリド及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のモサプリド以外のピークの合計面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：クエン酸三ナトリウム二水和物8.82gを水800mLに溶かし，希塩酸を加えてpH4.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．

移動相B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 35	80 → 45	20 → 55

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後35分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たモサプリドのピーク面積が，標準溶液のモサプリドのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モサプリドのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

（３） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈2.48〉 5.0～6.5%(0.5g，容量滴定法，逆滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g，白金るつぼ).

定量法 本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝61.40mg $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 密閉容器.

モサプリドクエン酸塩散

Mosapride Citrate Powder

クエン酸モサプリド散

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$：614.02)を含む．

製法 本品は「モサプリドクエン酸塩水和物」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験

（１） 本品を粉末とし，表示量に従いモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$)10mgに対応する量をとり，希酢酸10mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにドラーゲンドルフ試液0.3mLを加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（２） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長271～275nm及び306～310nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品を粉末とし，表示量に従いモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$)10mgに対応する量をとり，水1mLを加えて潤す．更に，メタノール9mLを加えて20分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のモサプリドに対する相対保持時間約0.60及び約0.85のピーク面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積より大きくなく，モサプリド及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のモサプリド以外のピークの合計面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B及び流量は「モサプリドクエン酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 40	85 → 45	15 → 55

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後40分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たモサプリドのピーク面積が，標準溶液のモサプリドのピーク面積の3.0～5.0%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モサプリドのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，水5mLを加え，振り混ぜる．次にメタノール20mLを加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$)約20μgを含む液になるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50$

M_S：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本品の表示量に従いモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)約2.5mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用クエン酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のモサプリドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9$

M_S：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の表示量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物8.82gを水800mLに溶かし，希塩酸を加えてpH3.3に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液240mLにメタノール90mL及びアセトニトリル70mLを加える．
流量：モサプリドの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モサプリドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品を粉末とし，モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)約10mgに対応する量を精密に量り，水2mLを加えて潤す．次にメタノール70mLを加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用クエン酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約53mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長273nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

モサプリドクエン酸塩錠

Mosapride Citrate Tablets
クエン酸モサプリド錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$：614.02)を含む．

製法　本品は「モサプリドクエン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従いモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)10mgに対応する量をとり，希酢酸10mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにドラーゲンドルフ試液0.3mLを加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．
（2）　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長271～275nm及び306～310nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品20個以上をとり，粉末とする．表示量に従いモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)10mgに対応する量をとり，水1mLを加えて潤す．更に，メタノール9mLを加えて20分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のモサプリドに対する相対保持時間約0.60及び約0.85のピーク面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積より大きくなく，モサプリド及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積の2／5より大きくない．また，試料溶液のモサプリド以外のピークの合計面積は，標準溶液のモサプリドのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B及び流量は「モサプリドクエン酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 40	85 → 45	15 → 55

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後40分まで

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たモサプリドのピーク面積が，標準溶液のモサプリドのピーク面積の3.0～5.0%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モサプリドのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール20mLを加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)約20μgを含む液となるように メタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50$

M_S：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)約2.8μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用クエン酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のモサプリドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 9$

M_S：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量(mg)

C：1錠中のモサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物8.82gを水800mLに溶かし，希塩酸を加えてpH3.3に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液240mLにメタノール90mL及びアセトニトリル70mLを加える．

流量：モサプリドの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，モサプリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モサプリドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)約10mgに対応する量を精密に量り，水2mLを加えて潤す．次にメタノール70mLを加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用クエン酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約53mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長273nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

モサプリドクエン酸塩($C_{21}H_{25}ClFN_3O_3$・$C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

モノステアリン酸アルミニウム

Aluminum Monostearate

本品は主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパル

ミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)のアルミニウム化合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アルミニウム(Al：26.98)7.2～8.9%を含む．

性状　本品は白色～黄白色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品3gに塩酸30mLを加え，しばしば振り混ぜながら水浴中で10分間加熱し，冷後，水50mL及びジエチルエーテル30mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置する．水層を分取し，わずかに混濁を生じるまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，ろ過した液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　(1)のジエチルエーテル層を分取し，水20mLずつで2回洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は54℃以上である．

脂肪酸の酸価〈*1.13*〉　193～210　確認試験(2)で得た脂肪酸約1gを精密に量り，250mLの共栓フラスコに精密に量り，ジエチルエーテル／エタノール(95)混液(2：1)100mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液数滴を加え，以下酸価の試験を行う．

純度試験

（1）　遊離脂肪酸　本品1.0gに中和エタノール／ジエチルエーテル混液(1：1)約50mLを加えて振り混ぜ，乾燥ろ紙でろ過し，容器及びろ紙を中和エタノール／ジエチルエーテル混液(1：1)の少量で洗い，洗液をろ液に合わせ，0.1mol/L水酸化カリウム液2.1mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　可溶性塩　本品2.0gを三角フラスコにとり，水80mLを加え，ゆるく栓をして時々振り混ぜながら水浴上で30分間加熱し，冷後，乾燥ろ紙でろ過し，水少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて100mLとし，その50mLをとり，水浴上で蒸発し，更に600℃で強熱するとき，残留物の量は10.0mg以下である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，注意しながら初めは弱く加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，薄めた塩酸(1→2)10mLを加え，水浴上で蒸発し，残留物に水20mLを加えて1分間煮沸する．冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は薄めた塩酸(1→2)10mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液5.0mL及び水を加えて50mLとする(50ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに硝酸マグネシウム六水和物2gを混和し，弱い炎で灰化し，冷後，残留物に硝酸0.5mLを加えて潤した後，再び加熱し，この残留物に希硫酸10mLを加え，白煙を発生するまで加熱し，水を加えて5mLとし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，弱い炎で灰化し，冷後，硝酸0.5mLを滴加し，水浴上で加熱して蒸発した後，900～1100℃で恒量になるまで強熱し，冷後，速やかにその質量を量り，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96)の量とする．

アルミニウム(Al)の量(mg)

＝酸化アルミニウム(Al_2O_3)の量(mg)×0.529

貯法　容器　密閉容器．

モノステアリン酸グリセリン

Glyceryl Monostearate

グリセリンモノステアリン酸エステル

本品はα－及びβ－グリセリルモノステアレートとその他のグリセリンの脂肪酸エステルとの混合物である．

性状　本品は白色～淡黄色のろう様の塊，薄片又は粒で，わずかに特異なにおい及び味がある．

本品は温エタノール(95)に極めて溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品0.2gに硫酸水素カリウム0.5gを加えてほとんど炭化するまで加熱するとき，アクロレインの刺激臭を発する．

（2）　本品0.1gにエタノール(95)2mLを加え，加温して溶かし，希硫酸5mLを加え，水浴中で30分間加熱した後，冷却するとき，白色～黄色の固体を析出する．この固体を分離し，これにジエチルエーテル3mLを加えて振り混ぜるとき，溶ける．

融点〈*1.13*〉　55℃以上．

酸価〈*1.13*〉　15以下．

けん化価〈*1.13*〉　157～170

ヨウ素価〈*1.13*〉　3.0以下．ただし，シクロヘキサンの代わりにクロロホルムを用いる．

純度試験　液性　本品1.0gに熱湯20mLを加え，振り混ぜながら冷却した液は中性である．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

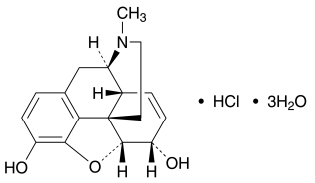
容器　気密容器．

モルヒネ塩酸塩水和物

Morphine Hydrochloride Hydrate

塩酸モルヒネ

モルヒネ塩酸塩



$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：375.84

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-3,6-diol monohydrochloride trihydrate

[*6055-06-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，モルヒネ塩酸塩($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl：321.80)98.0～102.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくい.

本品は光によって徐々に黄褐色を帯びる.

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する.

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－111～－116°(脱水物に換算したもの0.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である.

純度試験

（1） 溶状 本品0.40gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.12以下である.

（2） 硫酸塩 本品0.20gを水5mLに溶かし，塩化バリウム試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（3） メコン酸 本品0.20gを水5mLに溶かし，希塩酸5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない.

（4） 類縁物質 本品0.1gを薄めたエタノール(95)(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(95)(1→2)を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／トルエン／アセトン／アンモニア水(28)混液(14：14：7：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液のスポットより濃くない.

水分〈2.48〉 13～15%(0.1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(0.5g).

定量法 本品約0.5gを精密に量り，ギ酸3.0mLに溶かし，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLを加えて混和し，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.18mg $C_{17}H_{19}NO_3$・HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

モルヒネ塩酸塩錠

Morphine Hydrochloride Tablets

塩酸モルヒネ錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するモルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$：375.84)を含む.

製法 本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01gに対応する量をとり，水100mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長283～287nmに吸収の極大を示す．また，本品を粉末とし，表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01gに対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液100mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長296～300nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)2mg当たり内標準溶液1mLを正確に加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，更に時々振り混ぜながら15分間超音波処理し，1mL中にモルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)約0.4mgを含む液になるように水を加えてV mLとする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する.

モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50 \times 1.168$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ(別途「モルヒネ塩酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のモルヒネのピーク面積A_T及びA_Sを測定

する．

モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 36 \times 1.168$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

C：1錠中のモルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，モルヒネのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)約20mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，10分間超音波抽出した後，水を加えて50mLとする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.168$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

モルヒネ塩酸塩注射液

Morphine Hydrochloride Injection

塩酸モルヒネ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するモルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$：375.84)を含む．

製法　本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄褐色澄明の液である．

本品は光によって徐々に黄褐色を帯びる．

pH：2.5～5.0

確認試験　本品の表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.04gに対応する容量をとり，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．試料溶液5mLに水を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長283～287nmに吸収の極大を示す．また，試料溶液5mLに希水酸化ナトリウム試液を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長296～300nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉　1.5EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のモルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)約80mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4 \times 1.168$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

リカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

モルヒネ・アトロピン注射液

Morphine and Atropine Injection

モヒアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$：375.84)0.91～1.09w/v%及びアトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O：694.83]0.027～0.033w/v%を含む．

製法

モルヒネ塩酸塩水和物	10g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に着色する．

pH：2.5～5.0

確認試験　本品2mLにアンモニア試液2mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)1mLを加えて溶かし，試料溶液とする．別に塩酸モルヒネ0.1g及び硫酸アトロピン3mgをそれぞれ水10mLずつに溶かした液2mLずつにつき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア水(28)混液(200：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た2個のスポットは，それぞれ標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(モルヒネ及びアトロピン)．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

（1）　モルヒネ塩酸塩水和物　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

モルヒネ塩酸塩水和物($C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.168$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（2）　アトロピン硫酸塩水和物　本品2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約15mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アトロピン硫酸塩水和物[$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O]の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25 \times 1.027$

M_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(1→12500)

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は定量法(1)の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

流量：モルヒネの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質，アトロピンの順に溶出し，モルヒネと内標準物質の分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

薬用石ケン

Medicinal Soap

本品は脂肪酸のナトリウム塩である．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は粒で，敗油性でない特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくい．

本品の水溶液(1→100)はアルカリ性である．

脂肪酸　本品25gを熱湯300mLに溶かし，希硫酸60mLを徐々に加え，水浴中で20分間加熱する．冷後，析出物をろ取し，洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで温湯で洗い，小ビーカーに移し，水分が分離して脂肪酸が澄明になるまで水浴上で加熱し，温時小ビーカーにろ過し，100℃で20分間乾燥したものにつき，油脂試験法〈*1.13*〉により試験を行うとき，脂肪酸の凝固点は18～28℃，酸価は185～205及びヨウ素価は82～92である．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品5.0gに中和エタノール85mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，熱時脱脂綿を用いてろ過し，容器及び残留物を熱中和エタノール5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，熱中和エタノールを加えて100mLとする．これを試料溶液とし，70℃で速やかに次の試験を行う．

（ⅰ）　試料溶液40mLにフェノールフタレイン試液3滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液は赤色である．

（ⅱ）　試料溶液40mLにフェノールフタレイン試液3滴及び0.05mol/L硫酸0.20mLを加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　エタノール不溶物　本品約2gを精密に量り，中和エタノール100mLを加え，加温して溶かし，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．残留物を熱中和エタノール100mLで洗い，105℃で4時間乾燥するとき，その量は1.0%以下である．

（4）　水不溶物　(3)の乾燥物を水200mLで洗い，105℃で4時間乾燥するとき，その量は0.15%以下である．

（5）　炭酸アルカリ　(4)の洗液にメチルオレンジ試液3滴及び0.05mol/L硫酸2mLを加えるとき，液は赤色である．

乾燥減量　粉末のもの5.0%以下，粒のもの10.0%以下．本品約0.5gを質量既知のビーカーに精密に量り，105℃で1時間乾燥した海砂(1号)10gを加え，再び質量を量り，エタノール(95)10mLを加え，よくかき混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，105℃で3時間乾燥する．

貯法　容器　密閉容器．

薬用炭

Medicinal Carbon

性状　本品は黒色の粉末で，におい及び味はない．

確認試験　本品0.5gを試験管に入れ，送風しながら直火で加熱するとき，火炎を生じないで燃焼し，発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白濁を生じる．

純度試験

（1）　液性　本品3.0gに水60mLを加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの容積とし，ろ過する．ろ液は無色で，中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　(1)のろ液4.0mLをネスラー管にとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.80mLを加える(0.142%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)のろ液5mLをネスラー管にとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.192%以下)．

（4）　硫化物　本品0.5gに希塩酸15mL及び水10mLを加えて煮沸するとき，5分間以内に発生するガスは酢酸鉛(Ⅱ)紙を褐変しない．

（5）　シアン化合物　本品5gを蒸留フラスコに入れ，L－酒石酸2g及び水50mLを加え，蒸留装置に連結する．受器には水酸化ナトリウム試液2mL及び水10mLを入れ，冷却器の下端をこの液に浸し，受器を氷冷し，留液25mLを得るまで蒸留し，これに水を加えて50mLとし，この液25mLに硫酸鉄(Ⅱ)七水和物溶液(1→20)1mLを加え，ほとんど沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，ろ液に塩酸1mL及び希塩化鉄(Ⅲ)試液0.5mLを加えるとき，青色を呈しない．

（6）　酸可溶物　本品約1gを精密に量り，水20mL及び塩酸5mLを加えて5分間煮沸した後，ろ過し，残留物を熱湯10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発した後，強熱するとき，残留物は3.0%以下である．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以下)．

（８）　亜鉛　本品0.5gを強熱して灰化し，残留物に希硝酸5mLを加え，穏やかに5分間煮沸してろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，アンモニア試液3mLを加えてろ過し，水で洗いながら洗液をろ液に合わせて25mLとし，この液に硫化ナトリウム試液1滴を加え，3分間放置するとき，液は混濁しない．

（９）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　4%以下(1g).

吸着力

（１）　本品を乾燥し，その1.0gをとり，硫酸キニーネ120mgを水100mLに溶かした液を加え，5分間激しく振り混ぜ，直ちにろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLをとり，ヨウ素試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（２）　メチレンブルー250mgを正確に量り，水に溶かし正確に250mLとし，この液50mLずつを2個の共栓フラスコ中に正確に量り，一方のフラスコに，本品を乾燥し，その250mgを正確に量って加え，5分間激しく振り混ぜる．各フラスコの内容物をそれぞれ，ろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液25mLを正確に量り，250mLのメスフラスコに入れる．各メスフラスコに酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→10)50mLを加え，揺り動かしながら正確に0.05mol/Lヨウ素液35mLを加え，しばしば激しく振り混ぜて50分間放置した後，水を加えてそれぞれ250mLとする．10分間放置した後，20℃以下でろ過し，初めのろ液30mLを除き，次のろ液100mLずつを正確に量り，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．各液の滴定に要した0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の量の差は1.2mL以上である．

貯法　容器　密閉容器.

ヤシ油

Coconut Oil

OLEUM COCOIS

椰子油

本品はココヤシ*Cocos nucifera* Linné（*Palmae*)の種子から得た脂肪油である．

性状　本品は白色～淡黄色の塊又は無色～淡黄色澄明の油で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は15℃以下で凝固し，堅くてもろい塊となる．

融点：20～28℃

酸価〈1.13〉　0.2以下.

けん化価〈1.13〉　246～264

不けん化物〈1.13〉　1.0%以下.

ヨウ素価〈1.13〉　7～11

貯法　容器　気密容器.

ユーカリ油

Eucalyptus Oil

OLEUM EUCALYPTI

本品はユーカリノキ*Eucalyptus globulus* Labillardière又はその他近縁植物(*Myrtaceae*)の葉を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，シネオール($C_{10}H_{18}O$：154.25) 70.0%以上を含む.

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異な芳香及び刺激性の味がある．

本品は中性である．

確認試験　本品1mLにリン酸1mLを加えて強く振り混ぜた後，放置するとき，30分以内に固まる．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.458～1.470

比重〈1.13〉　d_{20}^{20}：0.907～0.927

純度試験

（１）　溶状　本品1.0mLは薄めたエタノール(7→10)5mLに澄明に混和する．

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(40ppm以下).

定量法　本品約0.1gを精密に量り，ヘキサンに溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更にヘキサンを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用シネオール約0.1gを精密に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するシネオールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シネオール($C_{10}H_{18}O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用シネオールの秤取量(mg)

内標準溶液　アニソールのヘキサン溶液(1→250)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約3mm，長さ約5mのガラス管にガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステルをシラン処理した150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：シネオールの保持時間が約11分になるように調整する．

カラムの選定：シネオール及びリモネン0.1gずつをヘキサン25mLに溶かす．この液1mLを量り，ヘキサンを加えて20mLとする．この液約2μLにつき，上記の条件で操作するとき，リモネン，シネオールの順に流出し，その分離度が1.5以上のものを用いる．

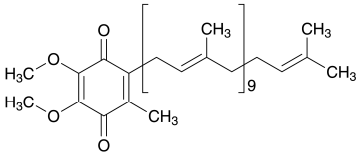
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ユビデカレノン

Ubidecarenone



$C_{59}H_{90}O_4$：863.34

(2*E*,6*E*,10*E*,14*E*,18*E*,22*E*,26*E*,30*E*,34*E*,38*E*)-2-(3,7,11,15,19,23,27,31,35,39-Decamethyltetraconta-2,6,10,14,18,22,26,30,34,38-decaen-1-yl)-5,6-dimethoxy-3-methyl-1,4-benzoquinone

[*303-98-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ユビデカレノン($C_{59}H_{90}O_4$)98.0%以上を含む.

性状　本品は黄色～だいだい色の結晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に分解し，着色が強くなる.

融点：約48℃

確認試験

（1）　本品0.05gをジエチルエーテル1mLに溶かし，エタノール(99.5)10mLを加える．この液2mLにエタノール(99.5)3mL及びマロン酸ジメチル2mLを加えた後，水酸化カリウム溶液(1→5)1mLを1滴ずつ加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はユビデカレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（2）　類縁物質　本品0.05gにエタノール(99.5)50mLを加え，約50℃で2分間加温して溶かし，冷後，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のユビデカレノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のユビデカレノンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する.

検出感度：標準溶液5μLから得たユビデカレノンのピーク高さが20～40mmになるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からユビデカレノンの保持時間の約2倍の範囲

水分〈*2.48*〉　0.20%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品及びユビデカレノン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれにエタノール(99.5)40mLを加え，約50℃で2分間加温して溶かし，冷後，エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ユビデカレノン($C_{59}H_{90}O_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したユビデカレノン標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径約5mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール／エタノール(99.5)混液(13：7)

流量：ユビデカレノンの保持時間が約10分になるように調整する.

カラムの選定：本品及びユビキノン－9 0.01gずつにエタノール(99.5)20mLを加え，約50℃で2分間加温して溶かし，冷後，この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ユビキノン－9，ユビデカレノンの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる.

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ユビデカレノンのピーク面積の相対標準偏差は0.8%以下である.

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ヨウ化カリウム

Potassium Iodide

KI：166.00

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨウ化カリウム(KI)99.0%以上を含む.

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は湿った空気中でわずかに潮解する.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はカリウム塩及びヨウ化物の

定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水2mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　アルカリ　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，0.005mol/L硫酸0.50mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．

（３）　塩化物，臭化物及びチオ硫酸塩　本品0.20gをアンモニア試液5mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液15.0mLを加え，2～3分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLに希硝酸15mLを加えるとき，液は褐色を呈しない．また，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLにアンモニア試液2.5mL，0.1mol/L硝酸銀液7.5mL及び希硝酸15mLを加える．

（４）　硝酸塩，亜硝酸塩又はアンモニウム　本品1.0gを40mLの試験管にとり，水5mL，水酸化ナトリウム試液5mL及び線状のアルミニウム0.2gを加え，脱脂綿を管口にさし込み，水浴上で15分間注意して加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（５）　シアン化物　本品0.5gを水10mLに溶かし，この液5mLに硫酸鉄(Ⅱ)試液1滴及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて加温し，塩酸4mLを加えるとき，液は緑色を呈しない．

（６）　ヨウ素酸塩　本品0.5gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，希硫酸2滴及びデンプン試液1滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（７）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（８）　バリウム　本品0.5gを水10mLに溶かし，希硫酸1mLを加え，5分間放置するとき，液は混濁しない．

（９）　ナトリウム　本品1.0gを水10mLに溶かし，炎色反応試験(1)〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

(10)　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(2g，105℃，4時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水10mLに溶かし，塩酸35mL及びクロロホルム5mLを加え，激しく振り混ぜながら0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL＝16.60mg KI

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ヨウ化ナトリウム

Sodium Iodide

NaI：149.89

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨウ化ナトリウム(NaI)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，グリセリン又はエタノール(95)に溶けやすい．

本品は湿った空気中で潮解する．

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水2mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　アルカリ　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，0.005mol/L硫酸1.0mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．

（３）　塩化物，臭化物及びチオ硫酸塩　本品0.20gをアンモニア試液5mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液15.0mLを加え，2～3分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液10mLに希硝酸15mLを加えるとき，液は褐色を呈しない．また，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLにアンモニア試液2.5mL，0.1mol/L硝酸銀液7.5mL及び希硝酸15mLを加える．

（４）　硝酸塩，亜硝酸塩又はアンモニウム　本品1.0gを40mLの試験管にとり，水5mL，水酸化ナトリウム試液5mL及び線状のアルミニウム0.2gを加え，脱脂綿を管口にさし込み，水浴上で15分間注意して加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（５）　シアン化物　本品0.5gを水10mLに溶かし，この液5mLに硫酸鉄(Ⅱ)試液1滴及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて加温し，塩酸4mLを加えるとき，液は緑色を呈しない．

（６）　ヨウ素酸塩　本品0.5gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，希硫酸2滴及びデンプン試液1滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（７）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（８）　バリウム　本品0.5gを水10mLに溶かし，希硫酸1mLを加え，5分間放置するとき，液は混濁しない．

（９）　カリウム　本品1.0gを水に溶かし100mLとする．この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30)5.0mLを加え，直ちに振り混ぜ，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム9.5mgを水に溶かし，1000mLとする．この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

(10)　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を

調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(2g，120℃，2時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水10mLに溶かし，塩酸35mL及びクロロホルム5mLを加え，激しく振り混ぜながら0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL＝14.99mg NaI

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ヨウ化ナトリウム(^{123}I)カプセル

Sodium Iodide (^{123}I) Capsules

本品はヨウ素－123をヨウ化ナトリウムの形で含む.

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム(^{123}I)カプセルの条に適合する.

ヨウ化ナトリウム(^{131}I)液

Sodium Iodide (^{131}I) Solution

本品はヨウ素－131をヨウ化ナトリウムの形で含む.

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム(^{131}I)液の条に適合する.

性状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又は保存剤若しくは安定剤によるにおいがある.

ヨウ化ナトリウム(^{131}I)カプセル

Sodium Iodide (^{131}I) Capsules

本品はヨウ素－131をヨウ化ナトリウムの形で含む.

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム(^{131}I)カプセルの条に適合する.

ヨウ化人血清アルブミン(^{131}I)注射液

Iodinated (^{131}I) Human Serum Albumin Injection

本品は水性の注射剤で，ヨウ素－131でヨウ素化された健康なヒトの血清アルブミンを含む.

本品は放射性医薬品基準のヨウ化人血清アルブミン(^{131}I)注射液の条に適合する.

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない.

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液である.

ヨウ化ヒプル酸ナトリウム(^{131}I)注射液

Sodium Iodohippurate (^{131}I) Injection

本品は水性の注射剤で，ヨウ素－131をオルトヨウ化ヒプル酸ナトリウムの形で含む.

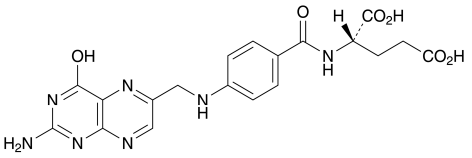
本品は放射性医薬品基準のヨウ化ヒプル酸ナトリウム(^{131}I)注射液の条に適合する.

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない.

性状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又は保存剤若しくは安定剤によるにおいがある.

葉酸

Folic Acid



$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40

N-{4-[(2-Amino-4-hydroxypteridin-6-ylmethyl)amino]benzoyl}-L-glutamic acid

[*59-30-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)98.0～102.0%を含む.

性状　本品は黄色～だいだい黄色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水，メタノール，エタノール(95)，ピリジン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は塩酸，硫酸，希水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム十水和物溶液(1→100)に溶け，液は黄色となる.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（１）　本品1.5mgを希水酸化ナトリウム試液に溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は葉酸標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（２）　(1)の液10mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加え，液が青色になるまで振り混ぜ，直ちに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，青色の蛍光を発する.

純度試験

（１）　溶状　本品0.10gを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき，液は黄色澄明である.

（２）　遊離アミン　定量法の試料溶液30mLを正確に量り，希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にパラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品をデシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，薄めたエタノール(2→5)に溶かし，正確に

100mLとする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．これらの液4mLずつを正確に量り，以下定量法と同様に操作し，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離アミンの量は1.0%以下である．

遊離アミンの量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)
M_S：パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品の秤取量(mg)

水分〈2.48〉　8.5%以下(10mg，電量滴定法).

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g).

定量法　本品及び葉酸標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれに希水酸化ナトリウム試液50mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30mLずつを正確に量り，それぞれに希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする．これらの液60mLずつに亜鉛末0.5gを加え，しばしば振り混ぜ，20分間放置する．次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．これらの液4mLずつを正確に量り，それぞれに水1mL，希塩酸1mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→1000)1mLを加え，混和した後，2分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液(1→200)1mLを加え，よく振り混ぜた後，2分間放置する．これらの液に*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液(1→1000)1mLずつを加え，振り混ぜた後，10分間放置し，水を加えて正確に20mLとする．別に試料溶液30mLを正確に量り，希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，希塩酸18mL及び水を加えて正確に100mLとする．次にこの液4mLを正確に量り，試料溶液と同様に操作して得た液を空試験液とする．これらの液につき，水4mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液並びに空試験液の波長550nmにおける吸光度A_T，A_S及びA_Cを測定する．

葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の量(mg)＝M_S × (A_T－A_C)／A_S

M_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

葉酸錠
Folic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～115.0%に対応する葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40)を含む．

製法　本品は「葉酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「葉酸」1.5mgに対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液100mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．最初のろ液10mLを除き，次のろ液につき，以下「葉酸」の確認試験(2)を準用する．
（2）　(1)のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255～257nm，281～285nm及び361～369nmに吸収の極大を示す．また，255～257nm及び361～369nmの吸収極大の波長における吸光度をA_1及びA_2とするとき，A_1／A_2は2.80～3.00である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．
本品1個をとり，希水酸化ナトリウム試液50mLを加え，しばしば振り混ぜた後，ろ過する．残留物を希水酸化ナトリウム試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料原液とする．この液30mLを正確に量り，希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする．この液60mLを正確に量り，亜鉛末0.5gを加え，しばしば振り混ぜ，20分間放置する．次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り1mL中に葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)約15μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約50mg(別途「葉酸」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に100mLとする．この液30mLを正確に量り，希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする．この液60mLを正確に量り，亜鉛末0.5gを加え，しばしば振り混ぜ，20分間放置する．次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液4mLずつを正確に量り，それぞれに水1mL希塩酸1mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→1000)1mLを加えて混和した後，2分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液(1→200)1mLを加えよく振り混ぜた後，2分間放置する．これらの液に*N,N*－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液(1→1000)1mLずつを加え，振り混ぜた後，10分間放置し，水を加えて正確に20mLとする．別に試料原液30mLを正確に量り，希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする．この液V mLを正確に量り1mL中に葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)約15μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする．次にこの液4mLを正確に量り，試料溶液と同様に操作して得た液を空試験液とする．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液並びに空試験液につき，水4mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長550nmにおける吸光度A_T，A_S及びA_Cを測定する．

葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の量(mg)
＝M_S × (A_T－A_C)／A_S × V'／V × 1／10

M_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は

75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に葉酸標準品(別途「葉酸」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，溶出試験第2液に溶かし，正確に100mLとする．この液2.5mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，水を対照として波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$

M_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

C：1錠中の葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)約50mgに対応する量を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液50mLを加え，しばしば振り混ぜた後，100mLのメスフラスコにろ過し，希水酸化ナトリウム試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約50mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30mLずつを正確に量り，以下「葉酸」の定量法を準用する．

葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の量(mg)$= M_S \times (A_T - A_C) / A_S$

M_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

葉酸注射液

Folic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応する葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40)を含む．

製法　本品は「葉酸」をとり，「水酸化ナトリウム」又は「炭酸ナトリウム」を用いて溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は黄色～だいだい黄色澄明の液である．

pH：8.0～11.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「葉酸」1.5mgに対応する容量をとり，希水酸化ナトリウム試液を加えて100mLとする．この液につき，以下「葉酸」の確認試験(2)を準用する．

（2）　(1)の液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255～257nm，281～285nm及び361～369nmに吸収の極大を示す．また，255～257nm及び361～369nmの吸収極大の波長における吸光度をA_1及びA_2とするとき，A_1 / A_2は2.80～3.00である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品の葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)約50mgに対応する容量を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約50mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30mLずつを正確に量り，以下「葉酸」の定量法を準用する．

葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の量(mg)$= M_S \times (A_T - A_C) / A_S$

M_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ヨウ素

Iodine

I：126.90

本品は定量するとき，ヨウ素(I)99.5%以上を含む．

性状　本品は灰黒色の板状又は粒状の重い結晶で，金属性の光沢があり，特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品はヨウ化カリウム試液に溶ける．

本品は常温で揮散する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→50)は赤褐色を呈する．

（2）　本品のクロロホルム溶液(1→1000)は赤紫色～紫色を呈する．

（3）　本品の飽和水溶液10mLにデンプン試液0.5mLを加えるとき，液は暗青色を呈し，これを煮沸すると消え，冷却するとき，再び現れる．

純度試験

（1）　昇華残留物　本品2.0gを水浴上で加熱して昇華させ，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

（2）　塩化物又は臭化物　本品を粉末とし，その1.0gを水20mLとよくすり混ぜてろ過し，ろ液10mLに薄めた亜硫酸水(1→5)を黄色が消えるまで滴加し，これにアンモニア試液1mLを加え，更に硝酸銀試液1mLを少量ずつ加え，水を加えて20mLとし，よく振り混ぜてろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液10mLをとり，硝酸2.0mL及び水を加えて

20mLとするとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.20mLに水5mL，アンモニア試液2.5mL，硝酸銀試液1mL，硝酸2.0mL及び水を加えて20mLとする．

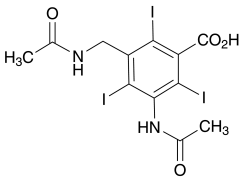
定量法　共栓フラスコにヨウ化カリウム1g及び水1mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約0.3gを加え，再び精密に量る．次に穏やかに振り動かして溶かした後，水20mL及び希塩酸1mLを加え，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL).

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝12.69mg I

貯法　容器　気密容器.

ヨーダミド

Iodamide



$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$：627.94

3-Acetylamino-5-acetylaminomethyl-2,4,6-triiodobenzoic acid

[*440-58-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヨーダミド($C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

（1）　本品0.01gに塩酸5mLを加え，水浴中で5分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品1gを水100mLに加熱して溶かし，穏やかに煮沸しながら約30mLになるまで濃縮し，析出した結晶を，冷後，ろ過し，乾燥した後，同様の試験を行う.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→5)10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　芳香族第一アミン　本品0.20gをとり，水5mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ，2分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液5mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→10)0.4mL，水酸化ナトリウム試液15mL及び水を加えて正確に50mLとする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長485nmにおける吸光度は0.12以下である.

（3）　可溶性ハロゲン化物　本品2.5gに水20mL及びアンモニア試液2.5mLを加えて溶かし，更に希硝酸20mL及び水を加えて100mLとし，時々振り混ぜながら15分間放置した後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLをネスラー管にとり，エタノール(95)を加えて50mLとする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は0.01mol/L塩酸0.10mLに希硝酸6mL及び水を加えて25mLとし，次にエタノール(95)を加えて50mLとする.

（4）　ヨウ素　本品0.20gを水酸化ナトリウム試液2.0mLに溶かし，0.5mol/L硫酸試液2.5mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，クロロホルム5mLを加えて激しく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.5gを精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，亜鉛粉末1gを加え，還流冷却器を付けて30分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸(100)5mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液1mL)．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする.

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝20.93mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Iodamide Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，ヨーダミド($C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$：627.94)59.7～65.9w/v%を含む.

製法

ヨーダミド	627.9g
水酸化ナトリウム	6.0g
メグルミン	165.9g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．
本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（１）　本品2mLに水25mLを加え，よくかき混ぜながら希塩酸3mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器(G3)で吸引ろ取し，水10mLずつで2回洗った後，フラスコに移し，水100mLを加え，加熱して溶かし，穏やかに煮沸しながら約30mLになるまで濃縮し，析出した結晶を，冷後，ろ過し，105℃で1時間乾燥する．このものにつき，「ヨーダミド」の確認試験(1)及び(2)を準用する．

（２）　(1)の乾燥した結晶につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3390cm^{-1}，1369cm^{-1}，1296cm^{-1}，1210cm^{-1}及び1194cm^{-1}付近に吸収を認める．もし，吸収の波数がこれらと異なるときは，乾燥した結晶1gを水100mLに加熱して溶かし，(1)の操作を繰り返した後，同様の試験を行う．

（３）　本品1mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（４）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　α_D^{20}：－3.84～－4.42°(100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　6.5～7.5

純度試験

（１）　芳香族第一アミン　本品0.30mLをとり，水6mLを加えて混和し，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ，以下「ヨーダミド」の純度試験(2)を準用する．ただし，吸光度は0.22以下である．

（２）　ヨウ素及びヨウ化物　本品0.40mLに水を加えて20mLとし，希硝酸5mLを加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器(G3)を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム5mLを加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素(30)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム0.10gを水に溶かし100mLとする．この液0.10mLに水20mLを加え，更に希硝酸5mL，クロロホルム5mL及び過酸化水素(30)1mLを加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉　本品をとり，1mL中に本品0.30mLを含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定量法　本品8mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLを正確に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液30mL及び亜鉛粉末1gを加え，以下「ヨーダミド」の定量法を準用する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝20.93mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ヨードチンキ

Iodine Tincture

本品は定量するとき，ヨウ素(I：126.90)5.7～6.3w/v%及びヨウ化カリウム(KI：166.00)3.8～4.2w/v%を含む．

製法

ヨウ素	60g
ヨウ化カリウム	40g
70vol%エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，70vol%エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は暗赤褐色の液で，特異なにおいがある．
比重　d_{20}^{20}：約0.97

確認試験

（１）　本品1滴をデンプン試液1mL及び水9mLの混液に加えるとき，暗青紫色を呈する．

（２）　本品3mLを水浴上で蒸発乾固した後，直火で弱く加熱するとき，白色の残留物を生じる．この残留物はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉　6.6以上(第2法)．ただし，第1法の前処理(ⅱ)を行う．

定量法

（１）　ヨウ素　本品5mLを正確に量り，ヨウ化カリウム0.5g，水20mL及び希塩酸1mLを加え，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液2mL)．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝12.69mg I

（２）　ヨウ化カリウム　本品5mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水20mL，塩酸50mL及びクロロホルム5mLを加えて室温に冷却し，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激しく振り混ぜながら，0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．クロロホルム層の色が消えた後，5分間放置して再び着色するときは更に滴定〈*2.50*〉を続ける．

ここに得た0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液の消費量a mLと(1)の滴定に要した0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量b mLから次の式によってヨウ化カリウム(KI)の量(mg)を求める．

ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)＝16.60 × ($a-b/2$)

貯法　容器　気密容器．

希ヨードチンキ

Dilute Iodine Tincture

本品は定量するとき，ヨウ素(I：126.90)2.8～3.2w/v%及びヨウ化カリウム(KI：166.00)1.9～2.1w/v%を含む.

製法

ヨウ素	30g
ヨウ化カリウム	20g
70vol%エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，70vol%エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．また，「ヨードチンキ」500mLをとり，70vol%エタノールを加えて全量を1000mLとして製することができる.

性状 本品は暗赤褐色の液で，特異なにおいがある.

比重 d^{20}_{20}：約0.93

確認試験

（1） 本品1滴をデンプン試液1mL及び水9mLの混液に加えるとき，暗青紫色を呈する.

（2） 本品3mLを水浴上で蒸発乾固した後，直火で弱く加熱するとき，白色の残留物を生じる．この残留物はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

アルコール数〈1.01〉 6.7以上(第2法)．ただし，第1法の前処理(ⅱ)を行う.

定量法

（1） ヨウ素 本品10mLを正確に量り，ヨウ化カリウム0.5g，水20mL及び希塩酸1mLを加え，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液2mL).

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝12.69mg I

（2） ヨウ化カリウム 本品10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水20mL，塩酸50mL及びクロロホルム5mLを加えて室温に冷却し，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激しく振り混ぜながら，0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．クロロホルム層の色が消えた後，5分間放置して再び着色するときは更に滴定〈2.50〉を続ける.

ここに得た0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液の消費量a mLと(1)の滴定に要した0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量b mLから次の式によってヨウ化カリウム(KI)の量(mg)を求める.

ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)＝16.60 × ($a-b/2$)

貯法 容器 気密容器.

歯科用ヨード・グリセリン

Dental Iodine Glycerin

本品は定量するとき，ヨウ素(I：126.90)9.0～11.0w/v%，ヨウ化カリウム(KI：166.00)7.2～8.8w/v%及び硫酸亜鉛水和物($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.55)0.9～1.1w/v%を含む.

製法

ヨウ素	10g
ヨウ化カリウム	8g
硫酸亜鉛水和物	1g
グリセリン	35mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	100mL

以上をとり，溶解混和して製する.

性状 本品は暗赤褐色の液で，ヨウ素のにおいがある.

確認試験

（1） 定量法(1)で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長510～514nmに吸収の極大を示す(ヨウ素).

（2） 定量法(2)で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長510～514nmに吸収の極大を示す(ヨウ化カリウム).

（3） 本品1mLを共栓試験管にとり，エタノール(95)10mLを混和し，更に水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化銅(Ⅱ)二水和物のエタノール溶液(95)(1→10)1mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する(グリセリン).

（4） 定量法(3)で得た呈色液は，赤紫色～紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長618～622nmに吸収の極大を示す(硫酸亜鉛水和物).

定量法

（1） ヨウ素 本品5mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約0.5g及び105℃で4時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約0.4gをそれぞれ精密に量り，薄めたエタノール(3→10)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)20mLを正確に加え，直ちに振り混ぜ，クロロホルム／ヘキサン層を分取し[水層は(2)に用いる]，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム／ヘキサン混液(2：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ヨウ素(I)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ヨウ素の秤取量(mg)

（2） ヨウ化カリウム (1)の試料溶液及び標準溶液から得た水層7mLずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸(1→2)1mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及びクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)10mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．クロロホルム／ヘキサン層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム／ヘキサン混液(2：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nm

における吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

（３）　硫酸亜鉛水和物　本品5mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に亜鉛標準原液10mLを正確に量り，薄めたエタノール(3→200)を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)10mLを加えて振り混ぜ，静置する．水層3mLずつを正確に量り，pH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液2mL及びジンコン試液2mLを加え，更に水を加えて正確に25mLとする．これらの液につき，水3mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長620nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

硫酸亜鉛水和物($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)の量(mg)
＝$M \times A_T / A_S \times 4.398$

M：亜鉛標準原液10mL中の亜鉛の量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

複方ヨード・グリセリン

Compound Iodine Glycerin

本品は定量するとき，ヨウ素(I：126.90)1.1～1.3w/v%，ヨウ化カリウム(KI：166.00)2.2～2.6w/v%，総ヨウ素(Iとして)2.7～3.3w/v%及びフェノール(C_6H_6O：94.11)0.43～0.53w/v%を含む．

製法

ヨウ素	12g
ヨウ化カリウム	24g
グリセリン	900mL
ハッカ水	45mL
液状フェノール	5mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

「ヨウ化カリウム」及び「ヨウ素」を「精製水」又は「精製水(容器入り)」約25mLに溶かし，これに「グリセリン」を加えた後，「ハッカ水」，「液状フェノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて全量を1000mLとし，混和して製する．ただし，「グリセリン」の代わりに「濃グリセリン」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．また，「液状フェノール」の代わりに「フェノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は赤褐色粘稠性の液で，特異なにおいがある．

比重　d_{20}^{20}：約1.23

確認試験

（１）　定量法(1)で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長510～514nmに吸収の極大を示す(ヨウ素)．

（２）　定量法(2)で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長510～514nmに吸収の極大を示す(ヨウ化カリウム)．

（３）　定量法(4)で得た呈色液は黄色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長401～405nmに吸収の極大を示す(フェノール)．

（４）　本品1mLを共栓試験管にとり，エタノール(95)10mLを混和し，更に水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化銅(Ⅱ)二水和物のエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する(グリセリン)．

定量法

（１）　ヨウ素　本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第2法〈2.56〉により比重を測定する．その約7mLに対応する質量を精密に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約80mg及び105℃で4時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約0.17gをそれぞれ精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3mLずつを正確に量り，50mLの分液漏斗に入れ，それぞれにクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)10mL及び水15mLを順次正確に加え，直ちに強く振り混ぜ，クロロホルム／ヘキサン層を分取し[水層は(2)に用いる]，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム／ヘキサン混液(2：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヨウ素(I)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ヨウ素の秤取量(mg)

（２）　ヨウ化カリウム　(1)の試料溶液及び標準溶液から得た水層10mLずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸(1→2)1mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及びクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)10mLを正確に加え，直ちに強く振り混ぜる．クロロホルム／ヘキサン層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム／ヘキサン混液(2：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

（３）　総ヨウ素　本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第2法〈2.56〉により比重を測定する．その約5mLに対応する質量を精密に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に50mLのフラスコにとり，亜鉛粉末0.5g及び

酢酸(100)5mLを加え，ヨウ素の色が消えるまで振り混ぜた後，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱する．冷却器を通じて熱湯10mLを注加して，冷却器を洗い，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する．フラスコは温湯10mLで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，冷後，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ化カリウムを105℃で4時間乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，酢酸(100)5mL及び水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液4mLずつを30mLの分液漏斗に正確にとり，それぞれに水5mL，薄めた希塩酸(1→2)1mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及びクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)10mLを正確に加えて直ちに強く振り混ぜる．以下(2)と同様に操作する．

総ヨウ素(Iとして)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 0.764$

M_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

（4）　フェノール　本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第2法〈2.56〉により比重を測定する．その約2mLに対応する質量を精密に量り，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液3mLを加えて振り混ぜた後，希塩酸2mLを加えて，クロロホルム10mLずつで2回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，次に0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLずつで2回抽出する．全水層を合わせ，水を加えて正確に500mLとし，試料溶液とする．別に定量用フェノール約0.5gを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3mLずつを正確に量り，それぞれに希塩酸2mLを加え，30℃の恒温水槽に入れる．10分間放置した後，亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃で60分間放置する．次に希水酸化カリウム・エタノール試液を加えて正確に25mLとする．これらの液につき，水3mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長403nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

フェノール(C_6H_6O)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/50$

M_S：定量用フェノールの秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ヨード・サリチル酸・フェノール精

Iodine, Salicylic Acid and Phenol Spirit

本品は定量するとき，ヨウ素(I：126.90)1.08～1.32w/v%，ヨウ化カリウム(KI：166.00)0.72～0.88w/v%，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)4.5～5.5w/v%，フェノール(C_6H_6O：94.11)1.8～2.2w/v%及び安息香酸($C_7H_6O_2$：122.12)7.2～8.8w/v%を含む．

製法

ヨードチンキ	200mL
サリチル酸	50g
フェノール	20g
安息香酸	80g
消毒用エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，「消毒用エタノール」の代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は暗赤褐色の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1）　本品1滴をデンプン試液1mL及び水9mLの混液に加えるとき，暗青紫色を呈する(ヨウ素)．

（2）　本品1mLにエタノール(95)5mL及び水を加えて50mLとする．この液1mLにpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて50mLとする．この液15mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸)．

（3）　本品1mLにチオ硫酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，水20mL及び希塩酸5mLを加え，ジエチルエーテル25mLで抽出する．ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液25mLずつで2回洗った後，希水酸化ナトリウム試液10mLで抽出する．抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール)．

（4）　本品1mLにチオ硫酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，更に水20mL及び希塩酸5mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，試料溶液とする．別にサリチル酸25mg，フェノール0.01g及び安息香酸0.04gをそれぞれジエチルエーテル5mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た3個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定量法

（1）　ヨウ素　本品4mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約1.2g及び105℃で4時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約0.8gをそれぞれ精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3mLずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)25mLを正確に加えて振り混ぜ，更に水10mLを正確に加えて振り混ぜた後，クロロホルム／

ヘキサン層を分取し，[水層は(2)に用いる]，脱脂綿でろ過する．ろ液につき，クロロホルム／ヘキサン混液(2：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ヨウ素(I)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/25$

M_S：定量用ヨウ素の秤取量(mg)

（２）　ヨウ化カリウム　(1)の試料溶液及び標準溶液から得た水層8mLずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸(1→2)1mL及び亜硝酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜ，直ちにクロロホルム／ヘキサン混液(2：1)10mLを正確に加えて振り混ぜ，更に水10mLを正確に加えて振り混ぜた後，以下(1)と同様に操作する．

ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/25$

M_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

（３）　サリチル酸，フェノール及び安息香酸　本品2mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)20mLを加える．この液に0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液をヨウ素の色が消えるまで加えた後，内標準溶液20mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて200mLとし，試料溶液とする．別にデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥した定量用サリチル酸約0.2g，定量用フェノール約80mg及びデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥した安息香酸約0.32gをそれぞれ精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液20mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸，フェノール及び安息香酸のピーク面積の比Q_{Ta}，Q_{Tb}及びQ_{Tc}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸，フェノール及び安息香酸のピーク面積の比Q_{Sa}，Q_{Sb}及びQ_{Sc}を求める．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/2$
フェノール(C_6H_6O)の量(mg)＝$M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/2$
安息香酸($C_7H_6O_2$)の量(mg)＝$M_{Sc} \times Q_{Tc} / Q_{Sc} \times 1/2$

M_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量(mg)
M_{Sb}：定量用フェノールの秤取量(mg)
M_{Sc}：安息香酸の秤取量(mg)

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液(1→1000)
操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)
カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)
流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整する．
カラムの選定：安息香酸0.2g，サリチル酸0.2g及びテオフィリン0.05gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液10mLに薄めたメタノール(1→2)90mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ヨードホルム

Iodoform

CHI_3：393.73
Triiodomethane
[*75-47-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨードホルム(CHI_3)99.0%以上を含む．

性状　本品は光沢のある黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．
本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品は常温でわずかに揮散する．
融点：約120℃(分解)．

確認試験　本品0.1gを加熱するとき，紫色のガスを発生する．

純度試験
（１）　水溶性着色物及び液性　本品を粉末とし，その2.0gに水5mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，放置し，上澄液をろ過するとき，ろ液は無色で中性である．
（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品を粉末とし，その3.0gに水75mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，放置し，上澄液をろ過する．ろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)．
（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　(2)のろ液25mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.017%以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，24時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，500mLの共栓フラスコに入れ，エタノール(95)20mLを加えて溶かし，0.1mol/L硝酸銀液30mLを正確に加え，次に硝酸10mLを加え，密栓して振り混ぜ，暗所に16時間以上放置した後，水150mLを加え，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液5mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝13.12mg CHI_3

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ラウリル硫酸ナトリウム

Sodium Lauryl Sulfate

本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム($C_{12}H_{25}NaO_4S$：288.38)からなるアルキル硫酸ナトリウムである．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくい．

本品1gは水10mLに澄明に又は混濁して溶け，これを振り混ぜるとき，泡立つ．

確認試験

（1）　総アルコール量で得た残留物0.2gに臭素・シクロヘキサン試液4mLを加えてよく振り混ぜた後，*N*－ブロモスクシンイミド0.3gを加え，80℃の水浴中で5分間加熱するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液(1→10)に希塩酸を加えて酸性とし，穏やかに煮沸した液は，冷後，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品1.0gを水100mLに溶かし，フェノールレッド試液2滴及び0.1mol/L塩酸0.60mLを加えるとき，液は黄色である．

（2）　塩化ナトリウム　本品約5gを精密に量り，水50mLに溶かし，必要ならば希硝酸を加えて中性とし，0.1mol/L塩化ナトリウム試液5mLを正確に加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

塩化ナトリウム(NaCl：58.44)の量は次の硫酸ナトリウム(Na_2SO_4：142.04)の量と合わせて8.0%以下である．

（3）　硫酸ナトリウム　本品約1gを精密に量り，水10mLに溶かし，エタノール(95)100mLを加えて沸点近くで2時間加熱し，温時，沈殿をガラスろ過器(G4)でろ過し，沸騰エタノール(95)100mLで洗い，水150mLで溶かして洗い込み，塩酸10mLを加えて沸騰するまで加熱し，塩化バリウム試液25mLを加え，一夜放置する．沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，乾燥し，徐々に温度を上げ500～600℃で恒量になるまで強熱した後，質量を量り，硫酸バリウム($BaSO_4$：233.39)の量とする．

硫酸ナトリウム(Na_2SO_4)の量(mg)
＝硫酸バリウム($BaSO_4$)の量(mg)×0.609

（4）　未反応アルコール　本品約10gを精密に量り，水100mLに溶かし，エタノール(95)100mLを加えて分液漏斗に入れ，石油ベンジン50mLずつで3回抽出する．乳化して分離しにくいときは，塩化ナトリウムを加える．全石油ベンジン抽出液を合わせ，水50mLずつで3回洗い，水浴上で石油ベンジンを留去し，次に105℃で30分間乾燥し，質量を量るとき，その量は4.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.5g，直接滴定)．

総アルコール量　本品約5gを精密に量り，水150mL及び塩酸50mLを加え，還流冷却器を付け，4時間煮沸する．冷後，ジエチルエーテル75mLずつで2回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，次に105℃で30分間乾燥し，質量を量るとき，その量は59.0%以上である．

貯法　容器　密閉容器．

ラウロマクロゴール

Lauromacrogol

ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル

本品はラウリルアルコールに酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンエーテルである．

性状　本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色のワセリン様若しくはろう状の固体で，特異なにおいがあり，味はやや苦く，わずかに刺激性である．

本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又は四塩化炭素に極めて溶けやすい．

本品は水に溶けやすいか，又は微細な油滴状となる．

確認試験

（1）　本品0.5gに水10mL及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液5mLを加えてよく振り混ぜ，次にクロロホルム5mLを加え，振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2）　本品0.35gを四塩化炭素10mLに溶かした液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により，0.1mmの固定セルを用いて測定するとき，波数1347cm^{-1}，1246cm^{-1}及び1110cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験

（1）　酸　本品10.0gをフラスコに入れ，中和エタノール50mLを加え，水浴上で1～2回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液5.3mL及びフェノールフタレイン試液5滴を加えるとき，液の色は赤色である．

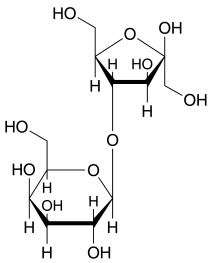
（2）　不飽和化合物　本品0.5gに水10mLを加えて振り混ぜ，臭素試液5滴を加えるとき，試液の色は消えない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

貯法　容器　気密容器．

ラクツロース

Lactulose



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-D-fructose

[*4618-18-2*]

本品は乳糖をアルカリの存在下で異性化し，イオン交換樹脂を用いて精製して得た水溶液である．

本品は定量するとき，ラクツロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)50.0～56.0%を含む．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはなく，味は甘い．

本品は水又はホルムアミドと混和する．

確認試験

（1）　本品0.7gに水10mL，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(1→25)10mL及び酢酸(100)0.2mLを加え，5～10分間水浴中で加熱するとき，液は青色を呈する．

（2）　本品0.3gと水30mLを混和し，0.5mol/Lヨウ素試液16mLを加え，直ちに8mol/L水酸化ナトリウム試液2.5mLを加えて7分間放置した後，薄めた硫酸(3→20)2.5mLを加える．この液に液の色が淡黄色になるまで亜硫酸ナトリウム飽和溶液を加え，次にメチルオレンジ試液3滴を加え，水酸化ナトリウム溶液(4→25)で中和し，更に水を加えて100mLとする．この液10mLをとり，フェーリング試液5mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じる．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品2.0gを水15mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.320～1.360

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　ガラクトース及び乳糖　定量法で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラムのガラクトース及び乳糖に相当するピーク高さを測定し，試料溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求めるとき，ガラクトースの量は11%以下で，乳糖の量は6%以下である．

ガラクトース($C_6H_{12}O_6$)の量(mg)＝$M_S \times Q_{Ta} / Q_{Sa}$

M_S：D－ガラクトースの秤取量(mg)

乳糖($C_{12}H_{22}O_{11}$・H_2O)の量(mg)＝$M_S \times Q_{Tb} / Q_{Sb}$

M_S：乳糖水和物の秤取量(mg)

乾燥減量〈*2.41*〉　35%以下(0.5g，減圧，80℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約1gを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にラクツロース標準品約0.5g，D－ガラクトース約80mg及び乳糖一水和物約40mgを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するラクツロースのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

ラクツロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ラクツロース標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　D－マンニトール溶液(1→20)

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径8mm，長さ50cmのステンレス管に11μmの液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度6%)を充てんする．

カラム温度：75℃付近の一定温度

移動相：水

流量：ラクツロースの保持時間が約18分になるように調整する．

システム適合性

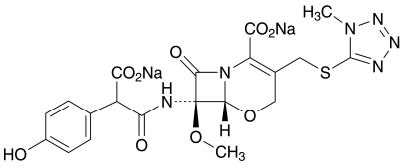
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ラクツロース，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するラクツロース，ガラクトース及び乳糖の各々のピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ラタモキセフナトリウム

Latamoxef Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_9S$：564.44

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[2-carboxylato-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64953-12-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり830～940μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ラタモキセフ($C_{20}H_{20}N_6O_9S$：520.47)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.5ppm付近及びδ 4.0ppm付近にそれぞれ一対のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－32～－40°(脱水物に換算したもの0.5g，pH7.0のリン酸塩緩衝液，50mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液3.0mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液36mLの混液に薄めた希塩酸(1→10)11mLを加えた液2.5mLをとり，薄めた希塩酸(1→10)7.5mLを加える．

（2） 重金属〈1.07〉 本品を，塊がある場合は粉末とし，1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gを水20mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（4） 類縁物質 本品25mgを水に溶かして50mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のラタモキセフの2つのピークのうち，最初に溶出するピークに対する相対保持時間約0.5の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積は，標準溶液のラタモキセフのピーク面積より大きくなく，相対保持時間約1.7のデカルボキシラタモキセフナトリウムのピーク面積は，標準溶液のラタモキセフのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積は感度係数0.52を乗じて補正する．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ラタモキセフのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉 5.0%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．

異性体比 本品25mgを水に溶かし，50mLとし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間10分付近に近接して現れる2個のピークにつき，溶出順にその面積A_a及びA_bを測定するとき，A_a/A_bは0.8～1.4である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム7.7gを水に溶かし，1000mLとする．この液950mLにメタノール50mLを加える．

流量：ラタモキセフの2つのピークのうち，最初に溶出するピークの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ラタモキセフの2つのピークの分離度は3以上である．

システムの再現性：試料溶液5μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，ラタモキセフの2つのピークのうち，最初に溶出するピークの面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品及びラタモキセフアンモニウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，水を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ラタモキセフ($C_{20}H_{20}N_6O_9S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ラタモキセフアンモニウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *m*－クレゾール溶液(3→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.94g，リン酸水素二ナ

トリウム十二水和物3.22g及び臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム1.60gを水に溶かし，正確に1000mLとする．この液750mLにメタノール250mLを加える．

流量：ラタモキセフの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ラタモキセフ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ラッカセイ油

Peanut Oil

OLEUM ARACHIDIS

落花生油

本品はラッカセイ *Arachis hypogaea* Linné (*Leguminosae*)の種子から得た脂肪油である．

性状　本品は微黄色澄明の油で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくい．

比重　d_{25}^{25}：0.909～0.916

脂肪酸の凝固点：22～33℃

確認試験　本品5gに水酸化ナトリウム溶液(3→10)2.5mL及びエタノール(95)12.5mLを加え，煮沸してけん化した後，蒸発してエタノールを除き，残留物を温湯50mLに溶かし，これに過量の希塩酸を加え，脂肪酸を遊離させる．この液を冷却して分離した脂肪酸をとり，ジエチルエーテル75mLに溶かし，酢酸鉛(Ⅱ)三水和物1gをエタノール(95)40mLに溶かした液を加え，18時間放置した後，液をろ過器に傾斜してろ過し，沈殿はジエチルエーテルを用いてこのろ過器に洗い込み吸引ろ過する．沈殿をビーカーに移し，希塩酸40mL及び水20mLを加えて加熱し，油層が全く澄明となったとき，これを冷却して水層を傾斜して除く．脂肪酸に薄めた塩酸(1→100)50mLを加え，煮沸した後，冷却して水層を除く．薄めた塩酸(1→100)50mLを用い，更に1回この操作を繰り返した後，脂肪酸0.1gをとり，エタノール(95)10mLに溶かし，これに硫化ナトリウム試液2滴を加えても暗色を呈しなくなったとき，脂肪酸を凝固させる．これをろ紙の間で圧して水分を除き，薄めたエタノール(9→10)25mLを加え，わずかに加温して溶かし，15℃に冷却して脂肪酸を析出させた後，ろ取し，薄めたエタノール(9→10)20mLで洗浄する．薄めたエタノール(9→10)25mL及び20mLを用い，更に1回この操作を繰り返した後，デシケーター(酸化リン(V)，減圧)で4時間乾燥するとき，その融点〈*1.13*〉は73～76℃である．

酸価〈*1.13*〉　0.2以下．

けん化価〈*1.13*〉　188～196

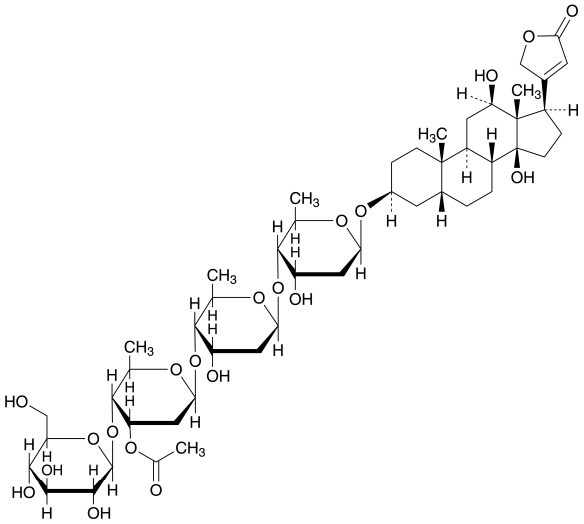
不けん化物〈*1.13*〉　1.5%以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　84～103

貯法　容器　気密容器．

ラナトシドC

Lanatoside C



$C_{49}H_{76}O_{20}$：985.12

3β-[β-D-Glucopyranosyl-(1→4)-3-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*17575-22-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ラナトシドC ($C_{49}H_{76}O_{20}$)90.0～102.0%を含む．

性状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLを加えて溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて2層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験　類縁物質　本品10mgをとり，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にラナトシドC標準品1.0mgをとり，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水

混液(84：15：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋32～＋35°(乾燥後，0.5g，メタノール，25mL，100mm).

乾燥減量〈2.41〉 7.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉 0.5%以下(0.1g).

定量法 本品及びラナトシドC標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に25mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれ遮光した25mLのメスフラスコに入れ，2,4,6－トリニトロフェノール試液5mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)0.5mLずつを加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて25mLとし，18～22℃で25分間放置する．これらの液につき，メタノール5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長485nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

ラナトシドC錠

Lanatoside C Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$：985.12)を含む．

製法 本品は「ラナトシドC」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ラナトシドC」1mgに対応する量をとり，ジエチルエーテル3mLを加え，振り混ぜてろ過し，残留物はジエチルエーテル3mLずつで2回洗った後，風乾する．これにクロロホルム／メタノール混液(9：1)10mLを加え，振り混ぜてろ過し，残留物は更にクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLずつで2回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発し，液が少量となったとき，内径約10mmの小試験管に移し，更に水浴上で蒸発乾固し，以下「ラナトシドC」の確認試験を準用する．

（2） 定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加えて加温して崩壊させ，エタノール(95)30mLを加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，1mL中にラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)約5μgを含む液となるようにエタノール(95)を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシドC標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で4時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水10mL及びエタノール(95)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール(17→20)2mLずつを正確に量り，あらかじめ0.012g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液を正確に10mLずつ入れた褐色の共栓試験管T，S及びBに加え，直ちに希過酸化水素試液1mLずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後，25～30℃の一定温度で40分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長355nm，蛍光の波長490nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

ラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)の量(mg)
＝$M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V / 5000$

M_S：ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に薄めた塩酸(3→500)500mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は65%以上である．本品は繰り返し試験の規定を適用しない．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)約0.5μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にラナトシドC標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で4時間減圧乾燥し，表示量の100倍量を精密に量り，エタノール(95)を加えて溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に500mLとし，37±0.5℃で60分間加温した後，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液3mLずつを正確に量り，それぞれを褐色共栓試験管T，S及びBに入れる．これらに0.012g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液10mLずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに薄めた過酸化水素試液(1→100)0.2mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，30～37℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，直ちに蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長355nm，蛍光の波長490nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

ラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V' / V \times 1 / C$

M_S：ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)約5mgに対応する量を精密に量り，遮光した100mLのメスフラスコに入れ，エタノール(95)50mLを加えて15分間振り混ぜた後，エタノール(95)を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシドC標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で4時間減圧乾燥し，その約5mgを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれを遮光した共栓試験管に入れ，アルカリ性2,4,6－トリニトロフェノール試液3mLを正確に加えてよく振り混ぜ，22～28℃で25分間放置する．これらの液につき，エタノール(95)5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長490nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ラナトシドC($C_{49}H_{76}O_{20}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

貯法

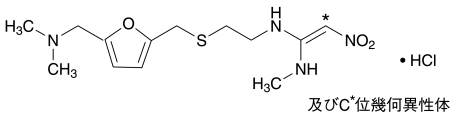
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ラニチジン塩酸塩

Ranitidine Hydrochloride

塩酸ラニチジン



$C_{13}H_{22}N_4O_3S$・HCl：350.86

(1*EZ*)-*N*-{2-[({5-[(Dimethylamino)methyl]furan-2-yl}methyl)sulfanyl]ethyl}-*N′*-methyl-2-nitroethene-1,1-diamine monohydrochloride

[*66357-59-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ラニチジン塩酸塩($C_{13}H_{22}N_4O_3S$・HCl)97.5～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性又は細粒状の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約140℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はラニチジン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したラニチジン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品の水溶液(1→10)は微黄色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.22gをメタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液0.5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)6mL，4mL，2mL及び1mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)とする．別にラニチジンジアミン12.7mgをメタノールに溶かし，正確に10mLとし，標準溶液(6)とする．試料溶液及び標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)，標準溶液(5)及び標準溶液(6)につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別に試料溶液10μLをスポットし，その上に標準溶液(6)10μLをスポットする．速やかに酢酸エチル／2－プロパノール／アンモニア水(28)／水混液(25：15：5：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気を飽和した密閉ガラス容器中に標準溶液(5)から得たスポットが検出されるまで放置する．標準溶液(6)から得たスポットは，試料溶液から得た主スポットと完全に分離する．試料溶液から得たR_f値約0.7のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，その他のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た各類縁物質のスポットの濃さを標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)と比較して，各類縁物質の量を求めるとき，その合計量は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.75%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びラニチジン塩酸塩標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に200mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のラ

ニチジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ラニチジン塩酸塩($C_{13}H_{22}N_4O_3S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ラニチジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：322nm)
カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：メタノール／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→5)混液(17：3)
流量：ラニチジンの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：本品20mg及びベンザルフタリド5mgを移動相200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンザルフタリド，ラニチジンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ラニチジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

加水ラノリン
Hydrous Lanolin

本品は「精製ラノリン」に水を加えたもので，「精製ラノリン」70～75%を含む(蒸発残分による)．

性状　本品は黄白色の軟膏様物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．
本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶け，このとき，水分を分離する．
本品を水浴上で加熱して溶かすとき，澄明な油層及び水層に分離する．
融点：約39℃

確認試験　本品1gをシクロヘキサン50mLに溶かし，分離した水を除く．シクロヘキサン液1mLを注意して硫酸2mLの上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

酸価〈1.13〉　1.0以下．

ヨウ素価　18～36　本品を水浴上で加熱し，ほとんど水分を蒸発した後，その約0.8gを500mLの共栓フラスコ中に精密に量り，シクロヘキサン10mLに溶かし，次にハヌス試液25mLを正確に加え，よく振り混ぜる．液が澄明にならないときは，更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後，密栓し，遮光して20～30℃で1時間時々振り混ぜながら放置する．次にヨウ化カリウム溶液(1→10)20mL及び水100mLを加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

ヨウ素価$=(a-b)\times 1.269/M$

M：本品の秤取量(g)
a：空試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)．
b：本品の試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)．

純度試験
（1）　液性　本品5gに水25mLを加え，10分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，水層を分取するとき，その水層は中性である．
（2）　塩化物〈1.03〉　本品2.0gに水40mLを加え，10分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，ろ過する．ろ液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下)．
（3）　アンモニア　(1)の水層10mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．
（4）　水溶性有機物　(1)の水層5mLに0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.25mLを加え，5分間放置するとき，液の紅色は消えない．
（5）　ワセリン　蒸発残分の残留物を乾燥したもの1.0gをテトラヒドロフラン／イソオクタン混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．同様にワセリン20mgをテトラヒドロフラン／イソオクタン混液(1：1)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタンを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(1→2)を均等に噴霧し，80℃で5分間加熱する．冷後，これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない．ただし，この試験には，イソオクタンを用いてあらかじめ上端まで展開し，風乾後，110℃で60分加熱した薄層板を用いる．

蒸発残分　本品約12.5gを精密に量り，ジエチルエーテル50mLに溶かし，分液漏斗に入れ，分離した水層を別の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を前の分液漏斗に合わせる．ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム3gを加え，振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，分液漏斗及びろ紙はジエチルエーテル20mLずつを用いて2回洗い，洗液はろ液に合わせ，水浴上でほとんどジエチルエーテルのにおいがなくなるまで蒸発した後，残留物をデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥するとき，その量は70～75%である．

貯法
保存条件　30℃以下で保存する．
容器　密閉容器．

精製ラノリン

Purified Lanolin

ADEPS LANAE PURIFICATUS

本品はヒツジ*Ovis aries* Linné (*Bovidae*)の毛から得た脂肪様物質を精製したものである．

性状　本品は淡黄色～帯黄褐色の粘性の軟膏様の物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに極めて溶けやすく，テトラヒドロフラン又はトルエンに溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は水にほとんど溶けないが，2倍量の水を混和しても水を分離せず，軟膏様の粘性がある．

融点：37～43℃

確認試験　本品のシクロヘキサン溶液(1→50)1mLを注意して硫酸2mLの上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

酸価〈*1.13*〉　1.0以下．

ヨウ素価　18～36　本品約0.8gを500mLの共栓フラスコに精密に量り，シクロヘキサン20mLに溶かし，次にハヌス試液25mLを正確に加え，よく振り混ぜる．液が澄明にならないときは，更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後，密栓し，遮光して20～30℃で1時間時々振り混ぜながら放置する．次にヨウ化カリウム溶液(1→10)20mL及び水100mLを加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行う．

ヨウ素価＝$(a-b)\times 1.269/M$

M：本品の量(g)

a：空試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

b：本品の試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

純度試験

（1）　液性　本品5gに水25mLを加え，10分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，水層を分取するとき，その水層は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水40mLを加え，10分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，ろ過する．ろ液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下)．

（3）　アンモニア　(1)の水層10mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4）　水溶性有機物　(1)の水層5mLに0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.25mLを加え，5分間放置するとき，液の紅色は消えない．

（5）　ワセリン　本品1.0gをテトラヒドロフラン／イソオクタン混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．同様にワセリン20mgをテトラヒドロフラン／イソオクタン混液(1：1)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタンを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(1→2)を均等に噴霧し，80℃で5分間加熱する．冷後，これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない．ただし，この試験には，イソオクタンを用いてあらかじめ上端まで展開し，風乾後，110℃で60分加熱した薄層板を用いる．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

灰分〈*5.01*〉　0.1%以下．

貯法

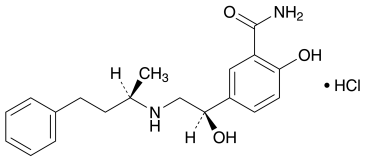
保存条件　30℃以下で保存する．

容器　密閉容器．

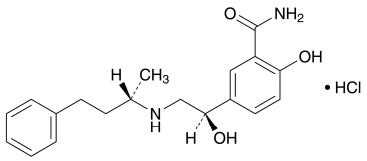
ラベタロール塩酸塩

Labetalol Hydrochloride

塩酸ラベタロール



及び鏡像異性体



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl：364.87

2-Hydroxy-5-{(1*RS*)-1-hydroxy-2-[(1*RS*)-1-methyl-3-phenylpropylamino]ethyl}benzamide monohydrochloride

2-Hydroxy-5-{(1*RS*)-1-hydroxy-2-[(1*SR*)-1-methyl-3-phenylpropylamino]ethyl}benzamide monohydrochloride

[*32780-64-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品は0.05mol/L硫酸試液に溶ける．

融点：約181℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.05mol/L硫酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を

認める．

（２） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３） 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉 本品0.5gを水50mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２） 類縁物質 本品0.8gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－プロパノール／水／アンモニア水(28)混液(25：15：8：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

異性体比 本品5mgを*n*－ブチルボロン酸の無水ピリジン溶液(3→250)0.7mLに溶かした後，20分間放置し，試料溶液とする．試料溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．ラベタロールの2本に分離した異性体の保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.45～0.55である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53mm，長さ25mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを厚さ5μmで被覆する．

カラム温度：290℃付近の一定温度

注入口温度：350℃付近の一定温度

検出器温度：350℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ラベタロールの2本のピークのうち，先に流出するピークの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ラベタロールの2本のピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ラベタロールの保持時間の小さい方のピーク面積に対する保持時間の大きい方のピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.49mg $C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl

貯法 容器 気密容器．

ラベタロール塩酸塩錠

Labetalol Hydrochloride Tablets

塩酸ラベタロール錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl：364.87)を含む．

製法 本品は「ラベタロール塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（１） 本品を粉末とし，表示量に従い「ラベタロール塩酸塩」5mgに対応する量をとり，0.05mol/L硫酸試液100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長300～304nmに吸収の極大を示す．

（２） 本品を粉末とし，表示量に従い「ラベタロール塩酸塩」0.25gに対応する量をとり，メタノール25mLを加えて30分間激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸ラベタロール10mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－プロパノール／水／アンモニア水(28)混液(25：15：8：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.5mol/L硫酸試液5mL及び水30mLを加え，30分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，1mL中にラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)約40μgを含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加え，正確にV mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ラベタロールを105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長302nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 40$

M_S：定量用塩酸ラベタロールの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，

毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)約50μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ラベタロールを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長302nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：定量用塩酸ラベタロールの秤取量(mg)

C：1錠中のラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)約1gに対応する量を精密に量り，0.5mol/L硫酸試液100mL及び水600mLを加え，30分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に1000mLとし，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ラベタロールを105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長302nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ラベタロール塩酸塩($C_{19}H_{24}N_2O_3$・HCl)の量(mg)

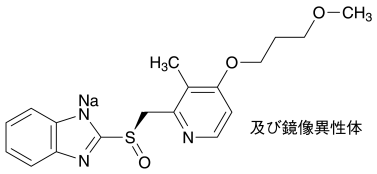
$= M_S \times A_T / A_S \times 25$

M_S：定量用塩酸ラベタロールの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

ラベプラゾールナトリウム

Rabeprazole Sodium



$C_{18}H_{20}N_3NaO_3S$：381.42

Monosodium (*RS*)-2-({[4-(3-methoxypropoxy)-3-methylpyridin-2-yl]methyl}sulfinyl)-1*H*-benzoimidazolide

[*117976-90-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ラベプラゾールナトリウム($C_{18}H_{20}N_3NaO_3S$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は0.01mol/L水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はラベプラゾールナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はラベプラゾールナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を，又は本品及びラベプラゾールナトリウム標準品のそれぞれをエタノール(99.5)に溶かし，40℃でエタノールを蒸発し，残留物を55℃で24時間減圧乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液(1→10)は，ナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgをメタノール／0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3：2)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のラベプラゾールに対する相対保持時間約0.7のピーク面積は，標準溶液のラベプラゾールのピーク面積の4／5より大きくなく，試料溶液のラベプラ

ゾール及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のラベプラゾールのピークの面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のラベプラゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のラベプラゾールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からラベプラゾールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，メタノール／0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3：2)を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たラベプラゾールのピーク面積が，標準溶液のラベプラゾールのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ラベプラゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ラベプラゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量 〈2.41〉 1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，24時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う)．

定量法 試料の採取は吸湿を避けて行う．本品及びラベプラゾールナトリウム標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り，それぞれをメタノール／0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3：2)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノール／0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3：2)を加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するラベプラゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ラベプラゾールナトリウム($C_{18}H_{20}N_3NaO_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥物に換算したラベプラゾールナトリウム標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 1－アミノ－2－メチルナフタレンのメタノール／0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3：2)溶液(1→250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：290nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液混液(3：2)

流量：ラベプラゾールの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

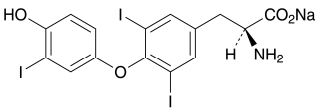
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ラベプラゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上で，ラベプラゾールのシンメトリー係数は2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するラベプラゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

リオチロニンナトリウム

Liothyronine Sodium



$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$：672.96

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3-iodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate

[*55-06-1*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，リオチロニンナトリウム($C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$)95.0%以上を含む．

性状 本品は白色～淡褐色の粉末で，においはない．

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品のエタノール(95)溶液(1→1000)5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴中で5分間加温するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品0.02gに硫酸数滴を加えて直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品のエタノール(95)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品0.02gを強熱して炭化し，冷後，残留物に水5mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋18～＋22°(乾燥物に換算したもの0.2g，エタノール(95)／1mol/L塩酸試液混液(4：1)，10mL，100mm)．

純度試験

（1） 可溶性ハロゲン化物 本品10mgに水10mL及び希硝酸1滴を加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水を加えて10mLとし，硝酸銀試液3滴を加えて混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.35mLに希硝酸1滴及び水を加えて10mLとし，硝酸銀試液3滴を加える．

（2） ヨウ素及びヨウ化物　本品0.10gに希水酸化ナトリウム試液10mL及び水15mLを加えて溶かした後，希硫酸5mLを加え，時々振り混ぜ10分間放置する．次にろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，クロロホルム10mL及びヨウ素酸カリウム溶液(1→100)3滴を加え，30秒間振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム0.111gを正確に量り，水に溶かし1000mLとする．この液1mLを正確に量り，希水酸化ナトリウム試液10mL，水14mL及び希硫酸5mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，以下同様に操作する．

（3） 類縁物質　本品0.15gを薄めたアンモニア試液(1→3)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたアンモニア試液(1→3)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に*t*−ブチルアルコール／*t*−アミルアルコール／水／アンモニア水(28)／2−ブタノン混液(59：32：17：15：7)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン0.3gを1−ブタノール／酢酸(100)混液(97：3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し，100℃で3分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(0.2g，105℃，2時間)．

定量法　本品約25mgを精密に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→100)10mL及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液(1→100)1mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置のAの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，水40mLでC，B及びAの内壁を洗い込む．この液に臭素・酢酸試液1mLを加え，栓Cを施し，1分間激しく振り混ぜる．水40mLでC，B及びAの内壁を洗い込み，ギ酸0.5mLを加え再び栓Cを施し，1分間激しく振り混ぜ，水40mLでC，B及びAの内壁を洗い込む．Aに窒素を十分に吹き込み，酸素と過量の臭素を追いだし，ヨウ化カリウム0.5gを加えて溶かし，直ちに希硫酸3mLを加えて振り混ぜ，2分間放置した後，0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL
＝0.7477mg $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

リオチロニンナトリウム錠

Liothyronine Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するリオチロニンナトリウム($C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$：672.96)を含む．

製法　本品は「リオチロニンナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「リオチロニンナトリウム」0.1mgに対応する量をとり，共栓遠心沈殿管に入れ，希水酸化ナトリウム試液30mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．その上澄液を分液漏斗に入れ，希塩酸10mLを加え，酢酸エチル20mLずつで2回抽出する．各抽出液は順次，漏斗上に無水硫酸ナトリウム8gをのせた脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固し，残留物をメタノール0.5mLに溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム10mgをとり，メタノール50mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に*t*−ブチルアルコール／*t*−アミルアルコール／水／アンモニア水(28)／2−ブタノン混液(59：32：17：15：7)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン0.3gを1−ブタノール／酢酸(100)混液(97：3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し，100℃で3分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2） 定量法で得た呈色液は青色を呈する．

製剤均一性　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を共栓遠心沈殿管にとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加え，50℃で15分間加温した後，20分間激しく振り混ぜる．この液を5分間遠心分離し，上澄液を必要ならばろ過する．この液一定量を正確に量り，1mL中にリオチロニンナトリウム($C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$)約0.5μgを含む液となるように0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加え，正確に一定量とする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，試料溶液とする．試料溶液200μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比を求める．試料10個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差(%)が15%以内のときは適合とする．また，偏差(%)が15%を超え，25%以内のものが1個のときは，新たに試料20個をとって試験を行う．2回の試験の合計30個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差(%)を計算するとき，15%を超え，25%以内のものが1個以下で，かつ25%を超えるものがないときは適合とする．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール／薄めたリン酸(1→10)混液(9：1)溶液(1→250000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール(57→100)

流量：リオチロニンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：リオチロニンナトリウムの0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→2000000)5mLに内標準溶液1mLを加え，システム適合性試験用溶液とする．この液200μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リオチロニンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液200μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．リオチロニンナトリウム($C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$)約50μgに対応する量を精密に量り，めのう製乳鉢に入れ，これに粉末にした炭酸カリウム1gを加えてよく混ぜ，注意してるつぼに移し，るつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にする．この乳鉢に更に粉末にした炭酸カリウム1.5gを加え，付着している内容物とよく混ぜ，注意して先のるつぼの上部に加え，再びたたいて密にする．これを675～700℃で30分間強熱し，冷後，水を加えて穏やかに加熱した後，ガラスろ過器(G4)を用いて20mLのメスフラスコにろ過する．残留物は水で洗い，洗液を合わせ，冷後，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ化カリウムを105℃で4時間乾燥し，その約75mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，炭酸カリウム溶液(1→8)を加えて正確に100mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，炭酸カリウム溶液(1→8)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれを共栓試験管に入れ，薄めた硫酸(4→25)3.0mL及び過マンガン酸カリウム試液2.0mLを加えて水浴上で15分間加熱する．冷後，薄めた亜硝酸ナトリウム試液(1→10)1.0mLを加えて振り混ぜた後，アミド硫酸アンモニウム溶液(1→10)1.0mLを加え，時々振り混ぜながら10分間室温に放置する．次にバレイショデンプン試液1.0mL及び新たに製した薄めたヨウ化カリウム試液(1→40)1.0mLを加えて振り混ぜた後，20mLのメスフラスコに移し，共栓試験管は水を用いて洗い，洗液を合わせ，水を加えて20mLとし，10分間放置する．これらの液につき，別に炭酸カリウム溶液(1→8)5mLを用いて試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長600nm付近の吸収極大の波長における吸光度A_T及びA_Sを測定する．

リオチロニンナトリウム($C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2000 \times 1.351$

M_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

貯法

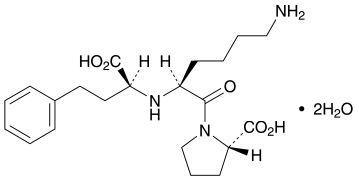
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

リシノプリル水和物

Lisinopril Hydrate

リシノプリル



$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$：441.52

(2*S*)-1-{(2*S*)-6-Amino-2-[(1*S*)-1-carboxy-3-phenylpropylamino]hexanoyl}pyrrolidine-2-carboxylic acid dihydrate

[*83915-83-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

融点：約160℃(分解)．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：－43.0～－47.0°(脱水物に換算したもの0.25g，pH6.4の0.25mol/L酢酸亜鉛緩衝液，25mL，100mm)．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2） 類縁物質 本品約0.10gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリシノプリルに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の1／5より大きくなく，リシノプリル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液の

リシノプリルのピーク面積の2／15より大きくない．また，リシノプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.0mm，長さ20cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相A：薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→2)

移動相B：薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→2)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：2)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	90 → 50	10 → 50
10 ～ 25	50	50

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリシノプリルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2.5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液15μLから得たリシノプリルのピーク面積が，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：リシノプリル10mg及び無水カフェイン溶液(1→1000)2mLをとり，水を加えて200mLとする．この液15μLにつき，上記の条件で操作するとき，リシノプリル，カフェインの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　8.0～9.5%(0.3g，容量滴定法，逆滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.66gを精密に量り，水80mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.55mg $C_{21}H_{31}N_3O_5$

貯法　容器　密閉容器.

リシノプリル錠

Lisinopril Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49)を含む．

製法　本品は「リシノプリル水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)10mgに対応する量をとり，メタノール10mLを加えて20分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にリシノプリル10mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液30μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／酢酸(100)／水／酢酸エチル混液(2：2：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，120℃で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品20個以上をとり，粉末とする．表示量に従いリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)約25mgに対応する量をとり，水25mLを加え，20分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリシノプリルに対する相対保持時間約2.0のジケトピペラジン体のピーク面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の2／3より大きくない．

試験条件

「リシノプリル水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は「リシノプリル水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2.5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液15μLから得たリシノプリルのピーク面積が，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液15μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，本品の表示量に従いリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)1mg当たり内標準溶液5mLを正確に加え，20分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

リシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 10$

M_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量(mg)

C：1錠中のリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)の表示量(mg)

内標準溶液　無水カフェイン溶液(1→20000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の5mg錠の60分間及び10mg錠の90分間の溶出率はそれぞれ80%以上であり，20mg錠の90分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用リシノプリル(別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約15mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリシノプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量(mg)
C：1錠中のリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)の表示量(mg)

試験条件
検出器，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
流量：リシノプリルの保持時間が約7分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，リシノプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従いリシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)約5mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，20分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別に定量用リシノプリル(別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リシノプリル($C_{21}H_{31}N_3O_5$)の量$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2$

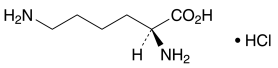
M_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量(mg)

内標準溶液 無水カフェイン溶液(1→20000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)
カラム：内径4.0mm，長さ20cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：60℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→2)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)
流量：リシノプリルの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リシノプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

Lーリシン塩酸塩

L-Lysine Hydrochloride
Lーリジン塩酸塩
塩酸リジン
塩酸Lーリジン



$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$：182.65
(2*S*)-2,6-Diaminohexanoic acid monohydrochloride
[*657-27-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーリシン塩酸塩($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．
本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験
（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かし，60℃で蒸発乾燥したものにつき，同様の試験を行う．
（2） 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋19.0～＋21.5°(乾燥後，2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈2.54〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

純度試験
（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．
（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.6gをとり，試験を行う．比較

液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（３） アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).

（４） 重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（５） ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（６） 類縁物質　本品0.10gを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1ープロパノール／アンモニア水(28)混液(67：33)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，ギ酸2mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，酢酸(100)45mLを加え，過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行う.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝9.132mg $C_6H_{14}N_2O_2$・HCl

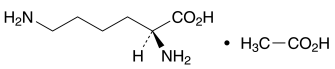
貯法　容器　気密容器.

Lーリシン酢酸塩

L-Lysine Acetate

Lーリジン酢酸塩

酢酸Lーリジン



$C_6H_{14}N_2O_2$・$C_2H_4O_2$：206.24

(2*S*)-2,6-Diaminohexanoic acid monoacetate

[*57282-49-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーリシン酢酸塩($C_6H_{14}N_2O_2$・$C_2H_4O_2$)98.5～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，わずかに酸味がある.

本品は水に極めて溶けやすく，ギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は潮解性である.

確認試験

（１） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（２） 本品の水溶液(1→20)は酢酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋8.5～＋10.0°(乾燥後，2.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である.

純度試験

（１） 溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２） 塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（３） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（４） アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).

（５） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（６） 鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（７） 類縁物質　本品約0.5gを精密に量り，塩酸0.5mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にLーアスパラギン酸，Lートレオニン，Lーセリン，Lーグルタミン酸，グリシン，Lーアラニン，Lーシスチン，Lーバリン，Lーメチオニン，Lーイソロイシン，Lーロイシン，Lーチロジン，Lーフェニルアラニン，Lーリジン塩酸塩，塩化アンモニウム，Lーヒスチジン及びLーアルギニンをそれぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとし，標準原液とする．この液5mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，0.02mol/L塩酸を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たピークの高さから試料溶液1mLに含まれるリジン以外のアミノ酸の質量を求め，その質量百分率を算出するとき，リジン以外の各アミノ酸の量は0.1%以下である.

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：570nm)

カラム：内径4.6mm，長さ8cmのステンレス管に3μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充てんする.

カラム温度：57℃付近の一定温度

反応槽温度：130℃付近の一定温度

反応時間：約1分

移動相：移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eを次の表に従って調製後，それぞれにカプリル酸0.1mLを加える.

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	−
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	−
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	−
水酸化ナトリウム	−	−	−	−	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	−	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	−	−
ベンジルアルコール	−	−	−	5mL	−
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

移動相の切換え：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，アンモニア，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，イソロイシンとロイシンの分離度が1.2以上になるように，移動相A，移動相B，移動相C，移動相D及び移動相Eを順次切り換える．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし，酢酸(100)123mL，1−メトキシ−2−プロパノール401mL及び水を加えて1000mLとし，10分間窒素を通じ，(Ⅰ)液とする．別に1−メトキシ−2−プロパノール979mLにニンヒドリン39gを加え，5分間窒素を通じた後，水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え，30分間窒素を通じ，(Ⅱ)液とする．(Ⅰ)液と(Ⅱ)液を1容量と1容量の混液とする(用時製する)．

移動相流量：毎分0.20mL

反応試薬流量：毎分0.24mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリシンとアラニンの分離度は1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，標準溶液中の各アミノ酸のピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下であり，保持時間の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.3%以下(1g，80℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

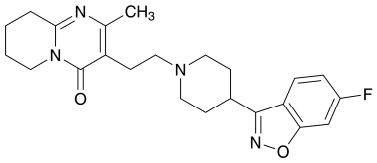
定量法 本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝10.31mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$

貯法 容器 気密容器．

リスペリドン

Risperidone



$C_{23}H_{27}FN_4O_2$：410.48

3-{2-[4-(6-Fluoro-1,2-benzoisoxazol-3-yl)piperidin-1-yl]ethyl}-2-methyl-6,7,8,9-tetrahydro-4*H*-pyrido[1,2-*a*]pyrimidin-4-one

[*106266-06-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，2−プロパノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の2−プロパノール溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉 169～173℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2） 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の1.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：酢酸アンモニウム溶液(1→200)

移動相B：メタノール

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 2	70	30
2 ～ 17	70 → 30	30 → 70
17 ～ 22	30	70

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約1.6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たリスペリドンのピーク面積が，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，80℃，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品約0.16gを精密に量り，2－ブタノン／酢酸(100)混液(7：1)70mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.52mg $C_{23}H_{27}FN_4O_2$

貯法　容器　気密容器．

リスペリドン細粒

Risperidone Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$：410.48)を含む．

製法　本品は「リスペリドン」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応する量をとり，2－プロパノール100mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～281nm及び283～287nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)20mLを加え，振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくない．ただし，リスペリドンに対する相対保持時間約0.4及び約1.6のピーク面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.9及び1.5を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリスペリドンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たリスペリドンのピーク面積が，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7.5～12.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品の表示量に従いリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約3mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，薄めた塩酸(1→137)を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用リスペリドン(別途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液15mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，この液3mLを正確に量り，薄めた塩酸(1→137)3mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリスペリドンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 54 / 5$

M_S：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μm

の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)1000mLにトリフルオロ酢酸1mLを加えた後，アンモニア水(28)を加えてpH3.0に調整する．

流量：リスペリドンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約2mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)8mLを加え，振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に20mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用リスペリドン(別途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリスペリドンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/25$

M_S：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径3.0mm，長さ15cmのステンレス管に3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)1000mLにトリフルオロ酢酸1.5mLを加えた後，アンモニア水(28)を加えてpH3.0に調整する．

流量：リスペリドンの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

リスペリドン錠

Risperidone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$：410.48)を含む．

製法　本品は「リスペリドン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応する量をとり，2－プロパノール100mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～281nm及び283～287nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を粉末とし，表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)20mLを加え，振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくない．ただし，リスペリドンに対する相対保持時間約0.4及び約1.6のピーク面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.9及び1.5を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリスペリドンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たリスペリドンのピーク面積が，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7.5～12.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うと

き，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2) $3V$／5 mLを加え，振り混ぜた後，1mL中にリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)0.1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確にV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約0.56μgを含む液となるように，薄めた塩酸(1→137)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用リスペリドン(別途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，この液3mLを正確に量り，薄めた塩酸(1→137)3mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリスペリドンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 5$

M_S：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)
C：1錠中のリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：25℃付近の一定温度
- 移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)1000mLにトリフルオロ酢酸1mLを加えた後，アンモニア水(28)を加えてpH3.0に調整する．
- 流量：リスペリドンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性
- システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，2.5以下である．
- システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約2mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)8mLを加え，振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に20mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用リスペリドン(別途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液／メタノール混液(3：2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリスペリドンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 25$

M_S：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)
- カラム：内径3.0mm，長さ15cmのステンレス管に3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：25℃付近の一定温度
- 移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)1000mLにトリフルオロ酢酸1.5mLを加えた後，アンモニア水(28)を加えてpH3.0に調整する．
- 流量：リスペリドンの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性
- システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.5以下である．
- システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

リスペリドン内服液
Risperidone Oral Solution

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$：410.48)を含む．

製法　本品は「リスペリドン」をとり，経口液剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応する容量をとり，炭酸水素ナトリウム50mg及びジエチルエー

テル10mLを加え，振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を微温湯中で蒸発乾固する．残留物を2－プロパノール100mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～281nm及び283～287nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応する容量をとり，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール／水混液(9：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくない．ただし，リスペリドンに対する相対保持時間約0.4及び約1.6のピーク面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.9及び1.5を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリスペリドンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，メタノール／水混液(9：1)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たリスペリドンのピーク面積が，標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7.5～12.5％になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上及び2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.5％以下である．

微生物限度〈4.05〉　本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は10^1CFUである．また，大腸菌は認めない．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約2mgに対応する容量を正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用リスペリドン(別途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，水10mL及びメタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリスペリドンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/25$

M_S：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径3.0mm，長さ15cmのステンレス管に3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)1000mLにトリフルオロ酢酸1.5mLを加えた後，アンモニア水(28)を加えてpH3.0に調整する．

流量：リスペリドンの保持時間が約13分になるように調整する．

システム適合性

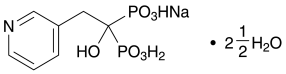
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リスペリドンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上及び2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は1.0％以下である．

貯法　容器　気密容器．

リセドロン酸ナトリウム水和物

Sodium Risedronate Hydrate



$C_7H_{10}NNaO_7P_2 \cdot 2\frac{1}{2}H_2O$：350.13

Monosodium trihydrogen 1-hydroxy-2-(pyridin-3-yl)ethane-1,1-diyldiphosphonate hemipentahydrate

[*329003-65-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$：305.09)98.0～102.0％を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→20)に溶ける．

確認試験

（１）　本品の薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→20)溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同

一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　重金属　本品0.50gを石英製るつぼにとり，酸化マグネシウム0.50gを加えて混和し，ガラス棒で時々かき混ぜながら全体が淡灰色になるまで加熱した後，800℃で強熱し灰化する．冷後，残留物を塩酸3mLに溶かした後，水3mLを加える．この液にアンモニア試液を加えてpH8.5に調整した後，酢酸(100)を加えてpH4に調整し，更に希塩酸を加えてpH3.4に調整する．この液をろ紙でろ過し，ろ液をネスラー管にとり，ろ紙を水で洗い，ろ液を合わせた後，水を加えて50mLとし，検液とする．比較液は鉛標準液1.0mLをとり，酸化マグネシウム0.50gを加え，110℃で乾固し，残留物について検液の調製と同様に操作する．検液及び比較液に硫化ナトリウム試液1滴ずつを加えて混和し，5分間放置した後，白色の背景で両液の色を比較するとき，検液の呈する色は比較液の呈する色より濃くない(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，水酸化ナトリウム溶液(1→5)5mLに溶かす．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（３）　類縁物質1　本品50mgを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液1.5mLに溶かし，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリセドロン酸以外のピークの面積は，標準溶液のリセドロン酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリセドロン酸の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，リセドロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4500段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リセドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

（４）　類縁物質2　本品0.10gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かし，溶解液を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，溶解液を加えて正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，溶解液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリセドロン酸以外のピークの面積は，標準溶液のリセドロン酸のピーク面積より大きくない．

溶解液　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.11g及びテトラデシルトリメチルアンモニウム臭化物2.47gを水1000mLに溶かした液に0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH6.5に調整する．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.14g，テトラデシルトリメチルアンモニウム臭化物3.16g，リン酸二水素アンモニウム4.81g及びリン酸水素二アンモニウム2.93gを水1280mLに溶かした後，アセトニトリル720mLを加える．

流量：リセドロン酸の保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリセドロン酸の保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，リセドロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リセドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（５）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　11.9～13.9%(40mg，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(1：1)を用いる)．

定量法　本品約50mgを精密に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液1.5mLに溶かし，移動相を加えて正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．別にリセドロン酸標準品(別途80mgにつき本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かし，移動相を加えて正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリセドロン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.078$

M_S：脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ナトリウムの移動相溶液(1→125)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのポリエーテルエーテルケトン管に10μmの液体クロマトグラフィー用4級ア

ルキルアミノ化スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物1.8gを水1000mLに溶かし，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH9.5に調整する．

流量：リセドロン酸の保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リセドロン酸の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリセドロン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

リセドロン酸ナトリウム錠

Sodium Risedronate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するリセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$：305.09)を含む．

製法 本品は「リセドロン酸ナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従いリセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)2.5mgに対応する量をとり，薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→20)50mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相10mLを正確に加えて振り混ぜた後，10分間放置する．時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，リセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)約1.75mgに対応する容量のろ液V mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，移動相を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にリセドロン酸標準品(別途80mgにつき「リセドロン酸ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約70mgを精密に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かし，移動相を加え正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリセドロン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 1 / 4 \times 1.078$

M_S：脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸ナトリウムの移動相溶液(7→2000)

試験条件

「リセドロン酸ナトリウム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リセドロン酸の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリセドロン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mLをとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にリセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)約2.8μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にリセドロン酸標準品(別途80mgにつき「リセドロン酸ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かした後，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液200μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリセドロン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2 \times 1.078$

M_S：脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のリセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.15g，テトラデシルトリメチルアンモニウム臭化物3.36g，リン酸二水素アンモニウム5.11g及びリン酸水素二アンモニウム3.11gを水1360mLに溶かした後，アセトニトリル640mLを加える．

流量：リセドロン酸の保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液200μLにつき，上記の条件で

操作するとき，リセドロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液200μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リセドロン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．本品のリセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相190mLを加えて振り混ぜた後，10分間放置する．更に時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，この液を遠心分離し，上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にリセドロン酸標準品(別途80mgにつき「リセドロン酸ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて200mLとし，標準溶液とする．以下「リセドロン酸ナトリウム水和物」の定量法を準用する．

リセドロン酸ナトリウム($C_7H_{10}NNaO_7P_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.078$

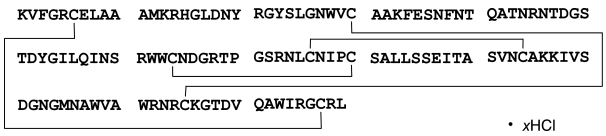
M_S：脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ナトリウムの移動相溶液(1→100)

貯法　容器　密閉容器．

リゾチーム塩酸塩

Lysozyme Hydrochloride
塩化リゾチーム
塩酸リゾチーム



$C_{616}H_{963}N_{193}O_{182}S_{10}$・$x$HCl
[*12650-88-3*，ニワトリ卵白リゾチーム]

本品はニワトリの卵白から得られる塩基性ポリペプチドの塩酸塩で，ムコ多糖分解作用を有する．

本品を定量するとき，換算した乾燥物に対し，その1mg中にリゾチーム0.9mg(力価)以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性，若しくは無晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品3gを水200mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

確認試験

（1）　本品のpH5.4の酢酸塩緩衝液溶液(1→500)5mLに，ニンヒドリン試液1mLを加え，10分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品のpH5.4の酢酸塩緩衝液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品の水溶液(3→200)5mLに必要ならば希塩酸を加えてpH3に調整するとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0%以下(0.1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　2.0%以下(0.5g)．

窒素含量　本品につき，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は換算した乾燥物に対し，16.8～18.6%である．

定量法　本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.2のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，pH6.2のリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にリゾチーム標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.2のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液1mL及び2mLをそれぞれ正確に量り，pH6.2のリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)は氷冷して保存する．あらかじめ35℃の水浴中で約5分間加温した塩化リゾチーム用基質試液4mLを正確に量り，これにあらかじめ35℃の水浴中で約3分間加温した試料溶液100μLを正確に加え，35℃で正確に10分間放置した後，1mol/L塩酸試液0.5mLを正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長640nmにおける吸光度A_Tを測定する．別に標準溶液(1)及び標準溶液(2)のそれぞれ100μLにつき，試料溶液と同様に操作し，吸光度A_{S1}及びA_{S2}を測定する．

乾燥物に換算した1mg中のリゾチームの量[mg(力価)]
$= M_S / 2M_T \times \{(A_{S1} - A_T) / (A_{S1} - A_{S2}) + 1\}$

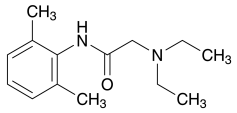
M_S：乾燥物に換算したリゾチーム標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：乾燥物に換算した本品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

リドカイン

Lidocaine



$C_{14}H_{22}N_2O$：234.34

2-Diethylamino-*N*-(2,6-dimethylphenyl)acetamide

[*137-58-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リドカイン($C_{14}H_{22}N_2O$)99.0%以上を含む.

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は，希塩酸に溶ける.

確認試験

（1） 本品0.04gをとり，1mol/L塩酸試液10mLを加えて溶かし，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉 66～69℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを希塩酸2mLに溶かし，水を加えて10mLとするとき，液は無色～淡黄色澄明である.

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.6gに希硝酸6mL及び水を加えて溶かし50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.041%以下).

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.5gに希塩酸5mL及び水を加えて溶かし50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸5mL及び水を加えて50mLとする(0.096%以下).

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（5） 類縁物質 本品0.10gをメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－ブタノン／水／ギ酸混液(5：3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．冷後，これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液1滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝23.43mg $C_{14}H_{22}N_2O$

貯法 容器 気密容器.

リドカイン注射液

Lidocaine Injection

塩酸リドカイン注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する塩酸リドカイン($C_{14}H_{22}N_2O$・HCl：270.80)を含む.

製法 本品は「リドカイン」をとり，対応量の「塩酸」を加え，注射剤の製法により製する.

本品は静脈注射剤として製するときは，保存剤を加えない.

性状 本品は無色澄明の液である.

pH：5.0～7.0

確認試験 本品の表示量に従い塩酸リドカイン($C_{14}H_{22}N_2O$・HCl)0.02gに対応する容量をとり，水酸化ナトリウム試液1mLを加えた後，ヘキサン20mLで抽出する．ヘキサン抽出液10mLをとり，1mol/L塩酸試液20mLを加えて激しく振り混ぜた後，水層につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長261～265nmに吸収の極大を示す.

エンドトキシン〈*4.01*〉 1.0EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉 第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉 試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法 本品の塩酸リドカイン($C_{14}H_{22}N_2O$・HCl)約0.1gに対応する容量を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用リドカインをデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥し，その約85mgを精密に量り，1mol/L塩酸試液0.5mL及び0.001mol/L塩酸試液を加えて溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，更に0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリドカインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

塩酸リドカイン($C_{14}H_{22}N_2O$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.156$

M_S：定量用リドカインの秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.88gをpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(11：9)1000mLに溶かす．

流量：リドカインの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，リドカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

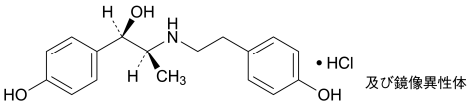
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリドカインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

リトドリン塩酸塩

Ritodrine Hydrochloride

塩酸リトドリン



$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl：323.81

(1*RS*,2*SR*)-1-(4-Hydroxyphenyl)-2-{[2-(4-hydroxyphenyl)ethyl]amino}propan-1-ol monohydrochloride

[*23239-51-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

本品は光により徐々に淡黄色となる．

融点：約196℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品20mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリトドリンのピークに対する相対保持時間約1.2のトレオ体のピーク面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の4／5より大きくなく，試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体以外のピークの面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体以外のピークの合計面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の4倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

流量：リトドリンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリトドリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たリトドリンのピーク面積が，標準溶液のリトドリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgに移動相50mL及び硫酸5.6mLを加え，更に移動相を加えて100mLとする．この液の一部を約85℃で約2時間加熱し，放冷する．この液10mLを正確に量り，2mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，リトドリンのトレオ体の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リトドリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びリトドリン塩酸塩標準品を乾燥し，その約

30mgずつを精密に量り，メタノールに溶かし，それぞれを正確に50mLとする．これらの液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLずつを正確に加え，更に水を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(3→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム　6.6g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.1gを水700mLに溶かした後，メタノール300mLを加える．この液にリン酸を加え，pH3.0に調整する．

流量：リトドリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

リトドリン塩酸塩錠

Ritodrine Hydrochloride Tablets

塩酸リトドリン錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するリトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl：323.81)を含む．

製法　本品は「リトドリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得たろ液10mLをとり，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長272～276nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.01mol/L塩酸試液9mLを加え，完全に崩壊するまで振り混ぜた後，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に10mLとする．孔径0.45μmのメンブランフィルターを用いてろ過し，ろ液3mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液3mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(3→10000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にリトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液80μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリトドリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 18$

M_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のリトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液80μLにつき，上記の条件で

試験をするとき，リトドリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液80μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リトドリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本品20個をとり，0.01mol/L塩酸試液150mLを加えて20分間振り混ぜた後，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとする．ガラスろ過器(G4)でろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液30mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし正確に50mLとする．この液30mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リトドリン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO_3$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

M_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(3→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム6.6g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.1gを水700mLに溶かした後，メタノール300mLを加える．この液にリン酸を加え，pH3.0に調整する．

流量：リトドリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

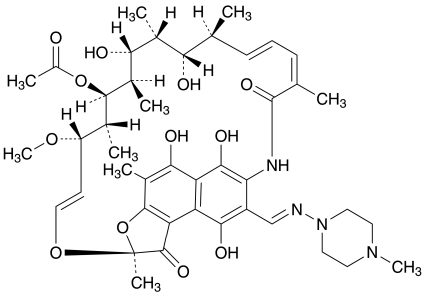
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

リファンピシン

Rifampicin



$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$：822.94

(2*S*,12*Z*,14*E*,16*S*,17*S*,18*R*,19*R*,20*R*,21*S*,22*R*,23*S*,24*E*)-5,6,9,17,19-Pentahydroxy-23-methoxy-2,4,12,16,18,20,22-heptamethyl-8-(4-methylpiperazin-1-yliminomethyl)-1,11-dioxo-1,2-dihydro-2,7-(epoxypentadeca[1,11,13]trienimino)naphtho[2,1-*b*]furan-21-yl acetate

[*13292-46-1*]

本品は，*Streptomyces mediterranei*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり970～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，リファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品はだいだい赤色～赤褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→5000)5mLにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（３）　類縁物質　本操作は，試料溶液及び標準溶液を調製後，速やかに行う．本品0.10gをアセトニトリル50mLに溶かし，原液とする．この液5mLを正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に50mLとし，試料溶

液とする．別に，原液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約0.7のピーク面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のリファンピシン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積より大きくなく，かつそれらのピークの合計面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の3.5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリファンピシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得られたリファンピシンのピーク面積が，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品及びリファンピシン標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に200mLとする．この液10mLずつを正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリファンピシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：クエン酸一水和物4.2g及び過塩素酸ナトリウム1.4gを水／アセトニトリル／pH3.1のリン酸塩緩衝液混液(11：7：2)1000mLに溶かす．

流量：リファンピシンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品のアセトニトリル溶液(1→5000)5mLにパラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→5000)1mLを加えた後，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて50mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

リファンピシンカプセル

Rifampicin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～105.0%に対応するリファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$：822.94)を含む．

製法 本品は「リファンピシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，よく混和し，必要ならば粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」20mg(力価)に対応する量をメタノール100mLに溶かし，ろ過する．ろ液5mLにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長234～238nm，252～256nm，331～335nm及び472～476nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本操作は，試料溶液及び標準溶液を調製後速やかに行う．本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリル／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約20mg(力価)を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，アセトニトリル／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリル／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約0.5のキノン体及び約1.2の*N*－オキシド体の量は，それぞれ4.0%以下及び1.5%以下である．また，上記のピーク以外の各々の類縁物質の量は1.0%以下であり，それらの類縁物質の総量は2.0%以下である．ただし，キノン体及び*N*－オキシドのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.24及び1.16を乗じた値とする．

キノン体の量(mg)$= M_S / M_T \times A_{Ta} / A_S \times 2.48$

N－オキシドの量(mg)＝ $M_S / M_T \times A_{Tb} / A_S \times 2.32$

その他の個々の類縁物質の量(mg)

＝ $M_S / M_T \times A_{Ti} / A_S \times 2$

M_S：リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

A_S：標準溶液のピーク面積

A_{Ta}：キノン体のピーク面積

A_{Tb}：N－オキシドのピーク面積

A_{Ti}：その他の個々の類縁物質のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム2.1g，クエン酸一水和物6.5g及びリン酸二水素カリウム2.3gを水1100mLに溶かし，アセトニトリル900mLを加える．

流量：リファンピシンの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：リファンピシンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリル／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たリファンピシンのピーク面積が標準溶液のリファンピシンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，リファンピシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2500段以上，4.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にリファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)約17μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約17mg(力価)を精密に量り，メタノール5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長334nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

リファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)の表示量に対する溶出率(%)

＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のリファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」約75mg(力価)に対応する量を精密に量り，アセトニトリル／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，クエン酸一水和物2.1g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物27.6g及びリン酸二水素カリウム3.1gを水／アセトニトリル混液(3：1)1000mLに溶かした液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約30mg(力価)を精密に量り，アセトニトリル／メタノール混液(1：1)20mLに溶かし，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クエン酸一水和物2.1g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物27.6g及びリン酸二水素カリウム3.1gを水／アセトニトリル混液(3：1)1000mLに溶かした液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリファンピシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リファンピシン($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)の量[mg(力価)]

＝$M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

M_S：リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

「リファンピシン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：リファンピシン標準品30mg(力価)をアセトニトリル／メタノール混液(1：1)20mLに溶かし，アセトニトリルを加えて100mLとする．この液5mLをとり，パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル／メタノール混液(1：1)溶液(1→5000)2mLを加えた後，クエン酸一水和物2.1g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物27.6g及びリン酸二水素カリウム3.1gを水／アセトニトリル混液(3：1)1000mLに溶かした液を加えて50mLとする．この液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

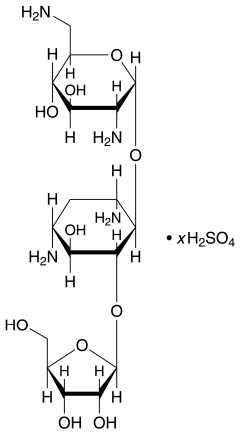
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

リボスタマイシン硫酸塩

Ribostamycin Sulfate

硫酸リボスタマイシン



$C_{17}H_{34}N_4O_{10}$・xH_2SO_4

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*53797-35-6*]

本品は，*Streptomyces ribosidificus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり680～780μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，リボスタマイシン($C_{17}H_{34}N_4O_{10}$：454.47)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品20mgをpH6.0のリン酸塩緩衝液2mLに溶かし，ニンヒドリン試液1mLを加えて煮沸するとき，液は青紫色を呈する．

（２）　本品及びリボスタマイシン硫酸塩標準品0.12gずつを水20mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（３）　本品の水溶液(1→5)2mLに塩化バリウム試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋42～＋49°(乾燥後，0.25g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明～微黄色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（４）　類縁物質　本品0.12gを水に溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．

（iii）　標準溶液　リボスタマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃以下に保存し，20日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

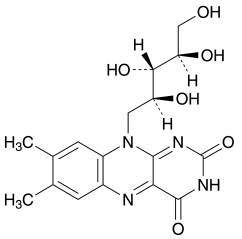
（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

リボフラビン

Riboflavin

ビタミンB_2



$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36

7,8-Dimethyl-10-[(2*S*,3*S*,4*R*)-2,3,4,5-tetrahydroxypentyl]benzo[*g*]pteridine-2,4(3*H*,10*H*)-dione

[*83-88-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)98.0%以上を含む．

性状　本品は黄色～だいだい黄色の結晶で，わずかににおいがある．

本品は水に極めて溶けにくく，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は光によって分解する．

融点：約290℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02gを加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2）　本品の水溶液(1→100000)10mLを共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液1mLを加え，20～40℃で10～30ワットの蛍光灯を20cmの距離から30分間照射した後，酢酸(31)0.5mLを加えて酸性とし，クロロホルム5mLを加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3）　本品のpH7.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリボフラビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－128～－142°　本品を乾燥後，その約0.1gを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液4mLを正確に加えて溶かし，新たに煮沸して冷却した水10mLを加えた後，よく振り混ぜながら無アルデヒドエタノール4mLを正確に加え，更に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に20mLとし，30分以内に層長100mmで測定する．

純度試験　ルミフラビン　本品25mgにエタノール不含クロロホルム10mLを加え，5分間振り混ぜてろ過する．ろ液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：1／60mol/L二クロム酸カリウム液2.0mLに水を加えて1000mLとする．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約15mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に1000mLとし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約15mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長445nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定した後，亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液5mLにつき0.02gの割合で加え，振り混ぜて脱色し，直ちにこれらの液の吸光度A_T'及びA_S'を測定する．

リボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)の量(mg)

$= M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S')$

M_S：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

リボフラビン散

Riboflavin Powder

ビタミンB_2散

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するリボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36)を含む．

製法　本品は「リボフラビン」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「リボフラビン」1mgに対応する量をとり，水100mLを加えて振り混ぜてろ過し，ろ液につき，「リボフラビン」の確認試験(1)及び(2)を準用する．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のリボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)約15mgに対応する量を精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え，時々振り混ぜながら30分間加温して抽出する．冷後，水を加えて正確に1000mLとし，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「リボフラビン」の定量法を準用する．

リボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)の量(mg)

$= M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S')$

M_S：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

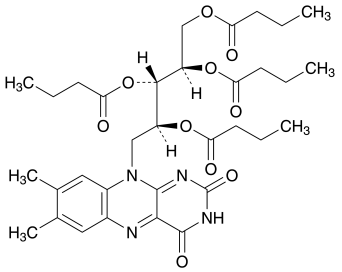
容器　気密容器．

リボフラビン酪酸エステル

Riboflavin Butyrate

ビタミンB_2酪酸エステル

酪酸リボフラビン



$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$：656.72

(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-Dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)pentan-1,2,3,4-tetrayl tetrabutanoate

[*752-56-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リボフラビン酪酸エステル($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)98.5%以上を含む.

性状　本品はだいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品はメタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって分解する.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)は淡黄緑色で，強い帯黄緑色の蛍光を発し，この蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を加えるとき消える.

（2）　本品0.01gをエタノール(95)5mLに溶かし，水酸化ナトリウム溶液(3→20)／塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(3→20)混液(1：1)2mLを加え，よく振り混ぜた後，塩酸0.8mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.5mLを加え，更にエタノール(95)8mLを加えるとき，液は濃赤褐色を呈する.

（3）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　146～150℃

純度試験

（1）　塩化物　本品2.0gをメタノール10mLに溶かし，希硝酸24mL及び水を加えて100mLとする．よく振り混ぜ10分間放置した後，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液25mLをとり，水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は，次の比較液より濃くない.

比較液：試料溶液25mLに硝酸銀試液1mLを加え，10分間放置した後，ろ過する．沈殿を水5mLで4回洗い，洗液はろ液に合わせ，0.01mol/L塩酸0.30mL及び水を加えて50mLとし，更に水1mLを追加して混和する(0.021%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　遊離酸　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，振り混ぜてろ過する．ろ液25mLをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液の色は赤色である.

（4）　類縁物質　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／2－プロパノール混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約40mgを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に500mLとする．この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(2→75)150mLに加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長445nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

リボフラビン酪酸エステル($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2 \times 1.745$

M_S：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

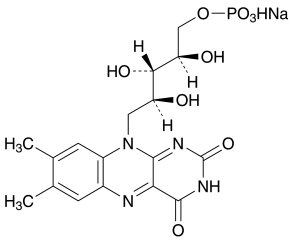
リボフラビンリン酸エステルナトリウム

Riboflavin Sodium Phosphate

ビタミンB_2リン酸エステル

リン酸リボフラビン

リン酸リボフラビンナトリウム



$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$：478.33

Monosodium (2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-trihydroxypentyl monohydrogenphosphate

[*130-40-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リボフラビンリン酸エステルナトリウム($C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$)92.0%以上を含む．

性状　本品は黄色～だいだい黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はやや苦い．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって分解する．

本品は極めて吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02gを加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2）　本品の水溶液(1→100000)10mLを共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液1mLを加え，20～40℃で10～30ワットの蛍光灯を20cmの距離から30分間照射した後，酢酸(31)0.5mLを加えて酸性とし，クロロホルム5mLを加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3）　本品のpH7.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品0.05gに硝酸10mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，更に強熱する．残留物に薄めた硝酸(1→50)10mLを加えて5分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過するとき，液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋38～＋43°(脱水物に換算したもの0.3g，5mol/L塩酸試液，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水10mLに溶かすとき，液は黄色～だいだい黄色澄明である．

（2）　ルミフラビン　本品35mgにエタノール不含クロロホルム10mLを加え，5分間振り混ぜてろ過する．ろ液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：1／60mol/L二クロム酸カリウム液3.0mLに水を加えて1000mLとする．

（3）　遊離リン酸　本品約0.4gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液5mLずつを正確に量り，それぞれを25mLのメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLずつを加えて振り混ぜ，水を加えて25mLとし，20±1℃で30分間放置する．これらの液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長740nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は1.5%以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の含量(%)＝$1 / M \times A_T / A_S \times 258.0$

M：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

水分〈*2.48*〉　水分測定用メタノール／水分測定用エチレングリコール混液(1：1)25mLを乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に本品約0.1gを精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，10分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は10.0%以下である．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約0.1gを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→500)に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→500)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約15mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長445nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定した後，亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液5mLにつき0.02gの割合で加え，振り混ぜて脱色し，直ちにこれらの液の吸光度A_T'及びA_S'を測定する．

リボフラビンリン酸エステルナトリウム($C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$)の量(mg)

$= M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S') \times 5 \times 1.271$

M_S：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液

Riboflavin Sodium Phosphate Injection

ビタミンB_2リン酸エステル注射液

リン酸リボフラビン注射液

リン酸リボフラビンナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～120.0%に対応するリボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36)を含む．

本品の濃度はリボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)の量で表示する．

製法　本品は「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は黄色～だいだい黄色澄明の液である．

pH：5.0～7.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「リボフラビン」1mgに対応する容量をとり，水を加えて100mLとし，この液につき，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験(1)及び(2)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「リボフラビン」0.05gに対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験(4)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　10EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のリボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)約15mgに対応する容量を正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→500)を加えて正確に1000mLとし，試料溶液とする．以下，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の定量法を準用する．

リボフラビン($C_{17}H_{20}N_4O_6$)の量(mg)

$= M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S')$

M_S：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

貯法

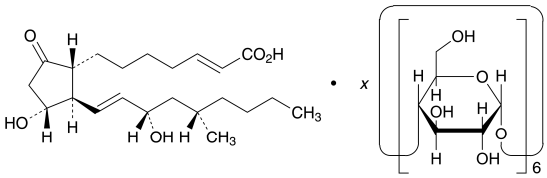
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

リマプロスト　アルファデクス

Limaprost Alfadex

リマプロストアルファデクス



$C_{22}H_{36}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

(2*E*)-7-{(1*R*,2*R*,3*R*)-3-Hydroxy-2-[(1*E*,3*S*,5*S*)-3-hydroxy-5-methylnon-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl}hept-2-enoic acid—α-cyclodextrin

[*100459-01-6*，リマプロスト：アルファデクス＝1：1包接化合物]

本品はリマプロストのα－シクロデキストリン包接化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リマプロスト($C_{22}H_{36}O_5$：380.52)2.8～3.2%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，酢酸エチルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品20mgを水5mLに溶かし，酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液(1)とする．別に本品20mgに酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとり，試料溶液(2)とする．これらの液につき，溶媒を減圧で留去し，残留物に硫酸2mLを加えて5分間振り混ぜるとき，試料溶液(1)から得た液はだいだい黄色を呈するが試料溶液(2)から得た液は呈しない．

（2）　本品20mgを水5mLに溶かし，酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，溶媒を減圧で留去する．残留物をエタノール(95)2mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液5mLを加え，氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール(95)溶液(17→100)5mLを加えた後，氷冷して暗所に20分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品50mgにヨウ素試液1mLを加え，水浴中で加熱して溶かし，放置するとき，暗青色の沈殿を生じる．

（4）　本品の希エタノール溶液(3→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，200～400nmに吸収の極大を認めない．また，この液10mLに水酸化カリウム・エタノール試液1mLを加えて15分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋125～＋135°(脱水物に換算したもの0.1g，希エタノール，20mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　試料溶液は調製後，速やかに試験を行う．

本品0.10gを水2mLに溶かし，エタノール(95)1mLを加え，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)3mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)3μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリマプロストに対する相対保持時間約1.1の17－エピ体及び相対保持時間約2.1の11－デオキシ体のピーク面積は，標準溶液(2)のリマプロストのピーク面積より大きくなく，主ピーク及びこれら以外の個々のピーク面積は標準溶液(2)のリマプロストのピーク面積の1／3より大きくない．また，試料溶液のリマプロスト以外のピークの合計面積は，標準溶液(1)のリマプロストのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリマプロストの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液(1)1mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に10mLとする．この液3μLから得たリマプロストのピーク面積が，標準溶液(1)から得たリマプロストのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液(1)3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リマプロストのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　6.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，水5mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にリマプロスト標準品約3mgを精密に量り，水5mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液3μLにつき，次の試験条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

リマプロスト($C_{22}H_{36}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：リマプロスト標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／液体クロマトグラフィー用2－プロパノール混液(9：5：2)

流量：リマプロストの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リマプロストの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，－10℃以下で保存する．

容器　気密容器．

硫酸亜鉛水和物

Zinc Sulfate Hydrate

硫酸亜鉛

$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.55

本品は定量するとき，硫酸亜鉛水和物($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)99.0～102.0%を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は乾燥空気中で風解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→20)は亜鉛塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.4～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.25gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属　本品1.0gをネスラー管にとり，水10mLに溶かし，シアン化カリウム試液20mLを加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液2滴を加え，5分後に白紙を背景として上方から観察するとき，次の比較液より濃くない．

比較液：鉛標準液1.0mLに水10mL及びシアン化カリウム試液20mLを加えてよく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液2滴を加える(10ppm以下)．

（3）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品2.0gを水150mLに溶かし，硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ，水を加えて正確に200mLとしてよく振り混ぜ，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液100mLを正確に量り，蒸発乾固し，強熱残分試験法〈2.44〉を準用して強熱するとき，残留物は5.0mg以下である．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　35.5～38.5%(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，水に溶かし正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水100mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g).

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝2.876mg $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

貯法　容器　気密容器.

硫酸亜鉛点眼液

Zinc Sulfate Ophthalmic Solution

本品は定量するとき，硫酸亜鉛水和物($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.55)0.27～0.33w/v%を含む.

製法

硫酸亜鉛水和物	3g
ホウ酸	20g
塩化ナトリウム	5g
ウイキョウ油	2mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験

（1）　本品は亜鉛塩の定性反応〈1.09〉を呈する.
（2）　本品はホウ酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する.
（3）　本品は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

定量法　本品25mLを正確に量り，水100mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g).

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝2.876mg $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

貯法　容器　気密容器.

乾燥硫酸アルミニウムカリウム

Dried Aluminum Potassium Sulfate
焼ミョウバン

$AlK(SO_4)_2$：258.21

本品を乾燥したものは定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム[$AlK(SO_4)_2$]98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の塊又は粉末で，においはなく，味はやや甘く，収れん性がある.

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

本品は水に徐々に溶ける.

確認試験　本品の水溶液(1→20)はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉，カリウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(3)及び(4)並びに硫酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(3)を呈する.

純度試験

（1）　水不溶物　本品2.0gに水40mLを加え，しばしば振り混ぜた後，48時間放置し，不溶物をガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，水50mLで洗い，105℃で2時間乾燥するとき，その量は50mg以下である.
（2）　重金属〈1.07〉　本品0.5gを水45mLに溶かし，必要ならばろ過し，これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下).
（3）　鉄〈1.10〉　本品0.54gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(37ppm以下).
（4）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(2g，200℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約1.2gを精密に量り，水80mLを加え，水浴上で時々振り混ぜながら20分間加熱し，冷後，水を加えて正確に100mLとする．必要ならばろ過し，初めのろ液30mLを除き，次のろ液20mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え，pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)55mLを加え，0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する(指示薬：ジチゾン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝12.91mg $AlK(SO_4)_2$

貯法　容器　気密容器.

硫酸アルミニウムカリウム水和物

Aluminum Potassium Sulfate Hydrate
ミョウバン
硫酸アルミニウムカリウム

$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：474.39

本品は定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム水和物[$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]99.5%以上を含む.

性状　本品は無色～白色の結晶又は粉末で，においはなく，味はやや甘く，強い収れん性がある.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品の水溶液(1→20)は酸性である.

確認試験　本品の水溶液(1→10)はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉，カリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(3)及び(4)並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(3)を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.6gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(3.3ppm以下)．

定量法　本品約4.5gを精密に量り，水に溶かし正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え，pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)55mLを加え，0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝23.72mg $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

貯法　容器　気密容器．

硫酸カリウム

Potassium Sulfate

K_2SO_4：174.26

本品を乾燥したものは定量するとき，硫酸カリウム(K_2SO_4)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，わずかに塩味及び苦味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験　本品の水溶液(1→20)はカリウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（4）　ナトリウム　本品1.0gを水20mLに溶かし，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，110℃，4時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，水200mL及び塩酸1.0mLを加えて煮沸し，熱塩化バリウム試液8mLを徐々に加える．この混液を水浴上で1時間加熱した後，沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，乾燥し，徐々に温度を上げ500～600℃で恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム($BaSO_4$：233.39)の量とする．

硫酸カリウム(K_2SO_4)の量(mg)
　＝硫酸バリウム($BaSO_4$)の量(mg)×0.747

貯法　容器　密閉容器．

硫酸鉄水和物

Ferrous Sulfate Hydrate

硫酸鉄

$FeSO_4 \cdot 7H_2O$：278.01

本品は定量するとき，硫酸鉄水和物($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)98.0～104.0%を含む．

性状　本品は淡緑色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は収れん性である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中で風解しやすく，湿った空気中で結晶の表面が黄褐色となる．

確認試験　本品の水溶液(1→10)は第一鉄塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mL及び希硫酸1mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸　本品を粉末とし，その5.0gにエタノール(95)50mLを加え，2分間よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25mLに水50mL，ブロモチモールブルー試液3滴及び希水酸化ナトリウム試液0.5mLを加えるとき，液は青色である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを磁製皿にとり，王水3mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物を6mol/L塩酸試液5mLに溶かし，分液漏斗に移す．磁製皿を6mol/L塩酸試液5mLずつで2回洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，ジエチルエーテル40mLずつで2回，次にジエチルエーテル20mLで振り混ぜた後，静置し，分離したジエチルエーテル層を除く．水層に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.05gを加えて溶かし，水浴上で10分間加熱し，冷後，アンモニア水(28)を滴加して液のpHを3～4に調整した後，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は磁製皿に鉛標準液2.5mLを入れ，王水3mLを加え，以下同様に操作する(25ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

定量法　本品約0.7gを精密に量り，水20mL及び希硫酸20mLに溶かし，リン酸2mLを加え，直ちに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL
＝27.80mg $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

貯法　容器　気密容器.

硫酸バリウム

Barium Sulfate

$BaSO_4$：233.39

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は塩酸，硝酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない.

確認試験

（1）　本品0.5gをるつぼにとり，無水炭酸ナトリウム及び炭酸カリウムそれぞれ2gを加えてよく混ぜ，加熱して融解し，冷後，熱湯を加え，かき混ぜてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性とした液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　(1)の熱湯不溶物を水で洗った後，酢酸(31)2mLに溶かし，必要ならばろ過する．この液はバリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　液性　本品1.0gに水20mLを加え，5分間振り混ぜるとき，液は中性である.

（2）　リン酸塩　本品1.0gに硝酸3mL及び水5mLを加えて5分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，希硝酸で洗ったろ紙でろ過し，ろ液に等容量の七モリブデン酸六アンモニウム試液を加え，50～60℃で1時間放置するとき，黄色の沈殿を生じない.

（3）　硫化物　本品10gを250mLの三角フラスコにとり，希塩酸10mL及び水を加えて100mLとし，10分間煮沸するとき，発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変しない.

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0gに酢酸(100)2.5mL及び水50mLを加え，10分間煮沸し，冷後，アンモニア試液0.5mL及び水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.5mLに酢酸(100)1.25mL，アンモニア試液0.25mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

（6）　塩酸可溶物及び可溶性バリウム塩　(3)の液を冷却し，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを水浴上で蒸発乾固する．これに塩酸2滴及び温湯10mLを加え，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，温湯10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で再び蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は15mg以下である．残留物のある場合は，これに水10mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液に希硫酸0.5mLを加え，30分間放置するとき，液は混濁しない.

貯法　容器　密閉容器.

硫酸マグネシウム水和物

Magnesium Sulfate Hydrate

硫酸マグネシウム

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47

本品を強熱したものは定量するとき，硫酸マグネシウム($MgSO_4$：120.37)99.0%以上を含む.

性状　本品は無色又は白色の結晶で，味は苦く，清涼味及び塩味がある.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験　本品の水溶液(1→40)はマグネシウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～8.2である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（4）　亜鉛　本品2.0gを水20mLに溶かし，酢酸(31)1mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液5滴を加えるとき，液は混濁しない.

（5）　カルシウム　本品1.0gを希塩酸5.0mL及び水に溶かし，100mLとし，試料溶液とする．別に本品1.0gをとり，カルシウム標準液2.0mL，希塩酸5.0mL及び水に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_Tは$A_S - A_T$より小さい(0.02%以下).

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7nm

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

強熱減量〈*2.43*〉　45.0～52.0%(1g，105℃で2時間乾燥後，450℃で3時間強熱).

定量法　本品を105℃で2時間乾燥後，450℃で3時間強熱し，その約0.6gを精密に量り，希塩酸2mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝6.018mg $MgSO_4$

貯法　容器　密閉容器.

硫酸マグネシウム水
Magnesium Sulfate Mixture

本品は定量するとき，硫酸マグネシウム水和物($MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47)13.5～16.5w/v%を含む.

製法

硫酸マグネシウム水和物	150g
苦味チンキ	20mL
希塩酸	5mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，用時製する.

性状　本品は淡黄色澄明の液で，酸味と苦味がある.

確認試験

（1）　本品はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　本品は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

定量法　本品10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g).

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝12.32mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

貯法　容器　気密容器.

硫酸マグネシウム注射液
Magnesium Sulfate Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する硫酸マグネシウム水和物($MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47)を含む.

製法　本品は「硫酸マグネシウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

確認試験　本品の表示量に従い「硫酸マグネシウム水和物」0.5gに対応する容量をとり，水を加えて20mLとした液はマグネシウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　5.5～7.0．ただし，表示濃度が5%を超えるときは，水を用いて5%溶液とし，この液につき，試験を行う.

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.09EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品の硫酸マグネシウム水和物($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)約0.3gに対応する容量を正確に量り，水を加えて75mLとし，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，以下「硫酸マグネシウム水和物」の定量法を準用する.

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝12.32mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

リンゲル液
Ringer's Solution

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，塩素[(Cl：35.45)として]0.53～0.58w/v%及び塩化カルシウム水和物($CaCl_2 \cdot 2H_2O$：147.01)0.030～0.036w/v%を含む.

製法

塩化ナトリウム	8.6g
塩化カリウム	0.3g
塩化カルシウム水和物	0.33g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性状　本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある.

確認試験

（1）　本品10mLを濃縮して5mLとした液は，カリウム塩及びカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　5.0～7.5

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品100mLを水浴上で濃縮して約40mLとし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(0.3ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品20mLをとり，これを検液とし，試験を行う(0.1ppm以下).

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mL未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法

（1）　塩素　本品20mLを正確に量り，水30mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示

薬：フルオレセインナトリウム試液3滴).

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝3.545mg Cl

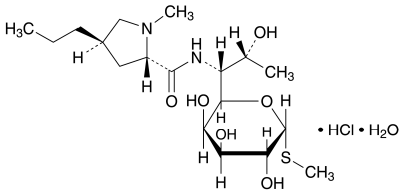
（２）　塩化カルシウム水和物　本品50mLを正確に量り，8mol/L水酸化カリウム試液2mL及びNN指示薬0.05gを加え，直ちに0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
　＝1.470mg $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

リンコマイシン塩酸塩水和物

Lincomycin Hydrochloride Hydrate
塩酸リンコマイシン
リンコマイシン塩酸塩



$C_{18}H_{34}N_2O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$：461.01
Methyl 6,8-dideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-D-*erythro*-α-D-*galacto*-octopyranoside monohydrochloride monohydrate
[*7179-49-9*]

本品は，*Streptomyces lincolnensis* var. *lincolnensis*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり825μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，リンコマイシン($C_{18}H_{34}N_2O_6S$：406.54)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（１）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋135～＋150°(0.5g，水，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水1mLに溶かした液のpHは3.0～5.5である．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(5ppm以下).

（３）　リンコマイシンB　定量法の試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，リンコマイシンのピーク面積及びリンコマイシンに対する相対保持時間が約0.5のリンコマイシンBのピーク面積を自動積分法により測定するとき，リンコマイシンBのピーク面積は，リンコマイシン及びリンコマイシンBの合計面積の5.0%以下である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たリンコマイシンのピーク面積が試料溶液のリンコマイシンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

水分〈*2.48*〉　3.0～6.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びリンコマイシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリンコマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

リンコマイシン($C_{18}H_{34}N_2O_6S$)の量[μg(力価)]
　$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：46℃付近の一定温度

移動相：リン酸13.5mLに水1000mLを加え，アンモニア試液を加えてpH6.0に調整する．この液780mLにアセトニトリル150mL及びメタノール150mLを加える．

流量：リンコマイシンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，リンコマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.3以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，リンコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

リンコマイシン塩酸塩注射液

Lincomycin Hydrochloride Injection

塩酸リンコマイシン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するリンコマイシン($C_{18}H_{34}N_2O_6S$：406.54)を含む．

製法　本品は「リンコマイシン塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「リンコマイシン塩酸塩水和物」30mg(力価)に対応する容量をとり，水30mLを加えて試料溶液とする．別にリンコマイシン塩酸塩標準品10mg(力価)を水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム150gを水800mLに溶かし，アンモニア水(28)を加えてpH9.6に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液80mLに2－プロパノール40mL及び酢酸エチル90mLを加えて振り混ぜ，上層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに過マンガン酸カリウム溶液(1→1000)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ〈*2.54*〉　3.5～5.5

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mg(力価)未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品の「リンコマイシン塩酸塩水和物」約0.3g(力価)に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に30mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にリンコマイシン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に20mLとし，標準溶液とする．以下「リンコマイシン塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

リンコマイシン($C_{18}H_{34}N_2O_6S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 15$

M_S：リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．

無水リン酸水素カルシウム

Anhydrous Dibasic Calcium Phosphate

無水第二リン酸カルシウム

$CaHPO_4$：136.06

[*7757-93-9*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，リン酸水素カルシウム($CaHPO_4$)98.0～103.0%を含む．

◆**性状**　本品は白色の結晶性の粉末又は粒である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．◆

確認試験

（１）　本品0.1gに2mol/L塩酸試液10mLを加え，加温して溶かし，アンモニア試液2.5mLを振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（２）　本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし，70℃で1～2分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（１）　酸不溶物　本品5.0gに水40mL及び塩酸10mLを加え，5分間穏やかに煮沸し，冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取する．洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに600±50℃で強熱して灰化するとき，その量は10mg以下である(0.2%以下)．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.20gを水20mL及び希硝酸13mLに溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．この液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.248%以下)．

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gを水5mL及び希塩酸5mLに溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．ろ液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．この液を検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.48%以下)．

（４）　炭酸塩　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水5mLを加えて振り混ぜ，直ちに塩酸2mLを加えるとき，液は泡立たない．

◆（５）　重金属〈*1.07*〉　本品0.65gに水5mL及び希塩酸5mLを加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水を加えて50mLとする(31ppm以下)．◆

（６）　バリウム　本品0.5gに水10mLを加えて煮沸し，かき混ぜながら塩酸1mLを滴加して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，硫酸カリウム試液2mLを加え，10分間放置すると

き，液は混濁しない．

◆（7） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．◆

強熱減量〈2.43〉 6.6～8.5%(1g，800～825℃，恒量)．

定量法 本品約0.4gを精密に量り，希塩酸12mLに溶かし，水を加えて正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，これに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L硫酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬25mg)．同様の方法で空試験を行う．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝2.721mg $CaHPO_4$

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

リン酸水素カルシウム水和物

Dibasic Calcium Phosphate Hydrate
第二リン酸カルシウム
リン酸水素カルシウム

$CaHPO_4 \cdot 2H_2O$：172.09
[*7789-77-7*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，リン酸水素カルシウム水和物($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$)98.0～105.0%を含む．

◆**性状** 本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．
本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．◆

確認試験

（1） 本品0.1gに2mol/L塩酸試液10mLを加え，加温して溶かし，アンモニア試液2.5mLを振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし，70℃で1～2分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品5.0gに水40mL及び塩酸10mLを加え，5分間穏やかに煮沸し，冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取する．洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに600±50℃で強熱して灰化するとき，その量は10mg以下である(0.2%以下)．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品0.20gを水20mL及び希硝酸13mLに溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．この液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.248%以下)．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品0.5gを水5mL及び希塩酸5mLに溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．ろ液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．この液を検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.48%以下)．

（4） 炭酸塩 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水5mLを加えて振り混ぜ，直ちに塩酸2mLを加えるとき，液は泡立たない．

◆（5） 重金属〈1.07〉 本品0.65gに水5mL及び希塩酸5mLを加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水を加えて50mLとする(31ppm以下)．◆

（6） バリウム 本品0.5gに水10mLを加えて煮沸し，かき混ぜながら塩酸1mLを滴加して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，硫酸カリウム試液2mLを加え，10分間放置するとき，液は混濁しない．

◆（7） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．◆

強熱減量〈2.43〉 24.5～26.5%(1g，800～825℃，恒量)．

定量法 本品約0.4gを精密に量り，希塩酸12mLに溶かし，水を加えて正確に200mLとする．この液20mLを正確に量り，これに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L硫酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬25mg)．同様の方法で空試験を行う．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝3.442mg $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

リン酸水素ナトリウム水和物

Dibasic Sodium Phosphate Hydrate
リン酸水素ナトリウム
リン酸ナトリウム

$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$：358.14

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，リン酸水素ナトリウム(Na_2HPO_4：141.96)98.0%以上を含む．

性状 本品は無色又は白色の結晶で，においはない．
本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験

（１）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

（２）　本品の水溶液(1→10)はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(3)を呈する．

（３）　本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし，70℃で1～2分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを希硝酸7mL及び水に溶かし，50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下).

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gを希塩酸2mL及び水に溶かし，50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下).

（４）　炭酸塩　本品2.0gに水5mLを加え煮沸し，冷後，塩酸2mLを加えるとき，液は泡立たない．

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを酢酸(31)4mL及び水に溶かし，50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下).

（６）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　57.0～61.0%(1g，40℃で3時間，次に105℃で5時間乾燥する．ただし，試料の厚みは2mm未満).

定量法　本品約6gを精密に量り，水50mLに溶かし，15℃に保ち，0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルオレンジ・キシレンシアノールFF試液3～4滴)．ただし，滴定の終点は液の色が緑色から暗い緑みの赤紫色に変わるときとする．

0.5mol/L硫酸1mL＝142.0mg Na_2HPO_4

貯法　容器　気密容器.

リン酸二水素カルシウム水和物

Monobasic Calcium Phosphate Hydrate
第一リン酸カルシウム
リン酸二水素カルシウム

$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$：252.07

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸二水素カルシウム水和物[$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$]90.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

本品はやや潮解性である．

確認試験

（１）　本品0.1gに薄めた塩酸(1→6)10mLを加え，加温して溶かし，アンモニア試液2.5mLを振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（２）　本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし，70℃で1～2分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gに水19mL及び薄めた塩酸(3→4)2mLを加え，水浴中で時々振り混ぜ5分間加熱するとき，液は無色澄明である．

（２）　リン酸水素塩及び酸　本品1.0gに水3mLを加えてすり混ぜ，更に水100mLを加え，メチルオレンジ試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈する．更に1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加えるとき，液は黄色に変わる．

（３）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを水20mL及び希硝酸12mLに溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．この液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.018%以下).

（４）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gを水20mL及び塩酸1mLに溶かし，水を加えて100mLとし，必要ならばろ過する．この液50mLを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下).

（５）　重金属〈*1.07*〉　本品0.65gに水5mL及び希塩酸5mLを加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水を加えて50mLとする(31ppm以下).

（６）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，シリカゲル，24時間).

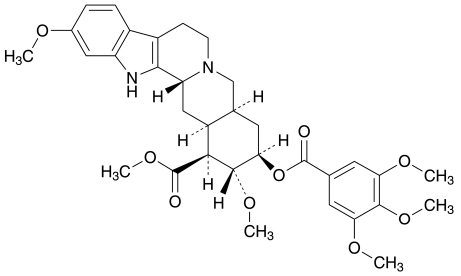
定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，希塩酸3mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，これに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬25mg)．同様の方法で空試験を行う．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝5.041mg $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$

貯法　容器　気密容器.

レセルピン

Reserpine



$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68

Methyl (3*S*,16*S*,17*R*,18*R*,20*R*)-11,17-dimethoxy-18-(3,4,5-trimethoxybenzoyloxy)yohimban-16-carboxylate

[*50-55-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)96.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品1mgにバニリン・塩酸試液1mLを加えて加温するとき，液はあざやかな赤紫色を呈する．

（2）　本品のアセトニトリル溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレセルピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したレセルピン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－114～－127°(乾燥後，0.25g，クロロホルム，25mL，100mm)．

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品50mgをアセトニトリル50mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のレセルピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のレセルピンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(13：7)

流量：レセルピンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：レセルピンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たレセルピンのピーク面積が，標準溶液のレセルピンのピーク面積の3～5%になることを確認する．

システムの性能：本品0.01g及びパラオキシ安息香酸ブチル4mgをアセトニトリル100mLに溶かす．この液5mLにアセトニトリルを加えて50mLとする．この液20μLにつき，定量法の試験条件で操作するとき，レセルピン，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レセルピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.2g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.2g)．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びレセルピン標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え，次いでアセトニトリル5mLを加えた後，水を加えて50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：レセルピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(11：9)

流量：レセルピンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，レセルピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

レセルピン散0.1%

0.1% Reserpine Powder

レセルピン散

本品は定量するとき，レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68)0.09～0.11%を含む.

製法

レセルピン	1g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する.

確認試験　本品0.4gをとり，アセトニトリル20mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，この上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長265～269nm及び294～298nmに吸収の極大を示す.

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)約0.5mgに対応する量を精密に量り，水12mLを加えて分散し，内標準溶液10mLを正確に加え，次にアセトニトリル10mLを加え，50℃で15分間加温して溶かした後，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にレセルピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，次にアセトニトリル5mLを加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する.

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/20$

M_S：レセルピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→50000)

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

レセルピン錠

Reserpine Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68)を含む.

製法　本品は「レセルピン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「レセルピン」0.4mgに対応する量をとり，アセトニトリル20mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，この上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長265～269nm及び294～298nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，水2mLを加え，振り混ぜながら50℃で15分間加温して崩壊させる．冷後，本品のレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)0.1mg当たり内標準溶液2mLを正確に加え，次いでアセトニトリル2mLを加え，50℃で15分間振り混ぜながら加温し，冷後，水を加えて10mLとする．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，次にアセトニトリル5mLを加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する.

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times C / 10$

M_S：レセルピン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の表示量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→50000)

溶出性〈6.10〉　試験液にポリソルベート80 1gを薄めた希酢酸(1→200)に溶かし20Lとした液500mLを用い，パドル法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，表示量の100倍量を精密に量り，クロロホルム1mL及びエタノール(95)80mLに溶かし，試験液を加えて正確に200mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，褐色の共栓試験管T及びSに入れ，エタノール(99.5)5mLずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，薄めた酸化バナジウム(V)試液(1→2)1mLずつを正確に加え，激しく振り混ぜ，30分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起波長400nm，蛍光波長500nmにおける蛍光の強さF_T及びF_Sを測定する.

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times F_T / F_S \times 1 / C$

M_S：レセルピン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の表示量(mg)

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)約0.5mgに対応する量を精密に量り，水3mLを加え，50℃で15分間振り混ぜながら加温する．冷後，内標準溶液10mLを正確に加え，次いでアセトニトリル10mLを加え，更に50℃で15分間振り混ぜながら加温する．冷後，水を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を60℃で3

時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，次にアセトニトリル5mLを加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/20$

M_S：レセルピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→50000)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

レセルピン注射液

Reserpine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68)を含む．

製法　本品は「レセルピン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：2.5～4.0

確認試験　本品の表示量に従い「レセルピン」1.5mgに対応する容量をとり，ジエチルエーテル10mLを加え，10分間振り混ぜた後，水層をとる．必要ならば更にジエチルエーテル10mLを加え，10分間振り混ぜる操作を繰り返す．水層に水を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長265～269nmに吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)約4mgに対応する容量を正確に量り，別にレセルピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約4mgを精密に量り，それぞれを分液漏斗に入れ，水10mL及びアンモニア試液5mLを加え，クロロホルム20mLで1回，次に10mLずつで3回，それぞれ激しく振り混ぜて抽出し，全抽出液を合わせる．このクロロホルム抽出液を薄めた塩酸(1→1000)50mLずつで2回洗い，洗液を合わせる．次に炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)50mLずつで2回洗い，洗液を合わせる．それぞれ合わせた洗液はクロロホルム10mLずつで2回抽出し，各クロロホルム抽出液は初めのクロロホルム抽出液に合わせ，クロロホルムで潤した少量の脱脂綿を用いて100mLのメスフラスコ中にろ過し，クロロホルム少量で洗い，クロロホルムを加えて100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長295nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：レセルピン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

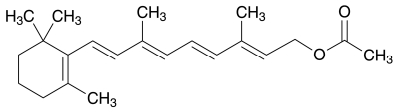
容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

レチノール酢酸エステル

Retinol Acetate

酢酸レチノール

ビタミンA酢酸エステル



$C_{22}H_{32}O_2$：328.49

(2*E*,4*E*,6*E*,8*E*)-3,7-Dimethyl-9-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)nona-2,4,6,8-tetraen-1-yl acetate

[*127-47-9*]

本品は合成レチノール酢酸エステル又は合成レチノール酢酸エステルに植物油を加えたものである．

本品は1gにつきビタミンA 250万単位以上を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

本品は定量するとき，表示単位の95.0～105.0%を含む．

性状　本品は微黄色～黄赤色の結晶又は軟膏様物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品は石油エーテルに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品及びレチノール酢酸エステル標準品15000単位ずつに対応する量を量り，それぞれを石油エーテル5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／ジエチルエーテル混液(12：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　酸価〈*1.13*〉　2.0以下．ただし，本品5.0gを正確に量り，試験を行う．

（2）　過酸化物　本品約5gを精密に量り，250mLの共栓付三角フラスコ中で酢酸(100)／イソオクタン混液(3：2)50mLを加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に窒素約600mLを穏やかに通気し，フラスコ内の空気を置換する．更に窒素を通気しながら，飽和ヨウ化カリウム試液0.1mLを加え，直ちに密栓し，1分間連続して円を描くように振り混ぜる．水30mLを加えて密栓した後，5～10秒間激しく振り混ぜる．

この液につき，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで微黄色になったとき，デンプン試液0.5mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，10mEq/kg以下である．

過酸化物の量(mEq/kg)＝V／M × 10

V：0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)
M：本品の秤取量(g)

定量法　ビタミンA定量法〈*2.55*〉の第1法－1により試験を行う．

貯法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

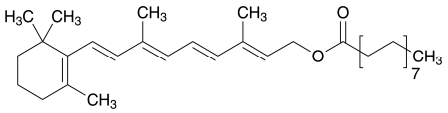
容器　気密容器．

レチノールパルミチン酸エステル

Retinol Palmitate

パルミチン酸レチノール

ビタミンAパルミチン酸エステル



$C_{36}H_{60}O_2$：524.86

(2*E*,4*E*,6*E*,8*E*)-3,7-Dimethyl-9-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)nona-2,4,6,8-tetraen-1-yl palmitate

[*79-81-2*]

本品は合成レチノールパルミチン酸エステル又は合成レチノールパルミチン酸エステルに植物油を加えたもので，1gにつきビタミンA 150万単位以上を含む．本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

本品は定量するとき，表示単位の95.0～105.0%を含む．

性状　本品は淡黄色～黄赤色の固体油脂状又は油状の物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品は石油エーテルに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ15000単位に相当する量をとり，それぞれを石油エーテル5mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／ジエチルエーテル混液(12：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　酸価〈*1.13*〉　2.0以下．ただし，本品5.0gを正確に量り，試験を行う．

（2）　過酸化物　本品約5gを精密に量り，250mLの共栓付三角フラスコ中で酢酸(100)／イソオクタン混液(3：2)50mLを加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に窒素約600mLを穏やかに通気し，フラスコ内の空気を置換する．更に窒素を通気しながら，飽和ヨウ化カリウム試液0.1mLを加え，直ちに密栓し，1分間連続して円を描くように振り混ぜる．水30mLを加えて密栓した後，5～10秒間激しく振り混ぜる．この液につき，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで微黄色になったとき，デンプン試液0.5mLを加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，10mEq/kg以下である．

過酸化物の量(mEq/kg)＝V／M × 10

V：0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)
M：本品の秤取量(g)

定量法　ビタミンA定量法〈*2.55*〉の第1法－1により試験を行う．

貯法

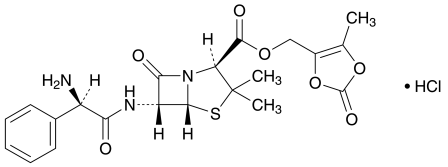
保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容器　気密容器．

レナンピシリン塩酸塩

Lenampicillin Hydrochloride

塩酸レナンピシリン



$C_{21}H_{23}N_3O_7S$・HCl：497.95

5-Methyl-2-oxo[1,3]dioxol-4-ylmethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*80734-02-7*]

本品はアンピシリンのメチルオキソジオキソレニルメチルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物1mg当たり653～709μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレナンピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液(1→100)1mLに希硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋174～＋194°(脱水及び脱残留溶媒物に換算したもの0.2g，エタノール(95)，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　遊離アンピシリン　本品約0.1gを精密に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，試料溶液調製後直ちに，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対するアンピシリンのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．次式によりアンピシリンの量を求めるとき，1.0%以下である．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量(%)

$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：アンピシリン標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　無水カフェインの移動相溶液(1→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.22gをとり，水に溶かして900mLとし，これにアセトニトリル100mLを加える．

流量：アンピシリンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するアンピシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は5%以下である．

（4）　ペニシロ酸　本品約0.1gを精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLを正確に量り，pH4.6のフタル酸水素カリウム緩衝液10mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，遮光して正確に15分間放置した後，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸($C_{16}H_{21}N_3O_5S$：367.42)の量は3.0%以下である．

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL

＝0.45mg $C_{16}H_{21}N_3O_5S$

（5）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.25gを精密に量り，内標準溶液1mLを正確に加えて溶かし，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて5mLとし，試料溶液とする．別に2－プロパノール約80mg及び酢酸エチル約0.12gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液1mL及び3mLを正確に量り，それぞれに内標準溶液1mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて5mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)4μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク高さに対する2－プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比Q_{Ta}及びQ_{Tb}，標準溶液(1)の内標準物質のピーク高さに対する2－プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比Q_{Sa1}及びQ_{Sb1}並びに標準溶液(2)の内標準物質のピーク高さに対する2－プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比Q_{Sa2}及びQ_{Sb2}を求める．次式により2－プロパノールの量及び酢酸エチルの量を求めるとき，それぞれ0.7%以下及び1.7%以下である．

2－プロパノールの量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times (2Q_{Ta} - 3Q_{Sa1} + Q_{Sa2}) / (Q_{Sa2} - Q_{Sa1})$

酢酸エチルの量(%)

$= M_{Sb} / M_T \times (2Q_{Tb} - 3Q_{Sb1} + Q_{Sb2}) / (Q_{Sb2} - Q_{Sb1})$

M_{Sa}：2－プロパノールの秤取量(g)

M_{Sb}：酢酸エチルの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　シクロヘキサンの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→1000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3mの管にガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミンを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10～15%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：80℃付近の一定温度

注入口温度：160℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約1分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液(2)4μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，酢酸エチル，2－プロパノールの順に流出し，内標準物質と酢酸エチルの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液(2)4μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する酢酸エチルのピーク高さの比の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1g).

定量法　本品及びレナンピシリン塩酸塩標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：レナンピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アミノ安息香酸エチルの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム9.53gを水に溶かして正確に700mLとした液に，アセトニトリルを加えて正確に1000mLとする．

流量：レナンピシリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

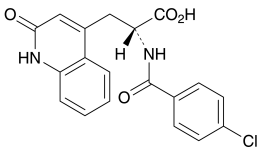
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，レナンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

レバミピド

Rebamipide



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{15}ClN_2O_4$：370.79

(2*RS*)-2-(4-Chlorobenzoylamino)-3-(2-oxo-1,2-dihydroquinolin-4-yl)propanoic acid

[*90098-04-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末であり，味は苦い．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約291℃(分解).

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(7→1000000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品0.5gを*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに*N,N*－ジメチルホルムアミド40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.028%以下).

（2）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　レバミピド*m*－クロロ異性体　本品40mgを水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)に溶かして100mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)を加えて正確に20mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のレバミピドに対する相対保持時間約0.95のレバミピド*m*－クロロ異性体のピーク面積は標準溶液のレバミピドのピーク面積の3／8より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH6.2のリン酸塩緩衝液300mLに水750mLを加える．この液830mLにアセトニトリル170mLを加える．

流量：レバミピドの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)を加えて正確に25mLとする．この液10μLから得たレバミピドのピーク面積が標準溶液のレバミピドのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液1mLをとり，水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)を加えて100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，レバミピドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ11000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レバミピドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　類縁物質　(3)の試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のレバミピドに対する相対保持時間約0.5のレバミピド*o*－クロロ異性体及び相対保持時間約0.7のレバミピド脱ベンゾイル体のピーク面積は，標準溶液のレバミピドのピーク面積の3／8より大きくなく，試料溶液のレバミピド及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のレバミピドのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のレバミピド以外のピークの合計面積は，標準溶液のレバミピドのピーク面積より大きくない．ただし，レバミピド*o*－クロロ異性体のピーク面積は，感度係数1.4を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－デカンスルホン酸ナトリウム2.44gを水1000mLに溶かした液にメタノール1000mL及びリン酸10mLを加える．

流量：レバミピドの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からレバミピドの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たレバミピドのピーク面積が標準溶液のレバミピドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：4－クロロ安息香酸20mgをメタノールに溶かして50mLとする．この液及び試料溶液5mLずつをとり，水／pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(7：7：6)を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，レバミピド，4－クロロ安息香酸の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レバミピドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　3.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド60mLに溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールレッド試液2滴)．ただし，終点は液の微黄色が無色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム液1mL＝37.08mg $C_{19}H_{15}ClN_2O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

レバミピド錠

Rebamipide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するレバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$：370.79)を含む．

製法　本品は「レバミピド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「レバミピド」30mgに対応する量をとり，メタノール／アンモニア水(28)混液(9：1)5mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用レバミピド30mgをメタノール／アンモニア水(28)混液(9：1)5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／ギ酸混液(75：25：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水10mLを加えて10分間よく振り混ぜた後，内標準溶液10mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLを加えて5分間よく振り混ぜた後，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．この液を遠心分離し，レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)3mgに対応する上澄液V mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加え，水を加えて50mLとする．この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用レバミピドを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．この液1.5mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3/2V$

M_S：定量用レバミピドの秤取量(mg)

内標準溶液　アセトアニリドの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→150)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に薄めたpH6.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1→4)900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にレバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)約22μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用レバミピドを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加え，正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照液として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長326nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V'/V \times 1/C \times 36$

M_S：定量用レバミピドの秤取量(mg)
C：1錠中のレバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品10個をとり，内標準溶液$V/5$ mLを正確に加え，更に*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLを加え，超音波処理により崩壊させる．この液を5分間振り混ぜた後，1mL中にレバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)約10mgを含む液となるように*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えてV mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液5mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする．更にこの液2mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加え，水を加えて50mLとする．必要ならば孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別に定量用レバミピドを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，内標準溶液2mLを正確に加えて，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて100mLとする．この液2mLをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレバミピドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

レバミピド($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V/100$

M_S：定量用レバミピドの秤取量(mg)

内標準溶液　アセトアニリドの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→20)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH6.2のリン酸塩緩衝液300mLに水750mLを加えた液830mLをとり，アセトニトリル170mLを加える．

流量：レバミピドの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，レバミピドの順に溶出し，その分離度は8以上である．

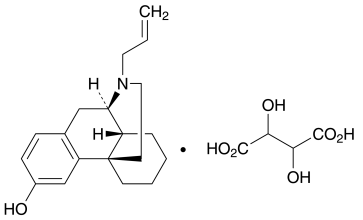
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレバミピドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

レバロルファン酒石酸塩

Levallorphan Tartrate

酒石酸レバロルファン



$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$：433.49

17-Allylmorphinan-3-ol monotartrate

[*71-82-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レバロルファン酒石酸塩($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→30)は酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－37.0～－39.2°(乾燥後，0.2g，水，10mL，100mm).

ｐＨ〈2.54〉　本品0.2gを水20mLに溶かした液のpHは3.3～3.8である.

融点〈2.60〉　174～178℃

純度試験

（１）　溶状　本品0.2gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（２）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（３）　類縁物質　本品0.20gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／アンモニア試液混液(200：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，4時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝43.35mg $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$

貯法　容器　密閉容器.

レバロルファン酒石酸塩注射液

Levallorphan Tartrate Injection

酒石酸レバロルファン注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するレバロルファン酒石酸塩($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$：433.49)を含む.

製法　本品は「レバロルファン酒石酸塩」をとり，注射剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

pH：3.0～4.5

確認試験　本品の表示量に従い「レバロルファン酒石酸塩」3mgに対応する容量を正確に量り，水5mL及び希塩酸2滴を加え，ジエチルエーテル15mLずつで5回激しく振り混ぜて洗う．水層をとり，水浴上で加温して残存するジエチルエーテルを蒸発し，冷後，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～281nmに吸収の極大を示す.

エンドトキシン〈4.01〉　150EU/mg未満.

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する.

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定量法　本品のレバロルファン酒石酸塩($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$)約2mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用酒石酸レバロルファンを80℃で4時間減圧乾燥(酸化リン(V))し，その約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

レバロルファン酒石酸塩($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/50$

M_S：定量用酒石酸レバロルファンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチル0.04gをエタノール(95)10mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液10mLに水を加えて100mLとする.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を滴加してpH3.0に調整する．この液300mLにアセトニトリル200mLを加える.

流量：レバロルファンの保持時間が約12分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，レバロルファンの順に溶出し，その分離度は5以上である.

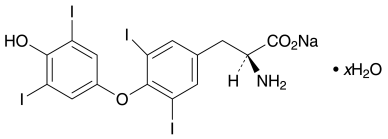
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　密封容器.

レボチロキシンナトリウム水和物

Levothyroxine Sodium Hydrate

レボチロキシンナトリウム



$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3,5-diiodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate hydrate

[*25416-65-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，レボチロキシンナトリウム($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$：798.85)97.0%以上を含む．

性状　本品は微黄白色～淡黄褐色の粉末で，においはない．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.1gを直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2）　本品0.5mgに水／エタノール(95)／塩酸／水酸化ナトリウム試液混液(6：5：2：2)8mLを加え，水浴中で2分間加温した後，冷却し，亜硝酸ナトリウム試液0.1mLを加え，暗所に20分間放置する．この液にアンモニア水(28)1.5mLを加えるとき，液は帯黄赤色を呈する．

（3）　本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を硫酸で湿らせ灰化して得られる残留物は，ナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－5～－6°(乾燥物に換算したもの0.3g，エタノール(95)／水酸化ナトリウム試液混液(2：1)，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.3gをエタノール(95)／水酸化ナトリウム試液混液(2：1)10mLに加温して溶かすとき，液は微黄色～微黄褐色澄明である．

（2）　可溶性ハロゲン化物　本品0.01gに水10mL及び希硝酸1滴を加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水を加えて10mLとし，硝酸銀試液3滴を加え，混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.20mLに水10mL及び希硝酸1滴を加え，以下同様に操作する．

（3）　類縁物質　本品20mgをエタノール(95)／アンモニア水(28)混液(14：1)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(14：1)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に*t*－ブチルアルコール／*t*－アミルアルコール／水／アンモニア水(28)／2－ブタノン混液(59：32：17：15：7)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン0.3gを1－ブタノール／酢酸(100)混液(97：3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し，100℃で3分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外の赤紫色のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　7～11%(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

定量法　本品約25mgを精密に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→100)10mL及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液(1→100)1mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置のAの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，水40mLでC，B及びAの内壁を洗い込む．この液に臭素・酢酸試液1mLを加え，栓Cを施し，1分間激しく振り混ぜる．水40mLでC，B及びAの内壁を洗い込み，ギ酸0.5mLを加え再び栓Cを施し，1分間激しく振り混ぜ，水40mLでC，B及びAの内壁を洗い込む．Aに窒素を十分に吹き込み，酸素と過量の臭素を追いだし，ヨウ化カリウム0.5gを加えて溶かし，直ちに希硫酸3mLを加えて振り混ぜ，2分間放置した後，0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL
　＝0.6657mg $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

レボチロキシンナトリウム錠

Levothyroxine Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するレボチロキシンナトリウム($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$：798.85)を含む．

製法　本品は「レボチロキシンナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」0.5mgに対応する量をとり，水／エタノール(95)／塩酸／水酸化ナトリウム試液混液(6：5：2：2)8mLを加え，水浴中で2分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液に亜硝酸ナトリウム試液0.1mLを加え，暗所に20分間放置する．この液にアンモニア水(28)1.5mLを加えるとき，液は帯黄赤色を呈する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」1mgに対応する量をとり，エタノール(95)10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム

0.01gをエタノール(95)100mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に*t*－ブチルアルコール／*t*－アミルアルコール／水／アンモニア水(28)／2－ブタノン混液(59：32：17：15：7)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン0.3gを1－ブタノール／酢酸(100)混液(97：3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し，100℃で3分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

純度試験　可溶性ハロゲン化物　本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」2.5mgに対応する量をとり，水25mLを加えて40℃に加温した後，5分間振り混ぜ，希硝酸3滴を加え，ろ過する．ろ液に硝酸銀試液3滴を加え，混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.25mLに水25mL及び希硝酸3滴を加え，以下同様に操作する．

製剤均一性　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を共栓遠心沈殿管にとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加え，50℃で15分間加温した後，20分間激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加え，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレボチロキシンのピーク面積の比を求める．試料10個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差(%)が15%以内のときは適合とする．また，偏差(%)が15%を超え，25%以内のものが1個のときは，新たに試料20個をとって試験を行う．2回の試験の合計30個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差(%)を計算するとき，15%を超え，25%以内のものが1個以下で，かつ25%を超えるものがないときは適合とする．

内標準溶液　エチニルエストラジオールのアセトニトリル／薄めたリン酸(1→10)混液(9：1)溶液(3→40000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220～230nmの一定波長)

カラム：内径4～6mm，長さ10～25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水／リン酸混液(1340：660：1)

流量：レボチロキシンの保持時間が約9分になるように調整する．

カラムの選定：レボチロキシンナトリウムの0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→200000)5mLに内標準溶液1mLを加える．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，レボチロキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．レボチロキシンナトリウム($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$)約3mgに対応する量を精密に量り，るつぼに入れ，秤取量の2倍量の炭酸カリウムを加えてよく混ぜる．ただし，秤取量が4g以下の場合は炭酸カリウム8gを加えてよく混ぜる．次にるつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし，その上部に更に炭酸カリウム10gを加え，再びたたいて密にする．これを675～700℃で25分間強熱し，冷後，水30mLを加え，穏やかに煮沸した後，フラスコにろ過する．残留物に水30mLを加えて煮沸し，前のフラスコにろ過し，次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が300mLとなるまで熱湯で洗い込む．この液に新たに製した臭素試液7mL及び薄めたリン酸(1→2)を炭酸カリウム1gにつき3.5mLの割合で徐々に加えた後，発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し，フラスコの内壁を水で洗い，更に5分間煮沸を続ける．煮沸時には，しばしば水を補い，液量が少なくとも250mLに保つようにする．冷後，フェノール溶液(1→20)5mLを加え，再びフラスコの内壁を水で洗い込み，5分間放置した後，これに薄めたリン酸(1→2)2mL及びヨウ化カリウム試液5mLを加え，直ちに遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL
＝0.3329mg $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

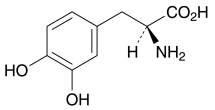
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

レボドパ

Levodopa



$C_9H_{11}NO_4$：197.19

3-Hydroxy-L-tyrosine

[*59-92-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品の飽和水溶液のpHは5.0～6.5である．

融点：約275℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴中で3分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→5000)2mLに4－アミノアンチピリ

ン試液10mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈する．

（３）　本品3mgを0.001mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(280nm)：136～146(乾燥後，30mg，0.001mol/L塩酸試液，1000mL).

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－11.5～－13.0°(乾燥後，2.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm).

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸6mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（３）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gを希塩酸1mL及び水30mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.25mLを加える(0.030%以下).

（４）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（５）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下).

（６）　類縁物質　本品0.10gを二亜硫酸ナトリウム試液10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)／メタノール混液(10：5：5：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，90℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)80mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴).ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.72mg $C_9H_{11}NO_4$

貯法

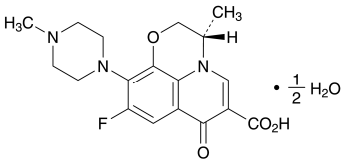
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

レボフロキサシン水和物

Levofloxacin Hydrate

レボフロキサシン



$C_{18}H_{20}FN_3O_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$：370.38

(3*S*)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-1-yl)-7-oxo-2,3-dihydro-7*H*-pyrido[1,2,3-*de*][1,4]benzoxazine-6-carboxylic acid hemihydrate

[*138199-71-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，レボフロキサシン($C_{18}H_{20}FN_3O_4$：361.37)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は淡黄白色～黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に暗淡黄白色になる．

融点：約226℃(分解).

確認試験

（１）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→150000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－92～－99°(脱水物に換算したもの0.1g，メタノール，10mL，100mm).

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（２）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50mgを水／メタノール混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のレボフロキサシンに対する相対保持時間約1.2のピークの面積は，標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の2／5より大きくなく，試料溶液のレボフロキサシン及びレボフロキサシンに対する相対保持時間約1.2のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の1／5より大きくない．また，

試料溶液のレボフロキサシン及びレボフロキサシンに対する相対保持時間約1.2のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の3／10より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：L－バリン1.76g，酢酸アンモニウム7.71g及び硫酸銅(Ⅱ)五水和物1.25gを水に溶かし，1000mLとした液にメタノール250mLを加える．

流量：レボフロキサシンの保持時間が約22分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からレボフロキサシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たレボフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの性能：オフロキサシン10mgを水／メタノール混液(1：1)20mLに溶かす．この液1mLを量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，レボフロキサシンとレボフロキサシンに対する相対保持時間約1.2のピークの分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レボフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

（３）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　2.1～2.7%(0.5g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.14mg $C_{18}H_{20}FN_3O_4$

貯法

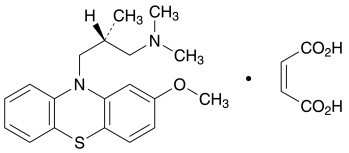
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

レボメプロマジンマレイン酸塩

Levomepromazine Maleate

マレイン酸レボメプロマジン



$C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$：444.54

(2*R*)-3-(2-Methoxy-10*H*-phenothiazin-10-yl)-*N*,*N*,2-trimethylpropylamine monomaleate

[*7104-38-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レボメプロマジンマレイン酸塩($C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)又はアセトンに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：184～190℃(分解).

確認試験

（１）　本品5mgを硫酸5mLに溶かすとき，液は赤紫色を呈し，徐々に濃赤紫色となる．この液に二クロム酸カリウム試液1滴を加えるとき，液は帯褐黄赤色を呈する．

（２）　本品0.2gに水酸化ナトリウム試液5mL及びジエチルエーテル20mLを加え，よく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層をとり，水10mLずつで2回洗い，無水硫酸ナトリウム0.5gを加えた後，ろ過し，水浴上でジエチルエーテルを蒸発し，105℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は124～128℃である．

（３）　本品0.5gに水5mL及びアンモニア水(28)2mLを加え，クロロホルム5mLずつで3回抽出し，水層を分取し，蒸発乾固した後，残留物に希硫酸2～3滴及び水5mLを加え，ジエチルエーテル25mLずつで4回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，約35℃の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点〈*2.60*〉は128～136℃である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－13.5～－16.5°(乾燥後，0.5g，クロロホルム，20mL，200mm).

純度試験

（１）　溶状　本品0.5gをメタノール10mLに加温して溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（２）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをメタノール40mLに溶かし，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLにメタノール40mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.028%以下).

（３）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，酢酸(100)40mL及び非水滴定用アセトン20mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液5滴). ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.45mg $C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$

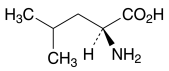
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

L－ロイシン

L-Leucine



$C_6H_{13}NO_2$：131.17

(2*S*)-2-Amino-4-methylpentanoic acid

[*61-90-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－ロイシン($C_6H_{13}NO_2$)98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋14.5～＋16.0°(乾燥後，1g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～6.5である.

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを水40mL及び希硝酸6mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gを水40mL及び希塩酸1mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下).

（4）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25gをとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下).

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（7）　類縁物質　本品0.10gをとり，水を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，80℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.13gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

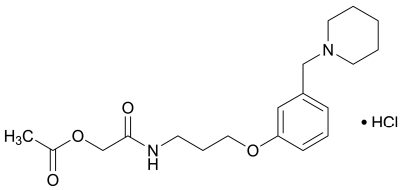
0.1mol/L過塩素酸1mL＝13.12mg $C_6H_{13}NO_2$

貯法　容器　密閉容器.

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

Roxatidine Acetate Hydrochloride

塩酸ロキサチジンアセタート



$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$：384.90

(3-{3-[(Piperidin-1-yl)methyl]phenoxy}propylcarbamoyl)methyl acetate monohydrochloride

[*93793-83-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくい.

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，

本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

ｐＨ〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

融点〈2.60〉　147～151℃(乾燥後)．

純度試験

（１）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（２）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　類縁物質　本品50mgをエタノール(99.5)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／エタノール(99.5)／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(384：16：2：1)

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキサチジン酢酸エステルの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを量り，エタノール(99.5)を加えて10mLとし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たロキサチジン酢酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：塩酸ロキサチジンアセタート50mg及び安息香酸10mgをエタノール(99.5)25mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.3%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，酢酸(100)5mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で適定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.49mg $C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl

貯法　容器　気密容器．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル

Roxatidine Acetate Hydrochloride Extended-release Capsules

塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl：384.90)を含む．

製法　本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得たろ液1mLに，エタノール(99.5)を加えて20mLとし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長275～278nm及び282～285nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，1mL中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)約2.5mgを含む液となるようにエタノール(99.5)V mLを正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，孔径1.0μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液8mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて混和し，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸のエタノール(99.5)溶液(1→500)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験を行うとき，37.5mgカプセルの45分間，90分間及び8時間の溶出率はそれぞれ10～40%，35～65%及び70%以上であり，75mgカプセルの60分間，90分間及び8時間の溶出率はそれぞれ20～

50%，35～65%及び70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間にそれぞれ溶出液20mLを正確にとり，直ちに37±0.5℃に加温した水20mLを正確に注意して補う．溶出液は孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)約42μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約21mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積$A_T(n)$及びA_Sを測定する．

n回目の溶出液採取時におけるロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)(n=1，2，3)

$$=M_S\times\left\{\frac{A_{T(n)}}{A_S}+\sum_{i=1}^{n-1}\left(\frac{A_{T(i)}}{A_S}\times\frac{1}{45}\right)\right\}\times\frac{V'}{V}\times\frac{1}{C}\times180$$

M_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1カプセル中のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(340：60：2：1)

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロキサチジン酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)約75mgに対応する量を精密に量り，エタノール(99.5)30mLを正確に加えて振り混ぜた後，孔径1.0μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液8mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて混和し，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品をデシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし正確に20mLとする．この液8mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて混和し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の量(mg)

$=M_S\times Q_T/Q_S\times3/2$

M_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸のエタノール(99.5)溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.0mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／エタノール(99.5)／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(384：16：2：1)

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放錠

Roxatidine Acetate Hydrochloride Extended-release Tablets

塩酸ロキサチジンアセタート徐放錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl：384.90)を含む．

製法　本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」37.5mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)40mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理を行う．更によく振り混ぜた後，エタノール(99.5)を加えて50mLとする．この液をろ過し，ろ液4mLにエタノール(99.5)を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長274～278nm及び281～285nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／トリエチルアミン／酢酸(100)混液

(340：2：1)5mLを加え，時々振り混ぜながら5分間超音波処理を行い，アセトニトリル7.5mLを加え，5分間超音波処理を行う．更に水／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(340：2：1)5mLを加え，5分間超音波処理を行い，よく振り混ぜた後，水／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(340：2：1)を加えて正確に50mLとし，遠心分離後，上澄液をろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)6mgに対応する容量 V mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 8 / V$

M_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ナトリウムの移動相溶液(3→2000)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)約37.5mgに対応する量を精密に量り，移動相40mLを加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理を行う．更によく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に50mLとし，遠心分離後，上澄液をろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液8mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として4時間減圧乾燥し，その約38mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液8mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ナトリウムの移動相溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(340：60：2：1)

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

注射用ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

Roxatidine Acetate Hydrochloride for Injection

注射用塩酸ロキサチジンアセタート

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl：384.90)を含む．

製法　本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」75mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)30mLを加えて振り混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液1mLにエタノール(99.5)を加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長275～279nm及び282～286nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」75mgに対応する量を生理食塩液20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

エンドトキシン〈4.01〉　4.0EU/mg未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，１mL中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)約3.75mgを含む液となるように水を加えて正確に V mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として4時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩
($C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　グアニン20mgを2mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水50mLを加えた後，水酸化ナトリウム溶液(1→25)20mL及び水を加えて100mLとする．この液10mLに水を加えて100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン／酢酸(100)混液(340：60：2：1)

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

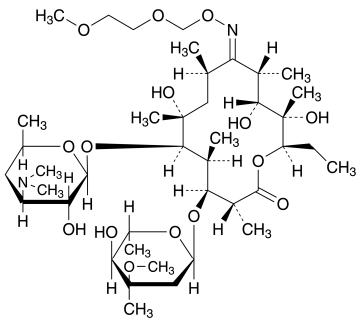
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

ロキシスロマイシン

Roxithromycin



$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$：837.05

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,9*E*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-9-(2-methoxyethoxy)methoxyimino-2,4,6,8,10,12-hexamethylpentadecan-13-olide

[*80214-83-1*]

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり970～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ロキシスロマイシン($C_{41}H_{76}N_2O_{15}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキシスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－93～－96°(脱水物に換算したもの0.5g，アセトン，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品40mgを正確に量り，移動相Aに溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別にロキシスロマイシン標準品20mgを正確に量り，移動相Aに溶かし，正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相Aを加え正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキシスロマイシンに対する相対保持時間約1.05のピークの面積は標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の2倍より大きくない．また，ロキシスロマイシン及びロキシスロマイシンに対する相対保持時間約1.05のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のロキシスロマイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の6倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素アンモニウム溶液(17→100)200mLに水510mLを加え，2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH5.3に調整する．この液にアセトニトリル315mLを加える．

移動相B：アセトニトリル／水混液(7：3)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 38	100	0
38 ～ 39	100 → 90	0 → 10
39 ～ 80	90	10

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約21分になる

ように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たロキシスロマイシンのピーク面積が，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び*N*－デメチルロキシスロマイシン5mgをとり，移動相Aに溶かして100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N*－デメチルロキシスロマイシン，ロキシスロマイシンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 3.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g).

定量法 本品及びロキシスロマイシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に10mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のロキシスロマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

ロキシスロマイシン($C_{41}H_{76}N_2O_{15}$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：ロキシスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液(17→100)200mLに水510mLを加え，2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH5.3に調整する．この液にアセトニトリル315mLを加える．

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び*N*－デメチルロキシスロマイシン5mgをとり，移動相に溶かして100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，*N*－デメチルロキシスロマイシン，ロキシスロマイシンの順に溶出し，その分離度は6以上で，ロキシスロマイシンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

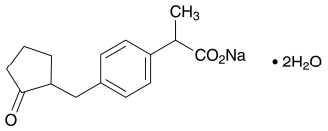
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ロキソプロフェンナトリウム水和物

Loxoprofen Sodium Hydrate

ロキソプロフェンナトリウム



$C_{15}H_{17}NaO_3 \cdot 2H_2O$：304.31

Monosodium 2-{4-[(2-oxocyclopentyl)methyl]phenyl}propanoate dihydrate

[*80382-23-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ロキソプロフェンナトリウム($C_{15}H_{17}NaO_3$：268.28)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは6.5～8.5である．

確認試験

（１） 本品の水溶液(1→55000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３） 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明で，その色は薄めた色の比較液A(1→2)より濃くない．

（２） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（３） 類縁物質 本品1.0gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／酢酸(100)混液(9：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉 11.0～13.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品約60mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，

内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(3→5)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にロキソプロフェン標準品をデシケーター(減圧，60℃)で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ロキソプロフェンナトリウム($C_{15}H_{17}NaO_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.089$

M_S：ロキソプロフェン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸エチルの薄めたメタノール(3→5)溶液(7→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水／酢酸(100)／トリエチルアミン混液(600：400：1：1)

流量：ロキソプロフェンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

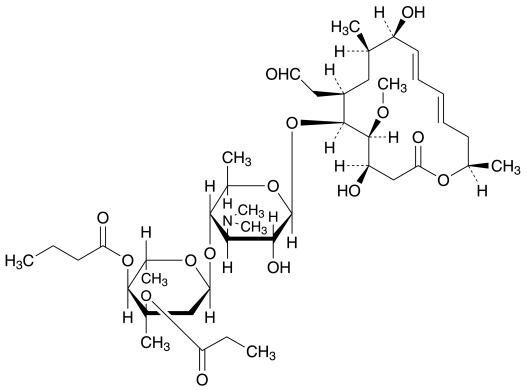
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロキソプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ロキタマイシン

Rokitamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Butanoyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-propanoyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*74014-51-0*]

本品は，*Streptomyces kitasatoensis*の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物ロイコマイシンA_5の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1050μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ロキタマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトニトリルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（１）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.4ppm付近，δ2.5ppm付近，δ3.5ppm付近及びδ9.8ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：6：3：1である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下).

（2） 類縁物質 本品50mgをアセトニトリル50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液3mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキタマイシンに対する相対保持時間が約0.72の3″－*O*－プロピオニルロイコマイシンA_7，約0.86の3″－*O*－プロピオニルイソロイコマイシンA_5及び約1.36の3″－*O*－プロピオニルロイコマイシンA_1のピーク面積はそれぞれ標準溶液のロキタマイシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のロキタマイシン，3″－*O*－プロピオニルロイコマイシンA_7，3″－*O*－プロピオニルイソロイコマイシンA_5，3″－*O*－プロピオニルロイコマイシンA_1以外のピークの面積は標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の23／100より大きくない．また，ロキタマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の3倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：55℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(2→5)／アセトニトリル混液(124：63：13)

流量：ロキタマイシンの保持時間が約11分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキタマイシンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たロキタマイシンのピーク面積が，標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の7～13%になることを確認する.

システムの性能：試料溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロキタマイシンの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロキタマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

水分〈2.48〉 3.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈2.44〉 0.2%以下(1g).

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

(i) 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる.

(ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする.

(iii) 標準溶液 ロキタマイシン標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，10日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，ポリソルベート80を0.01%含有するpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2μg(力価)及び0.5μg(力価)を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする.

(iv) 試料溶液 本品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLに溶かし，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，ポリソルベート80を0.01%含有するpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2μg(力価)及び0.5μg(力価)を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯法 容器 気密容器.

ロキタマイシン錠

Rokitamycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するロキタマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)を含む.

製法 本品は「ロキタマイシン」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ロキタマイシン」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール20mLを加え，必要ならば遠心分離する．この液1mLにメタノールを加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230～233nmに吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品1個をとり，水50mLを加え，崩壊させる．次にメタノール10mLを加え，よく振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液を必要ならば遠心分離し，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中に「ロキタマイシン」約20μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にロキタマイシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かした後，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長232nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ロキタマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/10$

M_S：ロキタマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルター

でろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「ロキタマイシン」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にロキタマイシン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かした後，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長232nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ロキタマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：ロキタマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のロキタマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)の表示量[mg(力価)]

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(ⅰ)　試験菌，培地及び標準溶液は「ロキタマイシン」の定量法を準用する．

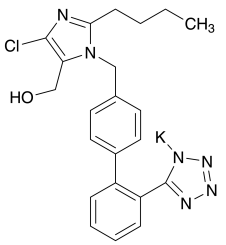
(ⅱ)　試料溶液　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「ロキタマイシン」約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLを加えて激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，必要ならば遠心分離する．この液適量を正確に量り，ポリソルベート80 0.1gにpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1000mLとした液を加えて1mL中に2μg(力価)及び0.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

有効期間　製造後24箇月．

ロサルタンカリウム

Losartan Potassium



$C_{22}H_{22}ClKN_6O$：461.00

Monopotassium 5-{[4′-(2-butyl-4-chloro-5-hydroxymethyl-1*H*-imidazol-1-yl)methyl]biphenyl-2-yl}-1*H*-tetrazol-1-ide

[*124750-99-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ロサルタンカリウム($C_{22}H_{22}ClKN_6O$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験

(1)　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロサルタンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

(2)　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロサルタンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

(3)　本品はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

(4)　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

(1)　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

(2)　類縁物質　本品30mgをメタノール100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒のピーク及びロサルタン以外のピークの面積は，標準溶液のロサルタンのピーク面積の1／10より大きくない．また試料溶液のロサルタン以外のピークの合計面積は，標準溶液のロサルタンのピーク面積の3／10より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)

移動相B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 25	75 → 10	25 → 90
25 ～ 35	10	90

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：試料溶液注入後35分間

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たロサルタンのピーク面積が，標準溶液のロサルタンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロサルタンのピークの理論段数及びシ

ンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.3以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロサルタンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈2.48〉 0.5%以下(0.25g，容量滴定法，直接滴定).

定量法 本品及びロサルタンカリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロトマグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のロサルタンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ロサルタンカリウム($C_{22}H_{22}ClKN_6O$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したロサルタンカリウム標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ロサルタンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

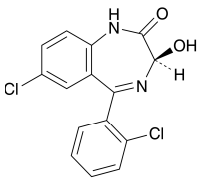
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロサルタンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5500段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロサルタンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ロラゼパム

Lorazepam



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$：321.16

(3*RS*)-7-Chloro-5-(2-chlorophenyl)-3-hydroxy-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*846-49-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ロラゼパム($C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$)98.5%以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品はエタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

（1） 本品0.02gに希塩酸15mLを加え，5分間煮沸し，冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する.

（2） 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（4） 本品につき，炎色反応試験(2)〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する.

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(229nm)：1080～1126(乾燥後，1mg，エタノール(95)，200mL).

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25mLをとり，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下).

（2） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（4） 類縁物質 本品0.10gをエタノール(95)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／1,4－ジオキサン／酢酸(100)混液(91：5：4)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，減圧，105℃，3時間).

強熱残分〈2.44〉 0.3%以下(1g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，アセトン50mLに溶かし，0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
$= 32.12$mg $C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ワイル病秋やみ混合ワクチン
Weil's Disease and Akiyami Combined Vaccine

本品は不活化したワイル病レプトスピラ，秋やみAレプトスピラ，秋やみBレプトスピラ及び秋やみCレプトスピラを含む液状の注射剤である．
本品は必要ならば1種以上の秋やみレプトスピラを除いた製剤とすることができる．
本品は生物学的製剤基準のワイル病秋やみ混合ワクチンの条に適合する．
性状　本品は白濁した液である．

黄色ワセリン
Yellow Petrolatum

本品は石油から得た炭化水素類の混合物を精製したものである．
性状　本品は黄色の全質均等の軟膏よう物質で，におい及び味はない．
本品はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品はジエチルエーテル，石油ベンジン又はテレビン油に澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける．
本品は加温するとき，黄色の澄明な液となり，この液はわずかに蛍光を発する．
融点〈*2.60*〉　38～60℃(第3法).
純度試験
（1）　色　本品を加温して溶かし，その5mLを試験管にとり，液状を保たせるとき，液の色は次の比較液より濃くない．比色に際しては白色の背景を用い，反射光線で側方から比色する．
比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.8mLに塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.2mLを加える．
（2）　酸又はアルカリ　本品35.0gに熱湯100mLを加え，5分間激しく振り混ぜて水層を分取し，ワセリン層は更に熱湯50mLずつで2回同様に操作し，水層を合わせ，フェノールフタレイン試液1滴を加えて煮沸するとき，液は赤色を呈しない．更にメチルオレンジ試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．
（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).
（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(2ppm以下).
（5）　イオウ化合物　本品4.0gにエタノール(99.5)2mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(Ⅱ)を飽和した澄明な液2滴を加え，しばしば振り混ぜながら70℃で10分間加熱した後，放冷するとき，液は暗色を呈しない．
（6）　有機酸類　本品20.0gをとり，あらかじめフェノールフタレイン試液1滴を加え淡赤色を呈するまで0.01mol/L水酸化ナトリウム液を加えた希エタノール100mLを加え，還流冷却器を付け10分間煮沸し，フェノールフタレイン試液2～3滴を加え，激しく振り混ぜながら0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを滴加するとき，液の色は赤色である．
（7）　油脂又は樹脂　本品10.0gに水酸化ナトリウム溶液(1→5)50mLを加え，還流冷却器を付け，30分間煮沸し，冷後，水層を分取し，必要ならばろ過し，希硫酸200mLを加えるとき，油状の物質又は沈殿を生じない．
強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(2g).
貯法　容器　気密容器．

白色ワセリン
White Petrolatum

本品は石油から得た炭化水素類の混合物を脱色して精製したものである．
性状　本品は白色～微黄色の全質均等の軟膏様の物質で，におい及び味はない．
本品は水，エタノール(95)又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．
本品はジエチルエーテルに澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける．
本品は加温するとき，澄明な液となる．
融点〈*2.60*〉　38～60℃(第3法).
純度試験
（1）　色　本品を加温して溶かし，その5mLを試験管にとり，液状を保たせるとき，液の色は次の比較液より濃くない．比色に際しては白色の背景を用い，反射光線で側方から比色する．
比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液1.6mLに水3.4mLを加える．
（2）　酸又はアルカリ　本品35.0gに熱湯100mLを加え，5分間激しく振り混ぜて水層を分取し，ワセリン層は更に熱湯50mLずつで2回同様に操作し，水層を合わせ，フェノールフタレイン試液1滴を加えて煮沸するとき，液は赤色を呈しない．更にメチルオレンジ試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．
（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下).
（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(2ppm以下).
（5）　イオウ化合物　本品4.0gにエタノール(99.5)2mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(Ⅱ)を飽和した澄明な液2滴を加え，しばしば振り混ぜながら70℃で10分間加

熱した後，放冷するとき，液は暗色を呈しない．

（６）　有機酸類　本品20.0gをとり，あらかじめフェノールフタレイン試液1滴を加え淡赤色を呈するまで0.01mol/L水酸化ナトリウム液を加えた希エタノール100mLを加え，還流冷却器を付け10分間煮沸し，フェノールフタレイン試液2～3滴を加え，激しく振り混ぜながら0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを滴加するとき，液の色は赤色である．

（７）　油脂又は樹脂　本品10.0gに水酸化ナトリウム溶液(1→5)50mLを加え，還流冷却器を付け，30分間煮沸し，冷後，水層を分取し，必要ならばろ過し，希硫酸200mLを加えるとき，油状の物質又は沈殿を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(2g).

貯法　容器　気密容器.

親水ワセリン

Hydrophilic Petrolatum

製法

サラシミツロウ	80g
ステアリルアルコール又はセタノール	30g
コレステロール	30g
白色ワセリン	適量
全量	1000g

本品は「ステアリルアルコール」又は「セタノール」，「サラシミツロウ」及び「白色ワセリン」を水浴上で加温して溶かし，かき混ぜ，これに「コレステロール」を加えて完全に溶けるまでかき混ぜた後，加温をやめ，固まるまでよくかき混ぜて製する．

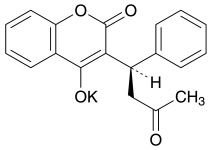
性状　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

本品に等量の水を混和しても，なお軟膏様の稠度を保つ．

貯法　容器　気密容器.

ワルファリンカリウム

Warfarin Potassium



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{15}KO_4$：346.42

Monopotassium (1*RS*)-2-oxo-3-(3-oxo-1-phenylbutyl)chromen-4-olate

[*2610-86-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.2～8.3である．

本品は光によって淡黄色となる．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（１）　本品の0.02mol/L水酸化カリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はワルファリンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（２）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したワルファリンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（３）　本品の水溶液(1→250)はカリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（１）　アルカリ呈色物　本品1.0gを水酸化ナトリウム溶液(1→20)に溶かし，正確に10mLとする．この液につき，水酸化ナトリウム溶液(1→20)を対照とし，15分以内に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長385nmにおける吸光度は，0.20以下である．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをエタノール(95)30mLに溶かし，希酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする(10ppm以下).

（３）　類縁物質　本品0.10gを水／メタノール混液(3：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(3：1)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のワルファリン以外のピークの面積は，標準溶液のワルファリンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のワルファリン以外のピークの合計面積は標準溶液のワルファリンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からワルファリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(3：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たワルファリンのピーク面積が，標準溶液のワルファリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸プロピル20mgをメタノール50mLに溶かし，水を加えて200mLとする．この液5mLに本品の水／メタノール混液(3：1)溶液(1

→2000)4mLを加え，更に水／メタノール混液(3：1)を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ワルファリンの順に溶出し，その分離度は7以上でシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　4.5%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品及びワルファリンカリウム標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを水／メタノール混液(3：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに水／メタノール混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のワルファリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(68：32：1)

流量：ワルファリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ワルファリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ワルファリンカリウム錠

Warfarin Potassium Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$：346.42)を含む．

製法　本品は「ワルファリンカリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法のT_2液につき，0.02mol/L水酸化カリウム試液を対照として紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長306～310nmに吸収の極大を示し，258～262nmに吸収の極小を示す．また，定量法のT_1液につき，0.02mol/L塩酸試液を対照として紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281～285nm及び303～307nmに吸収の極大を示し，243～247nmに吸収の極小を示す．

（2）　本品の表示量に従い「ワルファリンカリウム」0.01gに対応する量をとり，アセトン10mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で加温してアセトンを蒸発する．残留物にジエチルエーテル10mL及び希塩酸2mLを加えて振り混ぜるとき，水層はカリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，粉末とし，水40mLを加えて30分間激しく振り混ぜた後，1mL中にワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)約20μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り，それぞれに0.05mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，T_1液及びS_1液とする．別に試料溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り，それぞれに0.05mol/L水酸化カリウム試液を加えて正確に25mLとし，T_2液及びS_2液とする．T_1液についてはT_2液を対照とし，S_1液についてはS_2液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．T_1液及びS_1液の波長272nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)の量(mg)

＝$M_S \times A_T / A_S \times V / 2000$

M_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，0.5mg錠，1mg錠及び2mg錠の15分間の溶出率及び5mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)約0.56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を105℃で3時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のワルファリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 4$

M_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)の表示量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：メタノール／水／リン酸混液(700：300：1)
流量：ワルファリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ワルファリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)約4mgに対応する量を精密に量り，水80mLを加えて15分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を105℃で3時間乾燥し，その約80mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれに0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし，T_1液及びS_1液とする．別に試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれに0.02mol/L水酸化カリウム試液を加えて正確に20mLとし，T_2液及びS_2液とする．T_1液についてはT_2液を対照とし，S_1液についてはS_2液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．T_1液及びS_1液の波長272nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ワルファリンカリウム($C_{19}H_{15}KO_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

生薬等

アカメガシワ

Mallotus Bark

MALLOTI CORTEX

本品はアカメガシワ *Mallotus japonicus* Mueller Argoviensis (*Euphorbiaceae*)の樹皮である.

生薬の性状　本品は板状又は半管状の皮片で，厚さ1～3mm，外面は帯緑灰色～帯褐灰色で，灰白色～褐色の皮目が群をなし，縦しま状の模様として認められる．内面は淡黄褐色～灰褐色で多数の縦線を認めるが，平滑である．折りやすく，切面はやや繊維性である.

本品はわずかににおいがあり，味はやや苦く，わずかに収れん性である.

確認試験　本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，水浴上で5分間加温し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／水混液(100：17：13)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうちR_f値0.5付近の1個のスポットは，標準溶液から得た暗青色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　12.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　11.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

アセンヤク

Gambir

GAMBIR

阿仙薬

ガンビール

本品は *Uncaria gambir* Roxburgh (*Rubiaceae*)の葉及び若枝から得た水製乾燥エキスである.

生薬の性状　本品は褐色～暗褐色の砕きやすい塊で，内部の色は淡褐色を呈する.

本品はわずかににおいがあり，味は極めて渋く苦い.

確認試験

（1）　本品の粉末0.2gに水10mLを加え，水浴中で時々振り混ぜながら5分間加温した後，ろ過し，冷後，ろ液にゼラチン試液2～3滴を加えるとき，液は白濁するか又は白色の沈殿を生じる.

（2）　本品の粉末0.1gに希エタノール20mLを加え，2分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液1mLに希エタノール9mLを加えた液1mLにバニリン・塩酸試液1mLを加えるとき，液は淡赤色～赤褐色を呈する.

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　70.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

アセンヤク末

Powdered Gambir

GAMBIR PULVERATUM

阿仙薬末

ガンビール末

本品は「アセンヤク」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は赤褐色～暗褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は極めて渋く苦い.

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈*5.01*〉するとき，針状結晶の塊又は黄褐色～赤褐色の有角性の破片からなり，表皮組織及び厚膜化した毛を認める.

確認試験

（1）　本品0.2gに水10mLを加え，水浴中で時々振り混ぜながら5分間加温した後，ろ過し，冷後，ろ液にゼラチン試液2～3滴を加えるとき，液は白濁するか又は白色の沈殿を生じる.

（2）　本品0.1gに希エタノール20mLを加え，2分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液1mLに希エタノール9mLを加えた液1mLにバニリン・塩酸試液1mLを加えるとき，液は淡赤色～赤褐色を呈する.

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　70.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

アヘン・トコン散

Opium Ipecac Powder

ドーフル散

本品は定量するとき，モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$：285.34)0.90～1.10%を含む.

製法

アヘン末	100g
トコン末	100g
デンプン又は適当な賦形剤	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．本品には「乳糖水和物」を加えない.

性状　本品は淡褐色の粉末である.

確認試験

（1）　本品1gをとり「アヘン末」の確認試験(1)を準用する.

（２） 本品1gをとり「アヘン末」の確認試験(2)を準用する．

（３） 本品3gに塩酸5mLを加え，しばしば振り混ぜ，1時間放置した後，蒸発皿にろ過し，ろ液にサラシ粉5mgを加えるとき，その周辺はだいだい色を呈する(エメチン).

定量法 本品約50gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，希エタノール250mLを加え，40℃の水浴中で1時間かき混ぜた後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する．ろ過器上の残留物を先の共栓フラスコに移し，希エタノール50mLを加え，40℃の水浴中で10分間かき混ぜた後，先のガラスろ過器を用いてろ過し，希エタノール50mLずつを用い，更に3回この操作を繰り返す．全ろ液を乳鉢に合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール(99.5)10mLを加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水10mLを加えてよくすり混ぜ，水酸化カルシウム2g及び正確に水40mLを加えて20分間かき混ぜた後，ろ過する．ろ液30mLに硫酸マグネシウム七水和物0.1gを加え，1分間振り混ぜ，水酸化カルシウム0.3gを加えて1分間振り混ぜ，1時間放置した後，ろ過する．ろ液20mLを正確に量り，水酸化ナトリウム試液5mLを加えた後，塩化アンモニウムを加えてpH9.0～9.2とし，クロロホルム／エタノール(95)混液(3：1)60mL，40mL及び30mLで抽出する．全抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，更に蒸発乾固する．残留物に希水酸化ナトリウム試液20mL及びジエチルエーテル10mLを加え，振り混ぜて溶かした後，塩化アンモニウム0.5gを加え，注意して激しく振り混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05mol/L硫酸1mL＝28.53mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯法 容器 気密容器.

アマチャ

Sweet Hydrangea Leaf

HYDRANGEAE DULCIS FOLIUM

甘茶

本品はアマチャ *Hydrangea macrophylla* Seringe var. *thunbergii* Makino (*Saxifragaceae*)の葉及び枝先である．

生薬の性状 本品は，通例，しわがよって縮み，暗緑色～暗黄緑色を呈する．水に浸してしわを伸ばすと，ひ針形～鋭頭卵形で，長さ5～15cm，幅2～10cm，辺縁にきょ歯があり，基部はややくさび状である．両面に粗毛があり，特に葉脈上に多い．細脈は辺縁に達せずに上方に向かって曲がり，互いに連絡し，葉柄は短く葉身の1／5に達しない．

本品はわずかににおいがあり，特異な甘味がある．

確認試験 本品の粉末0.5gにジエチルエーテル／石油エーテル混液(1：1)8mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液を蒸発して得た残留物を希エタノール1mLに溶かし，これに希塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，更に希硫酸2～3滴を加えるとき，その色は消える．

純度試験

（１） 茎 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，茎3.0%以上を含まない．

（２） 異物〈5.01〉 本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 13.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 12.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.5%以下.

貯法 容器 密閉容器.

アマチャ末

Powdered Sweet Hydrangea Leaf

HYDRANGEAE DULCIS FOLIUM PULVERATUM

甘茶末

本品は「アマチャ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は暗黄緑色を呈し，わずかににおいがあり，特異な甘味がある．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，側壁が波形を呈する表皮，副細胞2個を伴う気孔，薄膜単細胞性で表面に多数の小突起がある長さ150～300μmの毛，さく状組織の破片，海綿状組織の破片，維管束の破片，長さ50～70μmのシュウ酸カルシウムの束晶を含む粘液細胞の破片を認める．

確認試験 本品0.5gにジエチルエーテル／石油エーテル混液(1：1)8mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液を蒸発して得た残留物を希エタノール1mLに溶かし，これに希塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，更に希硫酸2～3滴を加えるとき，その色は消える．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞，多量の繊維及びでんぷん粒を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 12.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.5%以下.

貯法 容器 密閉容器.

アラビアゴム

Acacia

GUMMI ARABICUM

本品は *Acacia senegal* Willdenow又はその他同属植物(*Leguminosae*)の幹及び枝から得た分泌物である．

生薬の性状 本品は無色～淡黄褐色の透明又は多少乳濁した球状塊又は破片で，その外面に多数の割れ目があり，砕きやすく，砕面はガラス様で，しばしば光彩を現す．

本品はにおいがなく，味はないが粘滑性である．

本品の粉末1.0gに水2.0mLを加えるとき，ほとんど溶けて，液は酸性を呈する．

本品はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験 本品の粉末1gに水25mL及び硫酸1mLを加え，還流冷却器を付け，沸騰水浴中で60分間加熱する．冷後，無水炭酸ナトリウム2.0gを穏やかに加え，その液1mLにメタノール9mLを加えてよく混和し，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にD－ガラクトース10mgを水1mLに溶かし，メタノールを加えて10mLとし，標準溶液(1)とする．L－アラビノース及びL－ラムノース一水和物についてそれぞれ同

様に操作し，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1－ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た3個のスポットは，標準溶液のD－ガラクトース，L－アラビノース及びL－ラムノースの各スポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　不溶物　本品の粉末5.0gに水100mL及び希塩酸10mLを加え揺り動かしながら，15分間穏やかに煮沸して溶かし，これを質量既知のガラスろ過器(G3)で温時ろ過し，残留物を温湯でよく洗い，105℃で5時間乾燥するとき，その量は10.0mg以下である．

（2）　タンニン含有ゴム質　本品の水溶液(1→50)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は暗緑色を呈しない．

（3）　ブドウ糖　確認試験の試料溶液及び別にブドウ糖10mgを水1mLに溶かし，メタノールを加えて10mLとした標準溶液につき，確認試験を準用し，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行うとき，標準溶液から得たブドウ糖のスポットとR_f値が等しい位置に試料溶液ではスポットを認めない．

乾燥減量〈5.01〉　17.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　4.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

アラビアゴム末

Powdered Acacia

GUMMI ARABICUM PULVERATUM

本品は「アラビアゴム」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は白色～淡黄白色を呈し，においはなく，味はないが粘滑性である．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈5.01〉するとき，無色の有角性の破片又はほぼ球状の粒を認める．でんぷん粒又は植物組織の破片を認めることがあっても，極めてわずかである．

本品1.0gに水2.0mLを加えるとき，ほとんど溶けて，液は酸性を呈する．

本品はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験　本品1gに水25mL及び硫酸1mLを加え，還流冷却器を付け，沸騰水浴中で60分間加熱する．冷後，無水炭酸ナトリウム2.0gを穏やかに加え，その液1mLにメタノール9mLを加えてよく混和し，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にD－ガラクトース10mgを水1mLに溶かし，メタノールを加えて10mLとし，標準溶液(1)とする．L－アラビノース及びL－ラムノース一水和物についてそれぞれ同様に操作し，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1－ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た3個のスポットは，標準溶液のD－ガラクトース，L－アラビノース及びL－ラムノースの各スポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　不溶物　本品5.0gに水100mL及び希塩酸10mLを加え揺り動かしながら，15分間穏やかに煮沸して溶かし，これを質量既知のガラスろ過器(G3)で温時ろ過し，残留物を温湯でよく洗い，105℃で5時間乾燥するとき，その量は10.0mg以下である．

（2）　タンニン含有ゴム質　本品の水溶液(1→50)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は暗緑色を呈しない．

（3）　ブドウ糖　確認試験で得た試料溶液及び別にブドウ糖10mgを水1mLに溶かし，メタノールを加えて10mLとした標準溶液につき，確認試験を準用し，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行うとき，標準溶液から得たブドウ糖のスポットとR_f値が等しい位置に試料溶液ではスポットを認めない．

乾燥減量〈5.01〉　15.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　4.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.

貯法　容器　気密容器.

アロエ

Aloe

ALOE

ロカイ

本品は主として*Aloe ferox* Miller又はこれと*Aloe africana* Miller又は*Aloe spicata* Bakerとの雑種(*Liliaceae*)の葉から得た液汁を乾燥したものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，バルバロイン4.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は黒褐色～暗褐色の不整の塊で，外面はときに黄色の粉で覆われ，破砕面は平滑でガラス様である．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gに水50mLを加え，加温して溶かし，冷後，ケイソウ土0.5gを加えてろ過し，ろ液を試料溶液として次の試験を行う．

（i）　試料溶液5mLに四ホウ酸ナトリウム十水和物0.2gを加え，水浴中で加温して溶かし，その数滴を水30mLに滴加して振り混ぜるとき，液は緑色の蛍光を発する．

（ii）　試料溶液2mLに硝酸2mLを加えて振り混ぜるとき，液は黄褐色を呈し，徐々に緑色に変わる．また，この液を水浴中で加温するとき，液は赤褐色に変わる．

（2）　本品の粉末0.2gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロ

マトグラフィー用バルバロイン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／酢酸(100)混液(20：5：2：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光スポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 樹脂　本品の粉末0.5gにジエチルエーテル10mLを加え，水浴上で加温した後，ろ過し，ろ紙上の残留物及びろ紙をジエチルエーテル3mLを用いて洗い，ろ液及び洗液を合わせた後，ジエチルエーテルを留去するとき，残留物の量は5.0mg以下である．

（2） エタノール不溶物　本品の粉末1.0gにエタノール(95)50mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間煮沸し，温時に質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，ろ過器上の残留物はエタノール(95)で洗液が着色しなくなるまで洗い，残留物を105℃で5時間乾燥するとき，その量は0.10g以下である．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下．

灰分〈5.01〉　2.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　水製エキス　40.0%以上．

定量法　本品の粉末約0.1gを精密に量り，メタノール40mLを加えた後，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過し，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用バルバロインをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，シュウ酸二水和物40mgを加えた後，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバルバロインのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バルバロインの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用バルバロインの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

カラム：内径約6mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(74：26：1)

流量：バルバロインの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用バルバロイン10mg及びシュウ酸二水和物40mgをメタノールに溶かし，100mLとする．この液5mLを量り，エテンザミドのメタノール溶液(1→2000)1mLを加えた後，メタノールを加えて10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，バルバロイン，エテンザミドの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．ただし，測定波長は300nmとする．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バルバロインのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

アロエ末

Powdered Aloe

ALOE PULVERATA

ロカイ末

本品は「アロエ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，バルバロイン4.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は暗褐色～帯黄暗褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈5.01〉するとき，帯緑黄色～帯赤褐色の有角性又はやや不整の破片を認める．

確認試験

（1） 本品0.5gに水50mLを加え，加温して溶かし，冷後，ケイソウ土0.5gを加えてろ過し，ろ液を試料溶液として次の試験を行う．

（i） 試料溶液5mLに四ホウ酸ナトリウム十水和物0.2gを加え，水浴中で加温して溶かし，その数滴を水30mLに滴加して振り混ぜるとき，液は緑色の蛍光を発する．

（ii） 試料溶液2mLに硝酸2mLを加えて振り混ぜるとき，液は黄褐色を呈し，徐々に緑色に変わる．また，この液を水浴中で加温するとき，液は赤褐色に変わる．

（2） 本品0.2gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用バルバロイン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／酢酸(100)混液(20：5：2：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光スポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 樹脂　本品0.5gにジエチルエーテル10mLを加え，水浴上で加温した後，ろ過し，ろ紙上の残留物及びろ紙をジエチルエーテル3mLを用いて洗い，ろ液及び洗液を合わせた後，ジエチルエーテルを留去するとき，残留物の量は5.0mg以下である．

（2） エタノール不溶物　本品1.0gにエタノール(95)50mL

を加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間煮沸し，温時に質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，ろ過器上の残留物はエタノール(95)で洗液が着色しなくなるまで洗い，残留物を105℃で5時間乾燥するとき，その量は0.10g以下である．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下．

灰分〈5.01〉　2.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　水製エキス　40.0%以上．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，メタノール40mLを加えた後，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過し，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用バルバロインをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，シュウ酸二水和物40mgを加えた後，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバルバロインのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バルバロインの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用バルバロインの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

カラム：内径約6mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(74：26：1)

流量：バルバロインの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用バルバロイン10mg及びシュウ酸二水和物40mgをメタノールに溶かし，100mLとする．この液5mLを量り，エテンザミドのメタノール溶液(1→2000)1mLを加えた後，メタノールを加えて10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，バルバロイン，エテンザミドの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．ただし，測定波長は300nmとする．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バルバロインのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

アンソッコウ

Benzoin

BENZOINUM

安息香

本品は*Styrax benzoin* Dryander又はその他同属植物(*Styracaceae*)から得た樹脂である．

生薬の性状　本品は灰褐色～暗赤褐色の不整の塊片で，破砕面には実質中に類白色～淡黄赤色の粒がある．常温では堅くてもろく，熱すれば軟化する．

本品は特異な芳香があり，味はわずかに辛くてえぐい．

確認試験

（1）　本品の小片を試験管内で加熱するとき，刺激性の蒸気を発し，結晶性の昇華物を生じる．

（2）　本品0.5gをジエチルエーテル10mLで冷浸した液1mLを蒸発皿にとり，硫酸2～3滴を加えるとき，濃赤褐色～濃赤紫色を呈する．

純度試験　エタノール不溶物　本品1.0gにエタノール(95)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で15分間穏やかに煮沸し，冷後，不溶物を質量既知のガラスろ過器(G3)を用いてろ取し，残留物をエタノール(95)5mLずつで3回洗い，105℃で4時間乾燥するとき，その量は0.30g以下である．

灰分〈5.01〉　2.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

アンモニア・ウイキョウ精

Foeniculated Ammonia Spirit

製法

アンモニア水	170mL
ウイキョウ油	30mL
エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，「アンモニア水」の代わりにアンモニア水(28)，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は無色～黄色の液で，特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，舌をさすようである．

比重　d_{20}^{20}：約0.85

アルコール数〈1.01〉　7.8以上(第2法)．

貯法　容器　気密容器．

イレイセン

Clematis Root

CLEMATIDIS RADIX

威霊仙

本品はサキシマボタンヅル*Clematis chinensis* Osbeck，*Clematis mandshurica* Ruprecht 又は*Clematis hexapetala* Pallas (*Ranunculaceae*)の根及び根茎である．

生薬の性状　本品は短い根茎と多数の細長い根からなる．根は長さ10～20cm，径1～2mm，外面は褐色～黒褐色を呈し，細かい縦じわがあり，折りやすく，皮層と中心柱は離れやすい．根の横断面は灰白色～淡黄褐色を呈し，中心柱は淡灰黄色～黄色，ルーペ視するとき，中心柱はほぼ円形で，木部の2～4箇所がわずかに湾入している．根茎は長さ2～4cm，径

5～20mm，表面は淡灰褐色～灰褐色で，皮部は脱落し繊維状を呈し，しばしば隆起した節があり，頂端に木質の茎の残基を付ける．

本品は弱いにおいがあり，味はほとんどない．

本品の根の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は1層の表皮からなり，表皮下に1層の外皮がある．内皮により皮層と中心柱に区分される．皮層は柔組織からなる．木部の2～4箇所がわずかに湾入し，その部分に師部があり，しばしば繊維を含む．柔組織中には単粒及び2～8個の複粒のでんぷん粒を含む．

確認試験

（1） 本品の粉末0.5gに水10mLを加え，2～3分間煮沸した後，放冷し，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品の粉末0.5gに無水酢酸3mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液に硫酸1mLを穏やかに加えるとき，境界面は褐色を呈する．

純度試験 ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉 13.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 8.5%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0%以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 15.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

インチンコウ

Artemisia Capillaris Flower

ARTEMISIAE CAPILLARIS FLOS

茵陳蒿

本品はカワラヨモギ*Artemisia capillaris* Thunberg (*Compositae*)の頭花である．

生薬の性状 本品は卵形～球形の長さ1.5～2mm，径約2mmの頭花を主とし，糸状の葉と花序軸からなる．頭花の外面は淡緑色～淡黄褐色，葉の外面は緑色～緑褐色，花序軸の外面は緑褐色～暗褐色を呈する．頭花をルーペ視するとき，総ほう片は3～4列に覆瓦状に並び，外片は卵形で鈍頭，内片は楕円形で外片より長く，長さ1.5mm，内片の中央部は竜骨状となり，周辺部は広く薄膜質となる．小花は筒状花で，頭花の周辺部のものは雌性花，中央部は両性花である．そう果は倒卵形で，長さ0.8mmである．質は軽い．

本品は特異な弱いにおいがあり，味はやや辛く，わずかに麻痺性である．

確認試験 本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.5付近に青色の蛍光を発する主スポットを認める．

純度試験 茎 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，径2mm以上の茎を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 9.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0%以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 15.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

インヨウカク

Epimedium Herb

EPIMEDII HERBA

淫羊藿

本品は*Epimedium pubescens* Maximowicz，*Epimedium brevicornu* Maximowicz，*Epimedium wushanense* T. S. Ying，ホザキイカリソウ*Epimedium sagittatum* Maximowicz，キバナイカリソウ*Epimedium koreanum* Nakai，イカリソウ*Epimedium grandiflorum* Morren var. *thunbergianum* Nakai又はトキワイカリソウ*Epimedium sempervirens* Nakai (*Berberidaceae*)の地上部である．

生薬の性状 本品は茎及び1～3回三出複葉からなる．小葉は卵形～広卵形又は卵状ひ針形，長さ3～20cm，幅2～8cmで，基部に長さ15～70mmの小葉柄がある．先端は鋭くとがり，辺縁には長さ0.1～0.2cmの刺毛がある．基部は心形～深心形で，三小葉の側葉では非対称である．表面は緑色～緑褐色でときにつやがあり，裏面は淡緑色～淡灰緑褐色を呈し，しばしば有毛で，葉脈が顕著である．質は紙質か又は革質である．葉柄及び茎は円柱形で淡黄褐色～帯紫淡緑褐色を呈し，折りやすい．

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の葉の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，主脈部には3～6本の維管束があり，葉肉部は上面表皮，1層のさく状組織，海綿状組織，下面表皮からなる．葉縁部は円形～楕円形で厚壁組織で埋まる．表皮には多細胞毛がある．葉柄には8～20本，小葉柄には6～15本の維管束がある．本品の茎の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，下皮は1～数細胞層で，皮層の厚壁細胞層は4～10層である．維管束は13～30本あり，楕円形～倒卵形である．

確認試験 本品の粉末2gにメタノール20mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用イカリイン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉 12.5%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 8.5%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　17.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

ウイキョウ

Fennel
FOENICULI FRUCTUS
茴香

本品はウイキョウ *Foeniculum vulgare* Miller (*Umbelliferae*)の果実である.

生薬の性状　本品は双懸果で長円柱形を呈し，長さ3.5～8mm，幅1～2.5mmである．外面は灰黄緑色～灰黄色で，互いに密接する2個の分果の各々には5本の隆起線がある．双懸果はしばしば長さ2～10mmの果柄を付ける.

本品は特異なにおい及び味がある.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，腹面に近い隆起線は背面のものより著しく隆起し，各隆起線間に1個の大きな油道があり，腹面には2個の油道がある.

確認試験　本品の粉末0.5gにヘキサン10mLを加え，時々振り混ぜながら5分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める.

純度試験

（1）　果柄　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，果柄3.0%以上を含まない.

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は果柄以外の異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉　10.0%以下.
酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.
精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.7mL以上である.
貯法　容器　密閉容器.

ウイキョウ末

Powdered Fennel
FOENICULI FRUCTUS PULVERATUS
茴香末

本品は「ウイキョウ」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は帯緑淡褐色～帯緑褐色を呈し，特異なにおい及び味がある.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，アリューロン粒を含む周乳の柔組織片，脂肪油を含む内乳の柔組織片，特異な単膜孔の明らかな厚壁組織片，壁面に黄褐色の内容物を付着する油道の破片，階段状に配列した細胞からなる内果皮の組織片，らせん紋道管，表皮又は気孔を伴った表皮の破片を認める.

確認試験　本品0.5gにヘキサン10mLを加え，時々振り混ぜながら5分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色の主スポットを認める.

灰分〈*5.01*〉　10.0%以下.
酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.
精油含量〈*5.01*〉　本品50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.45mL以上である.
貯法　容器　気密容器.

ウイキョウ油

Fennel Oil
OLEUM FOENICULI
フェンネル油

本品はウイキョウ *Foeniculum vulgare* Miller (*Umbelliferae*) 又は *Illicium verum* Hooker filius (*Illiciaceae*)の果実を水蒸気蒸留して得た精油である.

性状　本品は無色～微黄色の液で，特異な芳香があり，味は初め甘く，後にわずかに苦い.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する.

本品は水にほとんど溶けない.

本品は寒冷時にはしばしば白色の結晶又は結晶性の固形物を析出する.

確認試験　本品0.30gをヘキサン20mLに溶かす．この液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める.

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.528～1.560
比重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.955～0.995

純度試験

（1）　溶状　本品1.0mLにエタノール(95)3mLを加えるとき，液は澄明で，更にエタノール(95)7mLを加えるとき，変化しない.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(40ppm以下).

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ウコン

Turmeric

CURCUMAE RHIZOMA

鬱金

本品はウコン*Curcuma longa* Linné (*Zingiberaceae*)の根茎をそのまま又はコルク層を除いたものを，通例，湯通ししたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総クルクミノイド(クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン)1.0～5.0%を含む．

生薬の性状　本品は主根茎又は側根茎からなり，主根茎はほぼ卵形体で，径約3cm，長さ約4cm，側根茎は両端鈍頭の円柱形でやや湾曲し，径約1cm，長さ2～6cmでいずれも輪節がある．コルク層を付けたものは黄褐色でつやがあり，コルク層を除いたものは暗黄赤色で，表面に黄赤色の粉を付けている．質は堅く折りにくい．横切面は黄褐色～赤褐色を呈し，ろう様のつやがある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦く刺激性で，だ液を黄色に染める．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層には通例4～10層のコルク層があるか又は部分的に残存する．皮層及び中心柱は一層の内皮で区分される．皮層及び中心柱は柔組織からなり，維管束が散在する．柔組織中には油細胞が散在し，柔細胞中には黄色物質，シュウ酸カルシウムの砂晶及び単晶，糊化したでんぷんを含む．

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gにメタノール20mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(70：30：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f値0.4付近に黄色のスポットを認める．

（2）　本品の粉末0.2gにメタノール／酢酸(100)混液(99：1)25mLを加えて20分間振り混ぜ，遠心分離する．上澄液につき，定量法を準用して試験を行い，クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積を測定するとき，クルクミンのピーク面積はデメトキシクルクミンのピーク面積より大きく，ビスデメトキシクルクミンのピーク面積の0.69倍より大きい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*5.01*〉　17.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　7.5%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　9.0%以上．

定量法　本品の粉末約0.2gを精密に量り，メタノール／酢酸(100)混液(99：1)25mLを加えて20分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，メタノール／酢酸(100)混液(99：1)25mLを加えて同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用クルクミン約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のクルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積A_{TC}，A_{TD}及びA_{TB}並びに標準溶液のクルクミンのピーク面積A_Sを測定する．

総クルクミノイド(クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン)の量(mg)

$= M_S \times (A_{TC} + A_{TD} + A_{TB} \times 0.69) / A_S \times 1/5$

M_S：定量用クルクミンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(56：43：1)

流量：毎分1.0mL(クルクミンの保持時間約11分)

システム適合性

システムの性能：定量用クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン1mgずつをメタノールに溶かして5mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビスデメトキシクルクミン，デメトキシクルクミン，クルクミンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クルクミンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ウコン末

Powdered Turmeric

CURCUMAE RHIZOMA PULVERATUM

鬱金末

本品は「ウコン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総クルクミノイド(クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン)1.0～5.0%を含む．

生薬の性状　本品は黄褐色～暗黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は苦く刺激性があり，だ液を黄色に染める．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，全体が黄色を呈し，主として糊化したでんぷん塊や黄色物質を含む柔細胞を認め，更に階紋道管の破片を認める．コルク組織，表皮細胞，厚壁化した木部柔細胞の破片及び非腺毛を認めることがある．

確認試験

（1）　本品0.5gにメタノール20mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(70：30：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f値0.4付近に黄色のスポットを認める．

（2）　本品0.2gにメタノール／酢酸(100)混液(99：1)25mLを加えて20分間振り混ぜ，遠心分離する．上澄液につき，定量法を準用して試験を行い，クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積を測定するとき，クルクミンのピーク面積はデメトキシクルクミンのピーク面積より大きく，ビスデメトキシクルクミンのピーク面積の0.69倍より大きい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈5.01〉　17.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉　7.5%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　9.0%以上．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，メタノール／酢酸(100)混液(99：1)25mLを加えて20分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，メタノール／酢酸(100)混液(99：1)25mLを加えて同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用クルクミン約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のクルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積A_{TC}，A_{TD}及びA_{TB}並びに標準溶液のクルクミンのピーク面積A_Sを測定する．

総クルクミノイド(クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン)の量(mg)

$$= M_S \times (A_{TC} + A_{TD} + A_{TB} \times 0.69) / A_S \times 1/5$$

M_S：定量用クルクミンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(56：43：1)

流量：毎分1.0mL(クルクミンの保持時間約11分)

システム適合性

システムの性能：定量用クルクミン，デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン1mgずつをメタノールに溶かして5mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ビスデメトキシクルクミン，デメトキシクルクミン，クルクミンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，クルクミンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ウヤク

Lindera Root

LINDERAE RADIX

烏薬

天台烏薬

本品はテンダイウヤク*Lindera strychnifolia* Fernandez-Villar (*Lauraceae*)の根である．

生薬の性状　本品は紡錘形又はところどころくびれた連珠状を呈し，長さ10～15cm，径10～25mmである．外面は黄褐色～褐色を呈し，わずかに細根の跡がある．横断面の皮部は褐色，木部は淡黄褐色を呈し，褐色の同心性の輪及び放射状の線がある．質はち密で堅い．

本品は樟脳様のにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，周皮を残すものでは数層のコルク層がありコルク層の一部はコルク石細胞からなる．油細胞及び繊維を含む皮部柔組織が認められることがある．木部では道管及び木部繊維と，放射組織が交互に配列する．皮部及び木部の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶及び柱状晶，径1～15μmの単粒のでんぷん粒及び2～4粒からなる複粒のでんぷん粒を含む．

確認試験　本品の粉末3gにヘキサン40mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加温する．冷後，ろ過し，残留物にアンモニア試液10mL及び酢酸エチル／ジエチルエーテル混液(1：1)30mLを加え，20分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分取し，無水硫酸ナトリウム10gを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を留去し，残留物をエタノール(99.5)0.5mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.4付近に黄褐色のスポットを認める．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により

検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　2.5%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　6.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

ウワウルシ

Bearberry Leaf

UVAE URSI FOLIUM

本品はクマコケモモ*Arctostaphylos uva-ursi* Sprengel (*Ericaceae*)の葉である.

本品は定量するとき，アルブチン7.0%以上を含む.

生薬の性状　本品は倒卵形～へら形を呈し，長さ1～3cm，幅0.5～1.5cm，上面は黄緑色～暗緑色，下面は淡黄緑色である．全縁で鈍頭又は円頭でときにはくぼみ，葉脚はくさび形で，葉柄は極めて短い．葉身は厚く，上面に特異な網状脈がある．折りやすい.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに苦く，収れん性である.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，クチクラは厚く，さく状組織と海綿組織の柔細胞の形は類似する．維管束中には一細胞列からなる放射組織が扇骨状に2～7条走り，維管束の上下面の細胞中には，まばらにシュウ酸カルシウムの多角形の単晶及び集晶を含む．他の葉肉組織中には結晶を認めない.

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gに熱湯10mLを加え，少時振り混ぜた後，冷後，ろ過し，ろ液1滴をろ紙上に滴下し，これに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，暗紫色を呈する.

（2）　本品の粉末0.2gにエタノール(95)／水混液(7：3) 10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アルブチン1mgをエタノール(95)／水混液(7：3)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にギ酸エチル／水／ギ酸混液(8：1：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸(1→2)を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色～黒褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　枝　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，枝4.5%以上を含まない.

（2）　異物〈5.01〉　本品は枝以外の異物2.0%以上を含まない.

灰分〈5.01〉　4.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，水40mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に水40mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用アルブチンをデシケーター(減圧，シリカゲル)で12時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアルブチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

アルブチンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用アルブチンの秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(94：5：1)

流量：アルブチンの保持時間が約6分になるように調整する.

カラムの選定：定量用アルブチン，ヒドロキノン及び没食子酸0.05gずつを水に溶かして100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルブチン，ヒドロキノン，没食子酸の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，アルブチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

ウワウルシ流エキス

Uva Ursi Fluidextract

本品は定量するとき，アルブチン3.0w/v%以上を含む.

製法　本品は「ウワウルシ」の粗末をとり，熱「精製水」又は熱「精製水(容器入り)」を用いて流エキス剤の製法により浸出液を製した後，タンニン質の一部を除き，必要ならば減圧で濃縮し，適量の「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加え，規定の含量に調整して製する．本品には適量の「エタノール」を加えることができる.

性状　本品は黄褐色～暗赤褐色の液で，味は苦く，収れん性である.

本品は水又はエタノール(95)と混和する.

確認試験　本品1mLにエタノール(95)／水混液(7：3)30mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「ウワウルシ」の確認試験(2)を準用する.

純度試験　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，流エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

定量法　本品1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下「ウワウルシ」の定量法を準用する.

アルブチンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用アルブチンの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

エイジツ

Rose Fruit

ROSAE FRUCTUS

営実

本品はノイバラ*Rosa multiflora* Thunberg (*Rosaceae*)の偽果又は果実である.

生薬の性状　本品の偽果は球形，楕円球形又は偏球形を呈し，長さ5～9.5mm，径3.5～8mmである．外面は赤色～暗褐色で，滑らかでつやがある．しばしば一端に長さ約10mmの果柄を付け，他端にがく片のとれた五角形のがくの残基がある．内部には周壁に銀白色の毛が密生し，5～10個の成熟した堅果がある．堅果は不整有角性の卵形を呈し，長さ約4mm，径約2mmである．外面は淡黄褐色で，一端は鈍形で他端はややとがる.

本品はわずかににおいがあり，花床は甘くて酸味がある．堅果は初め粘液様で，後に渋くて苦く，刺激性がある.

確認試験　本品の粉末1gにメタノール20mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液5mLにリボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸0.5mLを加えて放置するとき，液は淡赤色～赤色を呈する.

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は果柄及びその他の異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

エイジツ末

Powdered Rose Fruit

ROSAE FRUCTUS PULVERATUS

営実末

本品は「エイジツ」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は灰黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味はわずかに粘液様で，渋くて，苦く，またわずかに酸味がある.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，極めて厚膜で径35～70μmの毛の破片，褐色のタンニンの塊を含む表皮及び下皮の破片，灰褐色の内容物を含む薄膜性の基本組織の破片，細い道管の破片，シュウ酸カルシウムの単晶，双晶又は集晶(花床の要素)，厚膜組織の破片，繊維群の破片，細い道管の破片，褐色のタンニン又は粘液を含む表皮の破片(果皮の要素)，アリューロン粒又は脂肪油を含む多角形の内乳の破片，多角形でタンニンを含む外面の表皮の破片，やや長形で側膜が波形の内面の表皮の破片(種子の要素)を認める.

確認試験　本品1gにメタノール20mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液5mLにリボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸0.5mLを加えて放置するとき，液は淡赤色～赤色を呈する.

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

エンゴサク

Corydalis Tuber

CORYDALIS TUBER

延胡索

本品は*Corydalis turtschaninovii* Besser forma *yanhusuo* Y. H. Chou et C. C. Hsu (*Papaveraceae*)の塊茎である.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，デヒドロコリダリン(デヒドロコリダリン硝化物として)0.08%以上を含む.

生薬の性状　本品はほぼ偏球形を呈し，径1～2cmで，一端に茎の跡がある．外面は灰黄色～灰褐色で質は堅く，破砕面は黄色で平滑又は灰黄緑色で粒状である.

本品はほとんどにおいがなく，味は苦い.

確認試験　本品の粉末2gにメタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／酢酸(100)混液(20：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に黄緑色の蛍光を発するスポット，R_f値0.35付近に黄色の蛍光を発するスポットを認める．また，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.6付近に褐色のスポットを認める.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉　15.0%以下.

灰分〈*5.01*〉　3.0%以下.

定量法　本品の粉末約1gを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(3：1)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物はメタノール／希塩酸混液(3：1)15mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノール／希塩酸混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用デヒドロコリダリン硝化物をデシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(3：1)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のデヒドロコリダリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

デヒドロコリダリン[デヒドロコリダリン硝化物($C_{22}H_{24}N_2O_7$)として]の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用デヒドロコリダリン硝化物の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.91gを水970mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.2に調整する．この液に過塩素酸ナトリウム14.05gを加えて溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液にアセトニトリル450mL及びラウリル硫酸ナトリウム0.20gを加えて溶かす．

流量：デヒドロコリダリンの保持時間が約24分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用デヒドロコリダリン硝化物1mg及びベルベリン塩化物1mgを水／アセトニトリル混液(20：9)20mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，デヒドロコリダリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，試験を6回繰り返すとき，デヒドロコリダリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

エンゴサク末

Powdered Corydalis Tuber

CORYDALIS TUBER PULVERATUM

延胡索末

本品は「エンゴサク」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，デヒドロコリダリン(デヒドロコリダリン硝化物として)0.08%以上を含む．

生薬の性状 本品は緑黄色～灰黄色を呈し，ほとんどにおいがなく，味は苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主として糊化したでんぷん塊又はでんぷん粒を含む淡黄色～無色の柔細胞を認め，更にコルク組織の破片，淡黄色の石細胞，厚壁細胞，網紋，らせん紋及び環紋道管の破片を認める．でんぷん粒は，単粒又は2～3個以上よりなる複粒である．

確認試験 本品2gにメタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸アンモニウム溶液(3→10)／酢酸(100)混液(20：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に黄緑色の蛍光を発するスポット，R_f値0.35付近に黄色の蛍光を発するスポットを認める．また，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.6付近に褐色のスポットを認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈5.01〉15.0%以下．

灰分〈5.01〉3.0%以下．

定量法 本品約1gを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(3：1)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物はメタノール／希塩酸混液(3：1)15mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノール／希塩酸混液(3：1)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用デヒドロコリダリン硝化物をデシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(3：1)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のデヒドロコリダリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

デヒドロコリダリン[デヒドロコリダリン硝化物($C_{22}H_{24}N_2O_7$)として]の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用デヒドロコリダリン硝化物の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.91gを水970mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.2に調整する．この液に過塩素酸ナトリウム14.05gを加えて溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液にアセトニトリル450mL及びラウリル硫酸ナトリウム0.20gを加えて溶かす．

流量：デヒドロコリダリンの保持時間が約24分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用デヒドロコリダリン硝化物1mg及びベルベリン塩化物1mgを水／アセトニトリル混液(20：9)20mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，デヒドロコリダリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，試験を6回繰り返すとき，デヒドロコリダリンのピーク面積の相対

標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

オウギ

Astragalus Root

ASTRAGALI RADIX

黄耆

本品はキバナオウギ*Astragalus membranaceus* Bunge又は*Astragalus mongholicus* Bunge (*Leguminosae*)の根である．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形を呈し，長さ30～100cm，径0.7～2cmで，ところどころに小さい側根の基部を付け，根頭部の近くはねじれている．外面は淡灰黄色～淡褐黄色で，不規則な粗い縦じわと横長の皮目様の模様がある．折りにくく，折面は繊維性である．横切面をルーペ視するとき，最外層は周皮で，皮部は淡黄白色，木部は淡黄色，形成層付近はやや褐色を帯びる．皮部の厚さは木部の径の約1／3～1／2で，細いものでは木部から皮部にわたって白色の放射組織が認められるが，太いものではしばしば放射状の裂け目となっている．通例，髄は認めない．

本品は弱いにおいがあり，味は甘い．

確認試験　本品の粉末1gを共栓遠心沈殿管に入れ，水酸化カリウム試液5mL及びアセトニトリル5mLを加え，密栓して10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上層を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ 1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　*Hedysarum*属植物及びその他の根　本品の縦切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，繊維束の外辺にシュウ酸カルシウムの単晶を含む結晶細胞列を認めない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4）　総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉　各々0.2ppm以下．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

オウゴン

Scutellaria Root

SCUTELLARIAE RADIX

黄芩

本品はコガネバナ*Scutellaria baicalensis* Georgi (*Labiatae*)の周皮を除いた根である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)10.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は円錐状，半管状又は平板状で，長さ5～20cm，径0.5～3cmである．外面は黄褐色を呈し，粗雑で著明な縦じわを認め，ところどころに側根の跡及び褐色の周皮の破片を残す．上端には茎の跡又は茎の残基を付ける．老根では中心部の木部は腐朽し，またしばしばうつろとなる．質は堅いが折りやすい．折面は繊維性で黄色である．

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gにジエチルエーテル20mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で5分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発して得た残留物をエタノール(95)10mLに溶かし，その3mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は灰緑色を呈し，後に紫褐色に変わる．

（2）　本品の粉末2gにメタノール10mLを加え，水浴上で3分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下．

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する．冷後，共栓遠心沈殿管に移し，遠心分離し，上澄液を分取する．還流抽出の容器は，薄めたメタノール(7→10)30mLで洗い，洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ，5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール(7→10)30mLを加え，5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途

水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→146)／アセトニトリル混液(18：7)

流量：バイカリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：バイカリン標準品1mg及びパラオキシ安息香酸メチル2mgをメタノールに溶かして100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

オウゴン末

Powdered Scutellaria Root

SCUTELLARIAE RADIX PULVERATA

黄芩末

本品は「オウゴン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)10.0%以上を含む．

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，ほとんどにおいがなく，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，少量のでんぷん粒を含む柔細胞の破片，網紋道管の破片，仮道管の破片，細長い石細胞を認め，更に少数のらせん紋道管及び木部繊維を認める．

確認試験

（1） 本品0.5gにジエチルエーテル20mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で5分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発して得た残留物をエタノール(95)10mLに溶かし，その3mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は灰緑色を呈し，後に紫褐色に変わる．

（2） 本品2gにメタノール10mLを加え，水浴上で3分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，シュウ酸カルシウムの結晶を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉 6.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0%以下．

定量法 本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する．冷後，共栓遠心沈殿管に移し，遠心分離し，上澄液を分取する．還流抽出の容器は，薄めたメタノール(7→10)30mLで洗い，洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ，5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール(7→10)30mLを加え，5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→146)／アセトニトリル混液(18：7)

流量：バイカリンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：バイカリン標準品1mg及びパラオキシ

安息香酸メチル2mgをメタノールに溶かして100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

オウセイ

Polygonatum Rhizome

POLYGONATI RHIZOMA

黄精

本品はナルコユリ*Polygonatum falcatum* A. Gray，カギクルマバナルコユリ*Polygonatum sibiricum* Redouté，*Polygonatum kingianum* Collett et Hemsley又は*Polygonatum cyrtonema* Hua (*Liliaceae*)の根茎を，通例，蒸したものである．

生薬の性状　本品は不整の円柱状を呈し，長さ3～10cm，径0.5～3cm，又は不規則な結節塊状を呈し，長さ5～10cm，径2～6cm，ときに分枝する．外面は黄褐色～黒褐色を呈し，上面には中央部がへこんだ円形の地上茎の跡が節状に突出し，下面には根の跡があり，多数の鱗節及び細い縦みぞがある．切面は平滑で，角質である．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層はクチクラで覆われた細胞層の表皮からなり，その内側は柔組織で満たされる．柔組織中には多数の維管束及び粘液細胞が散在する．維管束は並立維管束又は外木包囲維管束であり，粘液細胞中にはシュウ酸カルシウムの束針晶が含まれる．

確認試験

（1）　本品の細切0.5gに無水酢酸2mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する．

（2）　本品の細切1.0gに希塩酸10mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和する．この液3mLにフェーリング試液1mLを加えて加温するとき，赤色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

オウバク

Phellodendron Bark

PHELLODENDRI CORTEX

黄柏

本品はキハダ*Phellodendron amurense* Ruprecht又は*Phellodendron chinense* Schneider (*Rutaceae*)の周皮を除いた樹皮である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81)として]1.2%以上を含む.

生薬の性状　本品は板状又は巻き込んだ半管状の皮片で，厚さ2～4mmである．外面は灰黄褐色～灰褐色で，多数の皮目の跡があり，内面は黄色～暗黄褐色で，細かい縦線を認めるが平滑である．折面は繊維性で鮮黄色を呈する．横切面をルーペ視するとき，皮部外層は黄色で薄く，石細胞が黄褐色の点状に分布する．皮部内層は厚く，一次放射組織は外方に向かうに従い幅が広がるので，二次皮部の一次放射組織間はほぼ三角形を呈し，その頂点に後生放射組織が集中する．師部繊維群は褐色で，階段状に並び，放射組織と交叉し，格子状を呈する．

本品は弱いにおいがあり，味は極めて苦く，粘液性で，だ液を黄色に染める．

確認試験

（1）　本品の粉末1gにジエチルエーテル10mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置し，ろ過する．ろ紙上の粉末を集め，エタノール(95)10mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，ろ過する．ろ液2～3滴に塩酸1mLを加え，過酸化水素試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　(1)のろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

（3）　本品の粉末に水を加えてかき混ぜるとき，液は粘液のためゲル状を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉　11.0%以下(105℃，6時間).

灰分〈*5.01*〉　7.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mL及び20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．最後の残留物にメタノール10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化

物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)として]の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)
カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす．
流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する．
カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及び塩化パルマチン1mgずつをメタノールに溶かして10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

オウバク末

Powdered Phellodendron Bark

PHELLODENDRI CORTEX PULVERATUS

黄柏末

本品は「オウバク」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81)として]1.2%以上を含む．

生薬の性状 本品は鮮黄色～黄色を呈し，弱いにおいがあり，味は極めて苦く，粘液性で，だ液を黄色に染める．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，しばしば結晶細胞列を伴う黄色で厚膜性の繊維束又は繊維の破片，これより少数で異形細胞を混じえる石細胞群，でんぷん粒及び油滴を含む柔細胞の破片，放射組織の破片，師部組織の破片，粘液塊及びこれを含む粘液細胞を認める．シュウ酸カルシウムの単晶は多数で径7～20μm，でんぷん粒は単粒及び2～4個の複粒で，単粒の径は2～6μm，油滴はズダンⅢ試液で赤く染まる．

確認試験

（1） 本品1gにジエチルエーテル10mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置し，ろ過する．ろ紙上の粉末を集め，エタノール(95)10mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，ろ過する．ろ液2～3滴に塩酸1mLを加え，過酸化水素試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） (1)のろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

（3） 本品に水を加えてかき混ぜるとき，液は粘液のためゲル状を呈する．

純度試験 ウコン 本品をろ紙上に置き，その上にジエチルエーテルを滴加し放置した後，粉末を除き，水酸化カリウム試液1滴を滴加するとき，赤紫色を呈しない．また，本品を鏡検〈5.01〉するとき，糊化でんぷん及び黄赤色の樹脂を含有する分泌細胞を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 11.0%以下(105℃，6時間)．

灰分〈5.01〉 7.5%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5%以下．

定量法 本品約0.5gを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mL及び20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．最後の残留物にメタノール10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)として]の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)
カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす.

流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する.

カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及びパルマチン塩化物1mgずつをメタノールに溶かして10mLとする. この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

パップ用複方オウバク散

Compound Phellodendron Powder for Cataplasm

製法

オウバク末	660g
サンシシ末	325g
d－又は*dl*－カンフル	10g
dl－又は*l*－メントール	5g
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する.

性状　本品は黄褐色の粉末で，特異なにおいがある.

確認試験　本品0.2gにメタノール5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする. 別にベルベリン塩化物標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする. これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(オウバク).

貯法　容器　気密容器.

オウバク・タンナルビン・ビスマス散

Phellodendron, Albumin Tannate and Bismuth Subnitrate Powder

本品は定量するとき，ビスマス(Bi：208.98)として12.9～16.3%を含む.

製法

オウバク末	300g
タンニン酸アルブミン	300g
次硝酸ビスマス	200g
ロートエキス	10g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する. ただし，「ロートエキス」の代わりに，「ロートエキス散」を用いて製することができる.

性状　本品は帯褐黄色で味は苦い.

確認試験

（1）　本品0.1gにメタノール5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする. 別にベルベリン塩化物標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする. これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(オウバク).

（2）　本品0.3gにエタノール(95)20mLを加え，水浴中で振り混ぜながら3分間加熱し，冷後，ろ過する. ろ液10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青緑色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる(タンニン酸アルブミン).

（3）　本品0.3gに薄めたピリジン(1→5)10mLを加え，水浴中で振り混ぜながら3分間加温し，冷後，ろ過する. ろ液にニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液1mLを加え，水浴中で加熱するとき，液は青色を呈する(タンニン酸アルブミン).

（4）　本品0.5gに希塩酸5mL及び水10mLを加えて加温し，よく振り混ぜた後，ろ過する. ろ液はビスマス塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

定量法　本品約0.7gを精密に量り，水10mL及び薄めた硝酸(1→3)20mLを加えてよく振り混ぜ，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する. 初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする. この液25mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする. 別に硝酸ビスマス五水和物約0.23gを精密に量り，薄めた硝酸(1→3)20mL及び水を加えて溶かし正確に100mLとする. この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする. この液25mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，それぞれの液の吸光度A_T及びA_Sを測定する. また，薄めた硝酸(1→3)20mLをとり，以下標準溶液と同様に操作して得た液につき吸光度A_0を測定する.

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ビスマス中空陰極ランプ
波長：223.1nm

ビスマス(Bi)の量(mg)
$= M \times (A_T - A_0) / (A_S - A_0) \times 0.4308$

M：硝酸ビスマス五水和物の秤取量(mg)

貯法 容器 密閉容器.

オウレン

Coptis Rhizome
COPTIDIS RHIZOMA
黄連

本品はオウレン *Coptis japonica* Makino, *Coptis chinensis* Franchet, *Coptis deltoidea* C.Y. Cheng et Hsiao 又は *Coptis teeta* Wallich (*Ranunculaceae*)の根をほとんど除いた根茎である.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81)として]4.2%以上を含む.

生薬の性状 本品は不整の円柱形で長さ2～4cm，まれに10cmに達し，径0.2～0.7cmで多少湾曲し，しばしば分枝する．外面は灰黄褐色を呈し，輪節があり，多数の根の基部を認める．おおむね一端に葉柄の残基がある．折面はやや繊維性で，コルク層は淡灰褐色，皮部及び髄は黄褐色～赤黄褐色，木部は黄色～赤黄色である.

本品は弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性で，だ液を黄色に染める.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は薄膜のコルク細胞からなり，皮部柔組織中にはコルク層に近い部位に石細胞群，形成層に近い部位に黄色の師部繊維を認めるものが多い．木部は主として道管，仮道管，木部繊維からなり，放射組織は明らかで，髄は大きく，髄中には石細胞又は厚膜木化した細胞を伴う石細胞を認めることがある．柔細胞には細かいでんぷん粒を含む.

確認試験

（1） 本品の粉末0.5gに水10mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，ろ過する．ろ液2～3滴に塩酸1mLを加え，過酸化水素試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する.

（2） 本品の粉末0.5gにメタノール20mLを加え，2分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験 ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉 11.0%以下(105℃，6時間).

灰分〈5.01〉 4.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0%以下.

定量法 本品の粉末約0.5gを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mL及び20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．最後の残留物にメタノール10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)として]の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)
カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす.
流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する.
カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及びパルマチン塩化物1mgずつをメタノールに溶かして10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法 容器 密閉容器.

オウレン末

Powdered Coptis Rhizome
COPTIDIS RHIZOMA PULVERATUM
黄連末

本品は「オウレン」を粉末としたものである.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベル

ベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81)として]4.2%以上を含む.

生薬の性状　本品は黄褐色～灰黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性で，だ液を黄色に染める.

本品を鏡検〈5.01〉するとき，ほとんどすべての要素は黄色を呈し，道管の破片，仮道管の破片，木部繊維の破片，でんぷん粒を含む柔細胞，多角性のコルク組織，通例，円形～鈍多角形を呈する石細胞又はその群，径10～20μmの師部繊維又はその束の破片を認め，更に多角性で細長く膜が特異な肥厚を示す葉柄の表皮細胞を認めるものがある．でんぷん粒は単粒で，径1～7μmである.

確認試験

（1）　本品0.5gに水10mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，ろ過する．ろ液2～3滴に塩酸1mLを加え，過酸化水素試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する.

（2）　本品0.5gにメタノール20mLを加え，2分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　オウバク　本品を鏡検〈5.01〉するとき，結晶細胞列又は粘液塊を認めない．また，本品0.5gに水2mLを加えてかき混ぜるとき，液はゲル状を呈しない.

（2）　ウコン　本品をろ紙上に置き，その上にジエチルエーテルを滴加し放置した後，粉末を除き，水酸化カリウム試液1滴を滴加するとき，赤紫色を呈しない．また，本品を鏡検〈5.01〉するとき，糊化でんぷん及び黄赤色の樹脂を含有する分泌細胞を認めない.

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　11.0%以下(105℃，6時間).

灰分〈5.01〉　4.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.

定量法　本品約0.5gを精密に量り，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール／希塩酸混液(100：1)30mL及び20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．最後の残留物にメタノール10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)として]の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす.

流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する.

カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及びパルマチン塩化物1mgずつをメタノールに溶かして10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

黄連解毒湯エキス

Orengedokuto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ベルベリン[ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81)として]20～80mg，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)80～240mg及びゲニポシド30～90mg(サンシシ2gの処方)，45～135mg(サンシシ3gの処方)を含む.

製法

	1)	2)	3)	4)
オウレン	1.5g	1.5g	2g	2g
オウバク	1.5g	3g	2g	1.5g
オウゴン	3g	3g	3g	3g
サンシシ	2g	3g	2g	2g

1)～4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状　本品は黄褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，特異なにおいがあり，味は極めて苦い.

確認試験

（1）　乾燥エキス0.5g(軟エキスは1.5g)をとり，メタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用コプチシン塩化物1mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液

につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)／メタノール混液(15：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(オウレン).

（2）　乾燥エキス0.5g(軟エキスは1.5g)をとり，水5mLを加えて振り混ぜた後，酢酸エチル25mLを加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，メタノール1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リモニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウバク).

（3）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オウゴニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウゴン).

（4）　乾燥エキス0.5g(軟エキスは1.5g)をとり，メタノール10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サンシシ).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　7.0%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し12.0%以下.

定量法

（1）　ベルベリン　乾燥エキス約0.2g(軟エキスは乾燥物として約0.2gに対応する量)を精密に量り，移動相50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLにリン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを加えて溶かす．
流量：毎分1.0mL(ベルベリンの保持時間約8分)

システム適合性
システムの性能：ベルベリン塩化物標準品及び塩化パルマチン1mgずつを移動相に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　バイカリン　乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液(19：6)

流量：毎分1.0mL(バイカリンの保持時間約10分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（３）　ゲニポシド　乾燥エキス約0.2g(軟エキスは乾燥物として約0.2gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ゲニポシドをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ゲニポシドの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ゲニポシドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(900：100：1)

流量：毎分1.0mL(ゲニポシドの保持時間約10分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゲニポシドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

オンジ

Polygala Root

POLYGALAE RADIX

遠志

本品はイトヒメハギ*Polygala tenuifolia* Willdenow (*Polygalaceae*)の根である．

生薬の性状　本品は屈曲した細長い円柱形又は円筒形を呈し，主根は長さ10～20cm，径0.2～1cmで，ときには1～数個の側根が付いている．外面は淡灰褐色で，粗い縦じわがあり，また，ところどころに深い横じわがあって多少割れ込んでいる．折りやすく，折面は繊維性ではない．横切面は辺縁が不規則に起伏し，皮部は比較的厚く，ところどころに大きな裂け目があり，木部は通例，円形～楕円形，淡褐色で，しばしばくさび形に裂けている．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかにえぐい．

確認試験

（１）　本品の粉末0.5gに水10mLを加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（２）　本品の粉末0.5gに無水酢酸2mLを加えてよく振り混ぜ，2分間放置した後，ろ過し，ろ液に硫酸1mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈し，上層は淡青緑色～褐色を呈する．

純度試験

（１）　茎　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，茎10.0%以上を含まない．

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（４）　異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない．

（５）　総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉　各々0.2ppm以下．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

オンジ末

Powdered Polygala Root

POLYGALAE RADIX PULVERATA

遠志末

本品は「オンジ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡黄灰褐色を呈し，弱いにおいがあり，味はわずかにえぐい．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク組織の破片，孔紋及び網紋道管の破片，仮道管の破片，少数の単膜孔のある木部柔細胞の破片，木部繊維の破片，油滴状の内容物やシュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を含む柔細胞の破片を認める．油滴状の内容物はズダンⅢ試液で赤く染まる．

確認試験

（1） 本品0.5gに水10mLを加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品0.5gに無水酢酸2mLを加えてよく振り混ぜ，2分間放置した後，ろ過し，ろ液に硫酸1mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈し，上層は淡青緑色～褐色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞及びでんぷん粒を認めない．

（4） 総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉 各々0.2ppm以下.

灰分〈*5.01*〉 6.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

カゴソウ

Prunella Spike

PRUNELLAE SPICA

夏枯草

本品はウツボグサ*Prunella vulgaris* Linné var. *lilacina* Nakai (*Labiatae*)の花穂である．

生薬の性状 本品はほぼ円柱形で麦穂状を呈し，長さ3～6cm，径1～1.5cm，灰褐色である．花穂は多数の包葉及びがく筒を付け，上部にはしばしば花冠が残存する．通例，がく中に四分果があり，包葉は心形～偏心形で，がくと共に脈上に白色の毛がある．質は軽い．

本品はほとんどにおい及び味がない．

純度試験

（1） 茎 本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，茎5.0%以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉 13.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 5.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

カシュウ

Polygonum Root

POLYGONI MULTIFLORI RADIX

何首烏

本品はツルドクダミ*Polygonum multiflorum* Thunberg (*Polygonaceae*)の塊根で，しばしば輪切される．

生薬の性状 本品はほぼ紡錘形を呈し，長さ10～15cm，径2～5cm．外面は赤褐色～暗褐色で，粗いしわがある．横切面は淡赤褐色又は淡灰褐色で，中央部に大型の維管束とその回りに小形の多数の異常維管束が不規則に散在する．質は重く堅い．

本品は特異な弱いにおいがあり，味は渋くてやや苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は数層のコルク層からなり，コルク細胞には褐色の物質が含まれる．皮層は柔組織からなる．各異常維管束は環状の形成層とそれを挟む師部と木部からなる．師部に外接して繊維が見られる．根の中心部は木化している．柔組織中には単粒及び2～8個の複粒のでんぷん粒とシュウ酸カルシウムの集晶を含む．でんぷん粒のへそは明瞭である．

確認試験 本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をメタノール2mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／メタノール／酢酸(100)混液(200：10：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.3付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉 5.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 17.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

ガジュツ

Zedoary

ZEDOARIAE RHIZOMA

莪述

本品はガジュツ*Curcuma zedoaria* Roscoe (*Zingiberaceae*)の根茎を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状 本品はほぼ卵形を呈し，長さ4～6cm，径2.5～4cmである．外面は灰黄褐色～灰褐色で，節は環状に隆起し，節間は0.5～0.8cmで，細かい縦じわ，根を除いた跡及び分枝した根茎の小隆起がある．ルーペ視するとき，外面に粗毛を認める．角質で切りにくく，その横切面は灰褐色で，皮層は厚さ2～5mm，中心柱は広く，これらの境は淡灰褐色の線として認められる．

本品は特異なにおいがあり，味は辛くて苦く，清涼である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により

検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈5.01〉　7.0%以下.

精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.5mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う.

貯法　容器　密閉容器.

カッコウ

Pogostemon Herb

POGOSTEMONI HERBA

藿香

広藿香

本品は*Pogostemon cablin* Bentham (*Labiatae*)の地上部である.

生薬の性状　本品は茎及びこれに対生した葉からなる．葉はしわがよって縮み，水に浸してしわを伸ばすと，卵形～卵状長楕円形を呈し，長さ2.5～10cm，幅2.5～7cm，辺縁に鈍きょ歯があり，基部は広いくさび形で葉柄を付ける．葉の上面は暗褐色，下面は灰褐色を呈し，両面に密に毛がある．茎は方柱形，中実で，表面は灰緑色を呈し，灰白色～黄白色の毛があり，髄は大きく，類白色で海綿状を呈する．ルーペ視するとき，毛，腺毛及び腺りんを認める.

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品の葉柄の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，向軸面中央は大きく突出し，その表皮の内側に厚角細胞が認められる．中央部の維管束は2群に分かれる．葉身主脈部の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，主脈の向軸面は大きく突出し，その表皮の内側に厚角細胞が認められる．中央部には扇状に配列した維管束がある．茎の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，表皮の内側に数細胞層の厚角組織が認められる．ときに表皮下にコルク層が発達することがある．皮層の内側には並立維管束が環状に配列し，師部の外側に師部繊維群が認められる．皮層の柔細胞中に油滴が，髄の柔細胞中にシュウ酸カルシウムの針晶，単晶又は柱状晶が認められる.

確認試験　本品の粉末0.5gにメタノール5mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で加熱するとき，R_f値0.4付近に赤色のスポットを認める.

乾燥減量〈5.01〉　15.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　13.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　3.0%以下.

精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.3mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う.

貯法　容器　密閉容器.

カッコン

Pueraria Root

PUERARIAE RADIX

葛根

本品はクズ*Pueraria lobata* Ohwi (*Leguminosae*)の周皮を除いた根である.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，プエラリン($C_{21}H_{20}O_9$：416.38)2.0%以上を含む.

生薬の性状　本品は，通例，一辺約0.5cmの不正六面体に切断したもの，又は長さ20～30cm，幅5～10cm，厚さ約1cmの板状に縦割したもので，外面は淡灰黄色～灰白色を呈する．横切面には形成層の特殊な発育による同心性の輪層又はその一部が認められる．ルーペ視するとき，師部は淡灰黄色，木部は多数の道管が小点として認められ，放射組織はやや陥没する．縦切面には繊維性の木部と柔組織とが交互に縦紋を形成する．本品は縦に割れやすく，折面は極めて繊維性である.

本品はにおいがなく，味はわずかに甘く，後にやや苦い.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，師部には結晶細胞列を伴う繊維束，木部には道管及び木部繊維が著しく，柔組織には多数のでんぷん粒が認められる．でんぷん粒は多面体の単粒，まれに2～3個からなる複粒で，長径2～18μm，多くは8～12μm，中央にへそ又は欠裂を認め，層紋がある.

確認試験　本品の粉末2gにメタノール10mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にプエラリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(12：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

定量法　本品の粉末約0.3gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は薄めたメタノール(1→2)50mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にプエラリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のプエラリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

プエラリン($C_{21}H_{20}O_9$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したプエラリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(9：1)

流量：プエラリンの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プエラリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プエラリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

葛根湯エキス

Kakkonto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$：165.23)及びプソイドエフェドリン($C_{10}H_{15}NO$：165.23)]9～27mg(マオウ3gの処方)，12～36mg(マオウ4gの処方)，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)14～56mg(シャクヤク2gの処方)，21～84mg(シャクヤク3gの処方)及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)19～57mgを含む．

製法

	1)	2)	3)	4)
カッコン	8g	4g	4g	4g
マオウ	4g	4g	3g	3g
タイソウ	4g	3g	3g	3g
ケイヒ	3g	2g	2g	2g
シャクヤク	3g	2g	2g	2g
カンゾウ	2g	2g	2g	2g
ショウキョウ	1g	1g	1g	2g

1)～4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，特異なにおいがあり，味は初め甘く，後に辛く，やや苦い．

確認試験

（1）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプエラリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(カッコン)．

（2）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にエフェドリン塩酸塩1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(マオウ)．

（3）　乾燥エキス10g(軟エキスは30g)を300mLの硬質ガラスフラスコに入れ，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ケイヒ)．

（4）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク)．

（5）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶か

し，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（６）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　10.0％以下(1g，105℃，5時間).

軟エキス　66.7％以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し10.0％以下.

定量法

（１）　総アルカロイド[エフェドリン及びプソイドエフェドリン]　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用エフェドリン塩酸塩を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のエフェドリン及びプソイドエフェドリンのピーク面積A_{TE}及びA_{TP}並びに標準溶液のエフェドリンのピーク面積A_Sを測定する．

総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$)及びプソイドエフェドリン($C_{10}H_{15}NO$)]の量(mg)

$= M_S \times (A_{TE} + A_{TP}) / A_S \times 1/10 \times 0.819$

M_S：定量用エフェドリン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→130)／アセトニトリル／リン酸混液(650：350：1)

流量：毎分1.0mL(エフェドリンの保持時間約27分)

システム適合性

システムの性能：定量用エフェドリン塩酸塩及びプソイドエフェドリン塩酸塩1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プソイドエフェドリン，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5％以下である．

（２）　ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLを正確に量り，あらかじめ，カラムクロマトグラフィー用ポリアミド2gを用いて調製したカラムに入れ，水で流出させ正確に20mLとし，試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク

面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（３） グリチルリチン酸 乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 気密容器．

カッセキ

Aluminum Silicate Hydrate with Silicon Dioxide

KASSEKI

滑石

軟滑石

本品は鉱物であり，主として含水ケイ酸アルミニウム及び二酸化ケイ素からなる．

本品は鉱物学上の滑石とは異なる．

生薬の性状 本品は白色～淡紅色の粉末性の結晶塊で，砕くと容易に微細な粉末となる．粉末はややざらつき，皮膚につきやすい．本品の粉末を水で潤すとき，やや暗色を帯び，可塑性となる．

本品は特異なにおいがあり，味はほとんどない．かめば細かい砂をかむような感じがある．

本品の粉末を封入剤と共にスライドガラスとカバーガラスの間で十分にすりつぶしたものを鏡検〈5.01〉するとき，円形～多角形を呈する径10μm以上の結晶を多く認める．

確認試験 本品の粉末0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え，白煙が生じるまで加熱し，冷後，水20mLを加えてろ過する．ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈1.09〉の(1)，(2)及び(4)を呈する．

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 本品1.5gに水50mL及び塩酸5mLを加え，20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水10mLずつで2回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水(28)を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩化ヒドロキシルアンモニウム0.45gを加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物0.45g，希酢酸6mL及び水を加えて150mLとする．この液50mLをとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに塩化ヒドロキシルアンモニウム0.15g，酢酸ナトリウム三水和物0.15g，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下)．

（２） ヒ素〈1.11〉 本品1.0gに希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸5mLを加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水10mLを加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

貯法 容器 密閉容器．

カノコソウ

Japanese Valerian

VALERIANAE RADIX

吉草根

本品はカノコソウ *Valeriana fauriei* Briquet (*Valerianaceae*)の根及び根茎である．

生薬の性状 本品は倒卵円形の短い根茎の周囲に多くの細長い根を付けたもので，外面は暗褐色～灰褐色を呈する．根は長さ10～15cm，径0.1～0.3cm，外面に細かい縦じわがあり，折りやすい．根茎は長さ1～2cm，径1～2cm，上端には芽及び茎の残基があり，質は堅く折りにくい．その側面にストロンが付いていることがあり，ストロンは太くて短いか，又は細長くて極めて小さいりん片葉を持つ．根の横切面をルーペ視するとき，皮層は淡灰褐色で厚く，中心柱は灰褐色を呈する．

本品は強い特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈5.01〉 10.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 5.0%以下．

精油含量〈5.01〉 本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，

その量は0.3mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う．

貯法　容器　気密容器.

カノコソウ末

Powdered Japanese Valerian

VALERIANAE RADIX PULVERATA

吉草根末

本品は「カノコソウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は暗灰褐色を呈し，やや湿った感があり，強い特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒，これを含む柔細胞の破片，孔紋，網紋，環紋及びらせん紋道管の破片，油滴を含み膜がコルク化して娘細胞に分かれた外皮の破片，根茎又はストロンにある黄色の石細胞の破片，極めてまれに，表皮の破片，繊維の破片を認める．でんぷん粒は径10～20μmの単粒及び2～4個からなる複粒で，油滴はズダンⅢ試液で赤く染まる．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　10.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

精油含量〈*5.01*〉　本品50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.2mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う．

貯法　容器　気密容器.

加味逍遙散エキス

Kamishoyosan Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)28～84mg，ゲニポシド25～75mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)12～36mg(カンゾウ1.5gの処方)，16～48mg(カンゾウ2gの処方)を含む.

製法

	1)	2)	3)	4)	5)	6)
トウキ	3g	3g	3g	3g	3g	3g
シャクヤク	3g	3g	3g	3g	3g	3g
ビャクジュツ	3g	－	3g	－	3g	3g
ソウジュツ	－	3g	－	3g	－	－
ブクリョウ	3g	3g	3g	3g	3g	3g
サイコ	3g	3g	3g	3g	3g	3g
ボタンピ	2g	2g	2g	2g	2g	2g
サンシシ	2g	2g	2g	2g	2g	2g
カンゾウ	2g	2g	1.5g	1.5g	1.5g	1.5g
ショウキョウ	1g	1g	1g	1g	1.5g	0.5g
ハッカ	1g	1g	1g	1g	1g	1g

1)～6）の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は黄褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は甘く，やや辛く，後に苦い．

確認試験

（１）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*Z*)－リグスチリド1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(トウキ).

（２）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアルビフロリン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(6：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク).

（３）（ビャクジュツ配合処方）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒とし

て約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1－ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ).

（4） (ソウジュツ配合処方) 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ).

（5） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイコ).

（6） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル15mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル混液(5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ボタンピ).

（7） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(6：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サンシシ).

（8） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（9） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

(10) 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，薄めたリン酸(1→30)10mLを加えて振り混ぜた後，酢酸エチル15mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にハッカの粉末0.2gに薄めたリン酸(1→30)10mLを加えて振り混ぜた後，酢酸エチル15mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(10：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポット(R_f値0.6付近)と色調及びR_f値が等しい(ハッカ).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　9.0%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対し10.0%以下.

定量法

（１）　ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)
流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)
システム適合性
システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（２）　ゲニポシド　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ゲニポシドをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ゲニポシドの量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ゲニポシドの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(900：100：1)
流量：毎分1.0mL(ゲニポシドの保持時間約10分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゲニポシドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（３）　グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)
流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器.

カロコン

Trichosanthes Root

TRICHOSANTHIS RADIX

栝楼根

本品は*Trichosanthes kirilowii* Maximowicz，キカラスウリ *Trichosanthes kirilowii* Maximowicz var. *japonicum* Kitamura又はオオカラスウリ*Trichosanthes bracteata* Voigt (*Cucurbitaceae*)の皮層を除いた根である．

生薬の性状　本品は不整の円柱形を呈し，長さ5～10cm，径3～5cm，しばしば縦割されている．外面は淡黄白色で，不規則な維管束の走行が帯褐黄色に認められる．折面はやや繊維性で淡黄色である．横切面をルーペ視するとき，幅の広い放射組織及び帯褐黄色の道管による斑点又は小孔を認める．

本品はにおいがなく，味はわずかに苦い．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　4.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

カンキョウ

Processed Ginger

ZINGIBERIS PROCESSUM RHIZOMA

乾姜

本品はショウガ *Zingiber officinale* Roscoe (*Zingiberaceae*)の根茎を湯通し又は蒸したものである．

生薬の性状　本品は偏圧した不規則な塊状でしばしば分枝する．分枝した各部はやや湾曲した卵形又は長卵形を呈し，長さ2～4cm，径1～2cmである．外面は灰黄色～灰黄褐色で，しわ及び輪節がある．折面は褐色～暗褐色で透明感があり角質である．横切面をルーペ視するとき皮層と中心柱は区分され，全面に維管束が散在する．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，外側よりコルク層，皮層，内皮，中心柱が認められる．皮層と中心柱は1層の内皮によって区分される．皮層及び中心柱は柔組織からなり，繊維束で囲まれた維管束が散在する．柔組織中には黄色の油様物質を含む油細胞が散在し，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶が含まれ，でんぷんは糊化している．

確認試験　本品の粉末2gにジエチルエーテル5mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液(1)とする．残留物にメタノール5mLを加え，同様に操作し，試料溶液(2)とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ショーガオール1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液(1)とする．また，白糖1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液(1)及び標準溶液(1)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液(1)から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液(1)から得た緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．また，試料溶液(2)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(8：5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ナフタレンジオール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液(2)から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液(2)から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉　15.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　6.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

カンゾウ

Glycyrrhiza

GLYCYRRHIZAE RADIX

甘草

本品は*Glycyrrhiza uralensis* Fischer又は*Glycyrrhiza glabra* Linné (*Leguminosae*)の根及びストロンで，ときには周皮を除いたもの(皮去りカンゾウ)である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)2.5%以上を含む．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形を呈し，径0.5～3.0cm，長さ1m以上に及ぶ．外面は暗褐色～赤褐色で縦じわがあり，しばしば皮目，小芽及びりん片葉を付ける．周皮を除いたものは外面が淡黄色で繊維性である．横切面では，皮部と木部の境界がほぼ明らかで，放射状の構造を現し，しばしば放射状に裂け目がある．ストロンに基づくものでは髄を認めるが，根に基づくものではこれを認めない．

本品は弱いにおいがあり，味は甘い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，黄褐色の多層のコルク層とその内層に1～3細胞層のコルク皮層がある．皮部には放射組織が退廃師部と交互に放射状に配列し，師部には結晶細胞列で囲まれた厚膜で木化不十分な師部繊維群がある．周皮を除いたものでは師部の一部を欠くものがある．木部には黄色で巨大な道管の列と3～10細胞列の放射組織が交互に放射状に配列する．道管は結晶細胞列で囲まれた木部繊維及び木部柔細胞を伴う．ストロンに基づくものでは柔細胞性の髄がある．柔細胞はでんぷん粒を含み，また，しばしばシュウ酸カルシウムの単晶を含む．

確認試験　本品の粉末2gにエタノール(95)／水混液(7：3)

10mLを加え，水浴上で5分間振り混ぜながら加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品5mgをエタノール(95)／水混液(7：3)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス25.0%以上.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール70mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール25mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約25mgを精密に量り，希エタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：グリチルリチン酸の保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：グリチルリチン酸標準品5mg及びパラオキシ安息香酸プロピル1mgを希エタノールに溶かして20mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

カンゾウ末

Powdered Glycyrrhiza

GLYCYRRHIZAE RADIX PULVERATA

甘草末

本品は「カンゾウ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)2.5%以上を含む．

生薬の性状　本品は淡黄褐色又は淡黄色～灰黄色(皮去りカンゾウの粉末)を呈し，弱いにおいがあり，味は甘い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主として結晶細胞列を伴う黄色の厚膜性の繊維束，孔紋，網紋及び階紋の膜孔と単穿孔のある径80～200μmの道管，でんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの単晶を含む柔細胞並びにそれらの破片，コルク組織を認める．皮去りカンゾウの粉末ではコルク組織を認めないか，又は認めてもわずかである．でんぷん粒は単粒で径は2～20μm，シュウ酸カルシウムの単晶は径10～30μmである．

確認試験　本品2gにエタノール(95)／水混液(7：3)10mLを加え，水浴上で5分間振り混ぜながら加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品5mgをエタノール(95)／水混液(7：3)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞を認めない．

（4）　総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス25.0%以上.

定量法　本品約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希

エタノール70mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール25mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約25mgを精密に量り，希エタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：グリチルリチン酸の保持時間が約10分になるように調整する．

カラムの選定：グリチルリチン酸標準品5mg及びパラオキシ安息香酸プロピル1mgを希エタノールに溶かして20mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

カンゾウエキス

Glycyrrhiza Extract

甘草エキス

本品は定量するとき，グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)4.5%以上を含む.

製法 「カンゾウ」又は「カンゾウ」の規格に合致する同属植物(*Leguminosae*)由来の根及びストロンの細切1kgに「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」5Lを加え，2日間冷浸し，布ごしした後，更に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」3Lを加えて12時間冷浸し布ごしする．ろ液を合わせ，蒸発して3Lとし，冷後，「エタノール」1Lを加えて2日間冷所に放置した後，ろ過し，ろ液を蒸発して軟エキスとする.

性状 本品は褐色～黒褐色の軟エキスで，特異なにおいがあり，味は甘い.

本品は水に澄明又はわずかに混濁して溶ける.

確認試験 本品0.8gにエタノール(95)／水混液(7：3)10mLを加え，2分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下「カンゾウ」の確認試験を準用する.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） 不溶物 本品2.0gを水18mLに溶かし，ろ過する．ろ液10mLにエタノール(95)5mLを加えるとき，液は澄明である.

定量法 本品約0.15gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール25mLを加え，ときどき振り混ぜながら50℃で30分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール20mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約20mgを精密に量り，希エタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「カンゾウ」の定量法を準用する.

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器.

カンゾウ粗エキス

Crude Glycyrrhiza Extract

甘草羔

本品は定量するとき，グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)6.0%以上を含む.

製法 本品は「カンゾウ」又は「カンゾウ」の規格に合致する同属植物(*Leguminosae*)由来の根及びストロンの粗末に「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて煮沸し，加圧ろ過して得たろ液を蒸発して製する.

性状 本品はつやのある暗黄赤色～黒褐色の板状，棒状若しくは塊状又は黄褐色の粉末である．本品で板状，棒状又は塊状のものは，寒冷時は砕きやすく，その破砕面は暗黄赤色で，貝がらのようでつやがあり，温時は柔軟性である.

本品は特異なにおいがあり，味は甘い.

本品は水に混濁して溶ける.

確認試験 本品0.6gにエタノール(95)／水混液(7：3)10mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下「カンゾウ」の確認試験を準用する.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） 水不溶物 本品の粉末5.0gに水100mLを加えて煮沸し，冷後，質量既知のろ紙を用いてろ過し，水洗した後，残留物を105℃で5時間乾燥するとき，その量は1.25g以下である.

（3） 異物 (2)のろ液は強い苦味がない.

（4）　でんぷん　本品の粉末約1gに水を加えて20mLとし，よく振り混ぜてろ過し，ろ紙上の残留物を鏡検するとき，でんぷん粒を認めない．

灰分〈*5.01*〉　12.0%以下(1g).

定量法　本品約0.15gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール25mLを加え，時々振り混ぜながら50℃で30分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール20mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約20mgを精密に量り，希エタノールに溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「カンゾウ」の定量法を準用する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

カンテン

Agar

AGAR

寒天

本品はマクサ(テングサ)*Gelidium elegans* Kuetzing，その他同属植物(*Gelidiaceae*)又は諸種紅そう類(*Rhodophyta*)から得た粘液を凍結脱水したものである．

生薬の性状　本品は半透明な白色で，四面柱体，線状又はりん片状の細片で，四面柱体のものは長さ約26cm，切り口約4cm平方，線状のものは長さ約35cm，幅約3mm，りん片状のものは長さ約3mmの細片で，外面にしわ及び多少の光沢があり，質は軽くしなやかである．

本品はにおいがなく，味はないが粘滑性である．

本品は有機溶剤にほとんど溶けない．

本品の沸騰水溶液(1→100)は中性である．

確認試験

（1）　本品の破片にヨウ素試液を滴加するとき，暗青色～帯赤紫色を呈する．

（2）　本品1gに水65mLを加え，10分間絶えずかき混ぜながら煮沸して溶かし，蒸発した水分を熱湯で補う．この液は澄明であり，30～39℃に冷却するとき，弾力性のゲルとなり，これを加熱するとき，85℃以下で溶けない．

純度試験

（1）　硫酸　本品1.0gに水100mLを加え，煮沸して溶かすとき，液は酸性を呈しない．

（2）　亜硫酸及びでんぷん　(1)の液5mLにヨウ素試液2滴を加えるとき，試液の色は直ちに消えない．また，液は青色を呈しない．

（3）　不溶物　本品7.5gに水500mLを加え，15分間煮沸した後，水を加えて正確に500mLとし，この液100mLを正確に量り，熱湯100mLを加え，沸騰するまで加熱し，質量既知のガラスろ過器(G3)を用いて熱時ろ過し，残留物を少量の熱湯で洗い，105℃で3時間乾燥するとき，その量は15.0mg以下である．

（4）　水分吸収度　本品5.0gに水を加えて100mLとし，よく振り混ぜ，25℃で24時間放置した後，潤したガラスウールを用いて100mLのメスシリンダーにろ過するとき，ろ液の量は75mL以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉　22.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　4.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

カンテン末

Powdered Agar

AGAR PULVERATUM

寒天末

本品は「カンテン」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は白色を呈し，においはなく，味はないが粘滑性である．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈*5.01*〉するとき，線条のあるやや有角性の粒からなるものと，径5～60μmのほぼ球状の粒からなるものとがある．

本品は抱水クロラール試液によって透明となる．

本品は有機溶剤にほとんど溶けない．

本品の沸騰水溶液(1→100)は中性である．

確認試験

（1）　本品にヨウ素試液を滴加するとき，暗青色～帯赤紫色を呈する．

（2）　本品1gに水65mLを加え，10分間絶えずかき混ぜながら煮沸して溶かし，蒸発した水分を熱湯で補う．この液は澄明であり，30～39℃に冷却するとき，弾力性のゲルとなり，これを加熱するとき，85℃以下で溶けない．

純度試験

（1）　硫酸　本品1.0gに水100mLを加え，煮沸して溶かすとき，液は酸性を呈しない．

（2）　亜硫酸及びでんぷん　(1)の液5mLにヨウ素試液2滴を加えるとき，試液の色は直ちに消えない．また，液は青色を呈しない．

（3）　不溶物　本品7.5gに水500mLを加え，15分間煮沸した後，水を加えて正確に500mLとし，この液100mLを正確に量り，熱湯100mLを加え，沸騰するまで加熱し，質量既知のガラスろ過器(G3)を用いて熱時ろ過し，残留物を少量の熱湯で洗い，105℃で3時間乾燥するとき，その量は15.0mg以下である．

（4）　水分吸収度　本品5.0gに水を加えて100mLとし，よく振り混ぜ，25℃で24時間放置した後，潤したガラスウールを用いて100mLのメスシリンダーにろ過するとき，ろ液の量は75mL以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉　22.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　4.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下.

貯法　容器　気密容器.

キキョウ

Platycodon Root

PLATYCODI RADIX

桔梗根

本品はキキョウ*Platycodon grandiflorum* A. De Candolle (*Campanulaceae*)の根である．

生薬の性状 本品は不規則なやや細長い紡錘形～円錐形を呈し，しばしば分枝し，外面は灰褐色，淡褐色又は白色である．主根は長さ10～15cm，径1～3cmで，上端に茎を除いた跡がくぼみとなって残り，その付近に細かい横じわと縦みぞがあり，多少くびれている．根頭部を除く根の大部分には粗い縦じわ及び横みぞがあり，また皮目様の横線がある．質は堅いが折りやすい．折面は繊維性でなく，しばしば大きなすき間がある．横切面をルーペ視するとき，形成層の付近はしばしば褐色を帯びる．皮部の厚さは木部の径よりやや薄く，ほとんど白色で，ところどころにすき間があり，木部は白色～淡褐色を呈し，その組織は皮部よりもやや密である．

本品はわずかににおいがあり，味は初めなく，後にえぐくて苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末0.5gに水10mLを加え，煮沸した後，放冷し，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品の粉末0.2gに無水酢酸2mLを加えて水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤色～赤褐色を呈し，上層は青緑色～緑色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉 4.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 25.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

キキョウ末

Powdered Platycodon Root

PLATYCODI RADIX PULVERATA

桔梗根末

本品は「キキョウ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡灰黄色～淡灰褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は初めなく，後にえぐくて苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多くの無色の柔細胞の破片，網紋及び階紋道管の破片，師管の破片，乳管の破片を認め，コルク組織の破片を認めることがある．でんぷん粒は，通例，認められないが，極めてまれに単粒を認めることがある．

確認試験

（1） 本品0.5gに水10mLを加え，煮沸した後，放冷し，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品0.2gに無水酢酸2mLを加えて水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤色～赤褐色を呈し，上層は青緑色～緑色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，繊維，石細胞及びその他の異物を認めない．

灰分〈*5.01*〉 4.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 25.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

キキョウ流エキス

Platycodon Fluidextract

製法 本品は「キキョウ」の粗末をとり，25vol%エタノールを用い，流エキス剤の製法により製する．ただし，25vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状 本品は赤褐色の液で，水にわずかに混濁して混和し，味は初め緩和で，後にえぐくて苦い．

確認試験

（1） 本品0.5mLに水10mLを加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品1滴を無水酢酸2mLに溶かし，硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤色～赤褐色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，流エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） でんぷん 本品1mLに水4mLを混和し，これに希ヨウ素試液1滴を加えるとき，液は紫色又は青色を呈しない．

成分含量 本品5mLを正確に質量既知のビーカーにとり，水浴上で蒸発乾固し，105℃で5時間乾燥するとき，残留物の量は0.50g以上である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

キクカ

Chrysanthemum Flower

CHRYSANTHEMI FLOS

菊花

キッカ

本品は1)キク*Chrysanthemum morifolium* Ramatulle又は2)シマカンギク*Chrysanthemum indicum* Linné

(*Compositae*)の頭花である．

生薬の性状

1)　本品は径15～40mmの頭花で，総ほうは3～4列の総ほう片からなり，総ほう外片は線形～ひ針形，内片は狭卵形～卵形を呈する．舌状花は多数で，類白色～黄色，管状花は少数で淡黄褐色を呈し，ときに退化して欠くことがある．総ほうの外面は緑褐色～褐色を呈する．質は軽く，砕きやすい．

本品は特有のにおいがあり，味はわずかに苦い．

2)　本品は径3～10mmの頭花で，総ほうは3～5列の総ほう片からなり，総ほう外片は線形～ひ針形，内片は狭卵形～卵形を呈する．舌状花は一輪で，黄色～淡黄褐色，管状花は多数で淡黄褐色を呈する．総ほうの外面は黄褐色～褐色を呈する．質は軽く，砕きやすい．

本品は特有のにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験　本品の粉末1gにメタノール20mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液の溶媒を留去し，残留物をメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ルテオリン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－ブタノン／水／ギ酸混液(25：3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　15.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　8.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

キササゲ

Catalpa Fruit

CATALPAE FRUCTUS

本品はキササゲ *Catalpa ovata* G. Don 又は *Catalpa bungei* C. A. Meyer (*Bignoniaceae*)の果実である．

生薬の性状　本品は細長い棒状を呈し，長さ30～40cm，径約0.5cmである．外面は暗褐色で，内部には多数の種子がある．種子は偏平又はやや半管状を呈し，長さ約3cm，幅約0.3cm，灰褐色で，その両端は毛状を呈し，毛状部は長さ各約1cmである．本品の果皮は薄く，折れやすい．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに渋い．

確認試験　本品の粉末1.0gに水20mLを加え，水浴上で5分間加温し，直ちにろ過する．ろ液を分液漏斗に入れ，1－ブタノール20mLずつで2回抽出する．全抽出液を合わせ，水浴上で1－ブタノールを減圧留去し，残留物をメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．別にパラオキシ安息香酸1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(20：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．また，試料溶液から得たパラオキシ安息香酸に相当するスポットの移動距離を1とするとき，その相対距離0.3付近に暗紫色のスポットを認める．

純度試験　果柄　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，果柄5.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

キジツ

Immature Orange

AURANTII FRUCTUS IMMATURUS

枳実

本品はダイダイ *Citrus aurantium* Linné var. *daidai* Makino，*Citrus aurantium* Linné又はナツミカン *Citrus natsudaidai* Hayata (*Rutaceae*)の未熟果実をそのまま又はそれを半分に横切したものである．

生薬の性状　本品はほぼ球形で径1～2cm，又は半球形で径1.5～4.5cmである．外面は濃緑褐色～褐色でつやがなく，油室による多数のくぼんだ小点がある．横切面は周辺が厚さ約0.4cmの外果皮及び中果皮からなり，表皮に接する部分は黄褐色，その他は淡灰褐色を呈する．中心部は放射状に8～16個の小室に分かれ，各室は褐色を呈してくぼみ，しばしば未熟の種子を含む．

本品は特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液5mLにリボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸1mLを加えて放置するとき，液は赤紫色を呈する．

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

キョウカツ

Notopterygium

NOTOPTERYGII RHIZOMA

羌活

本品は*Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang又は *Notopterygium forbesii* Boissieu (*Umbelliferae*)の根茎及び根である．

生薬の性状　本品はやや湾曲した円柱形～円錐形を呈し，長さ3～10cm，径5～20mm，ときに根茎は分枝する．外面は黄

褐色～暗褐色である．本品の根茎はその頂端にやや円形にくぼんだ茎の跡があり，ときには短い茎の残基を付け，外面には隆起した節があり，節間は，通例，短い．節にはいぼ状突起となった根の跡がある．根の外面には粗い縦じわ及びいぼ状突起となった側根の跡がある．本品の質は軽くややもろくて折りやすい．本品の横切面には多くの放射状の裂け目があり，皮部は黄褐色～褐色，木部は淡黄色～淡灰黄色，髄は灰白色～淡褐色を呈し，ルーペ視するとき，皮部及び髄には油道による褐色の細点を認める．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに酸味があり，後にやや辛く，わずかに麻痺性である．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は数層～十数層のコルク層からなり，その内側に数層の厚角組織がある．皮層には多数の油道があり，大きいものでは径が300μmに達する．また皮層には放射状に大きなすき間がある．髄にも油道があり，大きいものでは径が500μmに達する．柔組織中には単粒及び2～3個の複粒のでんぷん粒を含む．

確認試験　本品の粉末0.3gを共栓遠心沈殿管に入れ，ヘキサン3mLを加え，10分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.5付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．このスポットは紫外線(主波長254nm)を照射するとき，暗紫色を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉　6.5%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス20.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

キョウニン

Apricot Kernel

ARMENIACAE SEMEN

杏仁

本品はホンアンズ *Prunus armeniaca* Linné，アンズ *Prunus armeniaca* Linné var. *ansu* Maximowicz 又は *Prunus sibirica* Linné (*Rosaceae*)の種子である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アミグダリン2.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は偏圧した左右やや不均等な卵形を呈し，長さ1.1～1.8cm，幅0.8～1.3cm，厚さ0.4～0.7cmである．一端は鋭くとがり，他の一端は丸みを帯びてここに合点がある．種皮は褐色で，外面にはすれて落ちやすい石細胞となった表皮細胞があって，粉をふいたようである．また，合点から多数の維管束が種皮全体に分枝しながら縦走し，その部分はややくぼんで縦じわとなっている．温水に入れて軟化するとき，種皮及び白色半透明の薄い胚乳は子葉からたやすくはがれ，子葉は白色である．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦く，油様である．

本品の表皮の外面を鏡検〈5.01〉するとき，維管束による隆起部上の石細胞の形状はほぼ一様で，有角性円形～楕円形を呈し，径60～90μmでその細胞膜は均等に厚く，側面視では鈍三角形で，細胞膜は先端部で著しく厚い．

確認試験　本品をすりつぶし，その1.0gをとり，メタノール10mLを加え，直ちに還流冷却器を付け，水浴上で10分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.7付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．また，噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　変敗　本品に熱湯を加えてつき砕くとき，敗油性のにおいを発しない．

（2）　異物〈5.01〉　本品は内果皮の破片及びその他の異物を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　7.0%以下(6時間)．

定量法　本品をすりつぶし，その約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(9→10)40mLを加え，直ちに還流冷却器を付けて水浴上で，30分間加熱し，冷後，ろ過し，薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとした後，ろ過し，試料溶液とする．別に定量用アミグダリンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアミグダリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アミグダリンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用アミグダリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度
移動相：0.05moL/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(5：1)
流量：毎分0.8mL(アミグダリンの保持時間約12分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

キョウニン水

Apricot Kernel Water
杏仁水

本品は定量するとき，シアン化水素(HCN：27.03)0.09～0.11w/v%を含む.

製法　本品は次のいずれかの方法により製する.
（1）　「キョウニン」を砕いて圧搾し，脂肪油をよく除いた後，適量の「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて水蒸気蒸留を行い，留液中のシアン化水素の含量を定量法によって測定し，約0.14w/v%に達したとき，蒸留をやめ，留液の約1／3容量の「エタノール」を加え，更に「精製水」又は「精製水(容器入り)」／「エタノール」混液(3：1)を加え，規定の含量に調節して製する.
（2）　新たに製したマンデルニトリル7.5mLに「精製水」又は「精製水(容器入り)」／「エタノール」混液(3：1)1000mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，ろ過する．この液のシアン化水素の含量を定量法によって測定し，その含量が超過するものは前の混液を加えて薄め，規定の含量に調節して製する.

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，ベンズアルデヒド様のにおい及び特異な味がある.
pH：3.5～5.0

確認試験　本品2mLにアンモニア試液1mLを加え，10分間放置するとき，液はわずかに混濁し，20分間放置するとき，混濁する.

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.968～0.978

純度試験
（1）　硫酸塩〈1.14〉　本品5.0mLに0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えてわずかにアルカリ性とし，水浴上で蒸発乾固した後，450～550℃で強熱し，残留物を希塩酸1.0mLに溶かし，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.005%以下).
（2）　重金属〈1.07〉　本品50mLを水浴上で蒸発乾固した後，450～550℃で強熱し，残留物に希酢酸5mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液20mLをとり，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(1ppm以下).
（3）　遊離シアン化水素　本品10mLに15℃で0.1mol/L硝酸銀液0.8mL及び硝酸2～3滴を加えてろ過し，ろ液に0.1mol/L硝酸銀液を滴加するとき，液は変化しない.
（4）　蒸発残留物　本品5.0mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である.

定量法　本品25mLを正確に量り，水100mL，ヨウ化カリウム試液2mL及びアンモニア試液1mLを加え，持続する黄色の混濁を生じるまで0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する.

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.405mg HCN

貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　気密容器.

クコシ

Lycium Fruit
LYCII FRUCTUS
枸杞子

本品はクコ *Lycium chinense* Miller又は *Lycium barbarum* Linné (*Solanaceae*)の果実である.

生薬の性状　本品は先のとがった紡錘形を呈し，長さ6～20mm，径3～8mm，果皮は赤色～暗赤色を呈し，表面に粗いしわがある．本品の横切面をルーペ視するとき果実は2室に分かれ，内部に淡褐色～淡黄褐色で径約2mmの偏平な腎臓形の多数の種子がある.
本品は特異なにおいがあり，味は甘く，後わずかに苦い.

確認試験　本品の粉末1.0gに酢酸エチル5mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f値0.6付近に黄色の主スポットを認める.

純度試験　異物〈5.01〉　本品は果柄及びその他の異物2.0%以上を含まない.

灰分〈5.01〉　8.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　35.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

クジン

Sophora Root
SOPHORAE RADIX
苦参

本品はクララ *Sophora flavescens* Aiton (*Leguminosae*)の根で，しばしば周皮を除いたものである.

生薬の性状　本品は円柱形を呈し，長さ5～20cm，径2～3cm，外面は暗褐色～黄褐色で，著しい縦じわがあり，また横長の皮目を認める．周皮を除いたものは黄白色で，表面は多少繊維性である．横切面は淡黄褐色で，皮部の厚さ0.1～0.2cm，形成層付近はやや暗色を帯び，木部との間にすき間を生ずるものがある．

本品はわずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

確認試験　本品の粉末0.5gに希酢酸10mLを加え，時々振り混ぜながら水浴上で3分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液5mLにドラーゲンドルフ試液2滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　茎　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，茎10.0%以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

クジン末

Powdered Sophora Root

SOPHORAE RADIX PULVERATA

苦参末

本品は「クジン」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，繊維の破片，有縁孔紋及び網紋道管の破片を認め，その他少数のコルク組織の破片，シュウ酸カルシウムの単晶を認める．でんぷん粒は，通例，2～4個の複粒で，径15～20μm，単粒は径2～5μmである．

確認試験　本品0.5gに希酢酸10mLを加え，時々振り混ぜながら水浴上で3分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液5mLにドラーゲンドルフ試液2滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

苦味チンキ

Bitter Tincture

TINCTURA AMARA

製法

トウヒ，粗末	50g
センブリ，粗末	5g
サンショウ，粗末	5g
70vol%エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，70vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は黄褐色の液で，芳香があり，味は苦い．

比重　d_{20}^{20}：約0.90

確認試験

（1）　本品1mLにメタノール5mLを加え，リボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸1mLを加えて放置するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品を試料溶液とする．別にトウヒを粉末とし，その5.0gに薄めたエタノール(7→10)100mLを加え，密栓して30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を標準溶液(1)とする．更にセンブリ及びサンショウをそれぞれ粉末とし，その0.5gずつにつき同様に操作し，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうちの3個のスポットは，標準溶液(1)から得た数個のスポットのうちR_f値0.4付近に明瞭に現れる青色～紫色を呈する近接した2個のスポットの上側のスポット，標準溶液(2)から得たR_f値0.35付近に明瞭に現れる赤色を呈するスポット及び標準溶液(3)から得たR_f値0.7付近に明瞭に現れる灰赤色～赤色を呈するスポットと色調及びR_f値が等しい．

アルコール数〈*1.01*〉　6.9以上(第2法).

貯法　容器　気密容器.

ケイガイ

Schizonepeta Spike

SCHIZONEPETAE SPICA

荊芥穂

本品はケイガイ *Schizonepeta tenuifolia* Briquet (*Labiatae*)の花穂である．

生薬の性状　本品は細長い穂状を呈し，長さ5～10cm，径0.5～0.8cm，帯紫緑褐色～緑褐色である．花穂は細かい唇形花又はしばしば果実を含むがく筒を付ける．花穂の下部にはときに葉を付けることがあり，葉は線状又は狭い針形である．

花軸は方柱形で紫褐色を呈する．ルーペ視するとき，類白色の短毛を認める．

本品は特異な芳香があり，口に含むとわずかに清涼感がある．

確認試験　本品の粉末2gに水20mLを加え，よく振り混ぜた後，蒸留し，留液3mLをとり，これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液2～3滴を加えるとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

灰分〈*5.01*〉　11.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　3.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

桂枝茯苓丸エキス

Keishibukuryogan Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，(*E*)－ケイ皮酸0.6～2.4mg(ケイヒ3gの処方)，0.8～3.2mg(ケイヒ4gの処方)，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)30～90mg(ボタンピ，シャクヤク3gの処方)，40～120mg(ボタンピ，シャクヤク4gの処方)及びアミグダリン21～63mg(トウニン3gの処方)，28～84mg(トウニン4gの処方)を含む．

製法

	1)	2)
ケイヒ	4g	3g
ブクリョウ	4g	3g
ボタンピ	4g	3g
トウニン	4g	3g
シャクヤク	4g	3g

1)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス若しくは軟エキスとする，又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により浸出液を製し，「軽質無水ケイ酸」を添加し乾燥エキスとする．

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，特異なにおいがあり，味は初めやや甘く，後にわずかに苦い．

確認試験

（１）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－ケイ皮酸1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル／ギ酸／水混液(60：40：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ケイヒ)．

（２）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル混液(5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ボタンピ)．

（３）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，メタノール10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／酢酸エチル／水混液(4：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た緑褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(トウニン)．

（４）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアルビフロリン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(6：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク)．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　10.0%以下(1g，105℃，5時間)．

軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間)．

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対し，10.0%以下，ただし「軽質無水ケイ酸」を添加したものは9.0～18.0%．

定量法

（1）　(*E*)－ケイ皮酸　本操作は，遮光した容器を用いて行う．乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用(*E*)－ケイ皮酸をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

(*E*)－ケイ皮酸の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用(*E*)－ケイ皮酸の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(750：250：1)

流量：毎分1.0mL[(*E*)－ケイ皮酸の保持時間約12分]

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，(*E*)－ケイ皮酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　アミグダリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用アミグダリンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアミグダリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

アミグダリンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用アミグダリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(5：1)

流量：毎分0.8mL(アミグダリンの保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ケイヒ

Cinnamon Bark

CINNAMOMI CORTEX

桂皮

本品は*Cinnamomum cassia* Blume (*Lauraceae*)の樹皮又は周皮の一部を除いたものである．

生薬の性状　本品は，通例，半管状又は巻き込んだ管状の皮片で，厚さ0.1～0.5cm，長さ5～50cm，径1.5～5cmである．外面は暗赤褐色を呈し，内面は赤褐色を呈し，平滑である．破折しやすく，折面はやや繊維性で赤褐色を呈し淡褐色の薄

層がある．

本品は特異な芳香があり，味は甘く，辛く，後にやや粘液性で，わずかに収れん性である．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，一次皮部と二次皮部はほとんど連続した石細胞環で区分され，環の外辺にはほぼ円形に結集した繊維束を伴い，環の各石細胞の壁はしばしばU字形に肥厚する．二次皮部中には石細胞を認めず，まばらに少数の厚膜繊維を認める．柔組織中には油細胞，粘液細胞及びでんぷん粒を含む．放射組織中には微細なシュウ酸カルシウムの針晶を含む細胞がある．

確認試験　本品の粉末2.0gにジエチルエーテル10mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に紫色のスポットを認める．このスポットは，2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，黄だいだい色を呈する．

純度試験　総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下．

乾燥減量〈5.01〉　15.5%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.5mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う．

貯法　容器　密閉容器.

ケイヒ末

Powdered Cinnamon Bark

CINNAMOMI CORTEX PULVERATUS

桂皮末

本品は「ケイヒ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は赤褐色～褐色を呈し，特異な芳香があり，味は甘く，辛く，後にやや粘液性で，わずかに収れん性である．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，繊維の破片，黄褐色の油滴を含む油細胞の破片，石細胞の破片，コルク石細胞の破片，コルク組織の破片，微細なシュウ酸カルシウムの針晶を認める．でんぷん粒は単粒及び複粒で，径6～20μmである．

確認試験　本品2.0gにジエチルエーテル10mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に紫色のスポットを認める．このスポットは，2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，黄だいだい色を呈する．

純度試験

（1）　葉柄　本品を鏡検〈5.01〉するとき，表皮細胞，毛，葉緑粒を含む細胞及び維管束の破片を認めない．

（2）　総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下．

乾燥減量〈5.01〉　15.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

精油含量〈5.01〉　本品50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.35mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う．

貯法　容器　気密容器.

ケイヒ油

Cinnamon Oil

OLEUM CINNAMOMI

桂皮油

本品は*Cinnamomum cassia* Blumeの葉と小枝若しくは樹皮又は*Cinnamomum zeylanicum* Nees (*Lauraceae*)の樹皮を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，総アルデヒド60vol%以上を含む．

性状　本品は黄色～褐色の液で，特異な芳香があり，味は甘くやくようである．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は弱酸性で，長く保存するか又は空気中に長くさらすと色が濃くなり，粘性を増す．

比重　d_{20}^{20}：1.010～1.065

確認試験　本品4滴に硝酸4滴を加えて振り混ぜるとき，5℃以下で白色～淡黄色の結晶となる．

純度試験

（1）　ロジン　本品1.0mLをエタノール(95)5mLに混和し，これに新たに製した酢酸鉛(Ⅱ)三水和物の飽和エタノール(95)溶液3mLを加えるとき，沈殿を生じない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(40ppm以下).

定量法　本品5.0mLをカシアフラスコにとり，亜硫酸水素ナトリウム試液70mLを加え，時々振り混ぜながら水浴中で加熱して溶かした後，目盛りまで亜硫酸水素ナトリウム試液を加え，2時間放置し，析出した油分の量(mL)を測定する．

総アルデヒド(vol%)＝{5.0－(析出した油分の量)} × 20

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ケツメイシ

Cassia Seed

CASSIAE SEMEN

決明子

本品はエビスグサ*Cassia obtusifolia* Linné又は*Cassia tora* Linné (*Leguminosae*)の種子である.

生薬の性状 本品は短円柱形を呈し，長さ3～6mm，径2～3.5mmで，一端は鋭くとがり，他の一端は平たんである．外面は緑褐色～褐色でつやがあり，両側面に淡黄褐色の縦線又は帯がある．質は堅い．横切面は円形又は鈍多角形で，ルーペ視するとき，胚乳中に屈曲する暗色の子葉がある．

本品は砕くとき特異なにおい及び味がある.

確認試験 本品の粉末をデシケーター(シリカゲル)で48時間乾燥した後，その0.1gをスライドガラス上にとり，内径，高さ各10mmのガラスリングをのせ，水で潤したろ紙でふたをし，徐々に加熱する．ろ紙の上面が黄色を呈したとき，ろ紙をとり，昇華物の付着する面に水酸化カリウム試液1滴を加えるとき，赤色を呈する.

純度試験 異物〈*5.01*〉 本品は異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉 5.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

ケンゴシ

Pharbitis Seed

PHARBITIDIS SEMEN

牽牛子

本品はアサガオ*Pharbitis nil* Choisy (*Convolvulaceae*)の種子である.

生薬の性状 本品は球を縦に4～6等分した形を呈し，長さ6～8mm，幅3～5mmである．外面は黒色～灰赤褐色又は灰白色で，平滑であるが多少縮んで粗いしわがある．横切面はほぼ扇形で，淡黄褐色～淡灰褐色を呈し，質は密である．ルーペ視するとき，種皮の外面には短い毛が密生し，隆起線の下端にへそがくぼんでいる．種皮は薄く，外層は暗灰色，内層は淡灰色である．一端の横切面では不規則に縮んだ2枚の子葉があり，その間に背面の中央から隆起部に達する2枚の薄い隔膜がある．へそを有する他端の横切面では隔膜は認められない．子葉の切面には暗灰色の分泌物孔を認める．100粒の質量は約4.5gである.

本品は砕くときわずかににおいがあり，味は油様でわずかに刺激性である.

灰分〈*5.01*〉 6.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

ゲンチアナ

Gentian

GENTIANAE RADIX

本品は*Gentiana lutea* Linné (*Gentianaceae*)の根及び根茎である.

生薬の性状 本品はほぼ円柱形を呈し，長さ10～50cm，径2～4cmで，外面は暗褐色である．根茎は短く，細かい横じわがあり，その上端には芽及び葉の残基を付けることがある．根は深い縦じわがあり，ややねじれている．折面は黄褐色で，繊維性ではなく，形成層付近は暗褐色を帯びる.

本品は特異なにおいがあり，味は初め甘く，後に苦く残留性である.

本品の根の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，4～6層の薄膜性のコルク層に内接して数層の厚角組織があり，二次皮部の柔組織は不規則に師部を分布する．木部は主として柔細胞からなり，単独又は数個集まった道管及び仮道管を分布し，また少数の木部内師管が存在する．皮部及び木部の柔細胞中には油滴及び微細なシュウ酸カルシウムの針晶を含み，でんぷん粒は極めてまれに存在し，その大きさは径10～20μmである.

確認試験

（1） 本品の粉末をデシケーター(シリカゲル)で48時間乾燥し，その0.1gをスライドガラス上にとり，内径，高さ各10mmのガラスリングをのせ，更にスライドガラスで覆い，注意して徐々に加熱するとき，上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する．この結晶は水又はエタノール(95)に溶けないが，水酸化カリウム試液に溶ける.

（2） 本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験 ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉 6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

ゲンチアナ末

Powdered Gentian

GENTIANAE RADIX PULVERATA

本品は「ゲンチアナ」を粉末としたものである.

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は初め甘く，後に苦く，残留性である.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，油滴及び微細な針晶を含む柔細胞，道管及び仮道管，コルク組織，シュウ酸カルシウムの結晶を認める．道管は主として網紋道管と階紋道管で，径は20～80μmである．でんぷん粒は，通例，認められないが，

極めてまれに単粒を認めることがあり，球形で径10～20μmである．

確認試験

（1）　本品をデシケーター(シリカゲル)で48時間乾燥し，その0.1gをスライドガラス上にとり，内径，高さ各10mmのガラスリングをのせ，更にスライドガラスで覆い，注意して徐々に加熱するとき，上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する．この結晶は水又はエタノール(95)に溶けないが，水酸化カリウム試液に溶ける．

（2）　本品0.5gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（2）　異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞及び繊維を認めない．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　3.0%以下．

貯法　容器　気密容器．

ゲンチアナ・重曹散

Gentian and Sodium Bicarbonate Powder

製法

ゲンチアナ末	300g
炭酸水素ナトリウム	700g
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は淡黄褐色で，味は苦い．

確認試験

（1）　本品2gに水10mLを加え，かき混ぜた後，ろ過する．ろ液は炭酸水素塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

（2）　本品1.5gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

貯法　容器　密閉容器．

ゲンノショウコ

Geranium Herb

GERANII HERBA

本品はゲンノショウコ *Geranium thunbergii* Siebold et Zuccarini (*Geraniaceae*)の地上部である．

生薬の性状　本品は茎及びこれに対生した葉からなり，茎は細長く緑褐色，葉は掌状に3～5裂し，長さ2～4cm，灰黄緑色～灰褐色を呈する．裂片は長楕円形～倒卵形で，その上部の辺縁に鈍きょ歯があり，葉柄は長い．茎，葉共に軟毛がある．

本品はわずかににおいがあり，味は渋い．

確認試験　本品0.1gに水10mLを加えて煮沸し，ろ過した液に塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は黒青色を呈する．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は根及びその他の異物2.0%以上を含まない．

灰分〈5.01〉　10.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　15.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

ゲンノショウコ末

Powdered Geranium Herb

GERANII HERBA PULVERATA

本品は「ゲンノショウコ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰緑色～淡黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は渋い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，繊維，らせん紋及び孔紋道管，単細胞毛を認め，更に多細胞性の腺毛，気孔を伴う表皮，さく状組織の破片，シュウ酸カルシウムの集晶，でんぷん粒などを認める．繊維は厚膜性で，膜孔がやや明らかである．単細胞毛は表面に小点状の突起がある．さく状組織は表面視円形の柔細胞からなり，細胞中にシュウ酸カルシウムの集晶が1個ずつ認められ，集晶の径は約20μmである．でんぷん粒は単粒，まれに2個の複粒で，卵形～球形，径5～30μm，明らかなへそがある．

確認試験　本品0.1gに水10mLを加えて煮沸し，ろ過した液に塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は黒青色を呈する．

純度試験　異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞を認めない．

灰分〈5.01〉　10.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　15.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

コウイ

Koi

KOI

膠飴

粉末飴

本品はトウモロコシ*Zea mays* Linné (*Gramineae*)，キャッサバ*Manihot esculenta* Crantz (*Euphorbiaceae*)，ジャガイモ*Solanum tuberosum* Linné (*Solanaceae*)，サツマイモ*Ipomoea batatas* Poiret (*Convolvulaceae*)若しくはイネ*Oryza sativa* Linné (*Gramineae*)のデンプン又はイネの種皮を除いた種子を加水分解し，糖化したものである．

本品は，1又は2の加工法により製したものであり，主にマルトースを含むほか，グルコース，マルトトリオースなどを含む場合がある．

1　デンプンを塩酸，シュウ酸，アミラーゼ又は麦芽汁などで糖化し，濃縮乾燥し，粉末に加工する．

2　デンプン又はデンプンに水を加えて加熱して糊化したものに，塩酸，シュウ酸，アミラーゼ又は麦芽汁などを加えて糖化し，乾燥加工又は濃縮加工する．

1及び2の加工法により製したものを，それぞれコウイ1及びコウイ2とする．

本品はその加工法を表示する．

生薬の性状

コウイ1　本品は白色の結晶性の粉末である．においはなく，味は甘い．

コウイ2　本品は無色～褐色，澄明～半澄明の塊又は粘性のある液である．においはなく，味は甘い．

確認試験　本品0.50gを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にマルトース水和物20.0mgを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かして正確に5mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に互いに等しい直径の円形状にスポットする．次に2－ブタノン／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・メタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しく，そのスポットは，標準溶液から得たスポットより大きく，かつ，濃い．

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを熱湯20mLに溶かすとき，液はほとんど澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉

コウイ1　本品1.0gをとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

コウイ2　本品1.0gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈*5.01*〉

コウイ1　3.0%以下(1g，80℃，4時間)．

コウイ2　15.0%以下(1g，80℃，4時間)．ただし，塊の場合は砕き，その質量を精密に量り，乾燥器に入れる．また，粘性のある液は，はかり瓶にその層が1mmを目安として広げた後，その質量を精密に量り，乾燥器に入れる．

灰分〈*5.01*〉　0.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

コウカ

Safflower

CARTHAMI FLOS

紅花

ベニバナ

本品はベニバナ*Carthamus tinctorius* Linné (*Compositae*)の管状花をそのまま又は黄色色素の大部分を除いたもので，ときに圧搾して板状としたものである．

生薬の性状　本品は赤色～赤褐色の花冠，黄色の花柱及び雄ずいからなり，まれに未熟の子房を混有することがある．全長は約1cm，花冠は筒状で5裂し，雄ずいは5本で，長い雌ずいを囲んでいる．花粉はほぼ球形で，径約50μm，黄色で表面に細かい突起がある．本品を板状にしたものは厚さ約0.5cm，多数の管状花の集合である．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験　本品0.2gに希エタノール10mLを加え，還流冷却器を付け，15分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液3mLを内径，内高各約3cmのガラス容器に入れ，これに幅20mm，長さ300mmのろ紙の一端を器底に達するようにつり下げ，液を1時間吸い上げさせた後，引き上げ，直ちに水3mLを入れた同形のガラス容器中につり下げ，更に1時間後引き上げて検するとき，上部の大部分は淡黄色，下部は淡赤色を呈する．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は子房，茎，葉及びその他の異物2.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　18.0%以下．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

コウジン

Red Ginseng

GINSENG RADIX RUBRA

紅参

本品はオタネニンジン*Panax ginseng* C. A. Meyer (*Panax schinseng* Nees) (*Araliaceae*)の根を蒸したものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ギンセノシドRg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$：801.01)0.10%以上及びギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)0.20%以上を含む．

生薬の性状　本品は細長い円柱形～紡錘形で，しばしばなかほ

どから2～5本の側根を分枝し，長さ5～25cm，主根は径0.5～3cm，外面はおおむね淡黄褐色～赤褐色を呈し，半透明で，縦じわがある．根頭部はややくびれて短い根茎を付けることがある．折面は平らで，質は角質様で堅い．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末0.2gに無水酢酸2mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する．

（2）　本品の粉末2.0gに水10mL及び1－ブタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRg_1 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液(14：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(15ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3）　異物〈5.01〉　本品は茎及びその他の異物2.0%以上を含まない．

（4）　総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈5.01〉　15.5%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　4.5%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　18.0%以上.

定量法

（1）　ギンセノシドRg_1　本品の粉末約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，希水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，0.1mol/L塩酸試液3mLを加え，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRg_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRg_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRg_1標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)

流量：ギンセノシドRg_1の保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシドRg_1標準品及びギンセノシドRe 1mgずつを薄めたメタノール(3→5)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRg_1，ギンセノシドReの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRg_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　ギンセノシドRb_1　(1)の試料溶液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb_1標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ギンセノシドRb_1の保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシドRb_1標準品及びギンセノシドRc 1mgずつを薄めたメタノール(3→5)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRb_1，ギンセノシドRcの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

コウブシ

Cyperus Rhizome

CYPERI RHIZOMA

香附子

本品はハマスゲ*Cyperus rotundus* Linné (*Cyperaceae*)の根茎である.

生薬の性状 本品は紡錘形を呈し，長さ1.5～2.5cm，径0.5～1cmである．外面は灰褐色～灰黒褐色で，5～8個の不整な輪節があり，その部分に毛状になった繊維束がある．質は堅い．横切面は赤褐色～淡黄色で，ろう様のつやを帯び，皮層部の厚さは中心柱の径とほぼ等しいか又はわずかに薄い．これをルーペ視するとき，周辺には繊維束が褐色の斑点として輪状に並び，皮層部にはところどころに維管束が赤褐色の斑点として，また分泌細胞が黄褐色の微小な斑点として多数存在する．中心柱には多数の維管束が点又は線として散在する.

本品は特異なにおい及び味がある.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉 3.0%以下.

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.3mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う.

貯法 容器 密閉容器.

コウブシ末

Powdered Cyperus Rhizome

CYPERI RHIZOMA PULVERATUM

香附子末

本品は「コウブシ」を粉末としたものである.

生薬の性状 本品は淡赤褐色を呈し，特異なにおい及び味がある.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多角形の柔細胞の破片，階紋道管の破片，剛毛状の繊維の破片，多くは糊化した多量のでんぷん粒を認め，極めてわずかに石細胞を認める.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞以外の著しく木化した細胞及び結晶を認めない.

灰分〈*5.01*〉 3.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5%以下.

精油含量〈*5.01*〉 本品50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.2mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う.

貯法 容器 気密容器.

コウベイ

Brown Rice

ORYZAE FRUCTUS

粳米

本品はイネ *Oryza sativa* Linné (*Gramineae*)のえい果である.

生薬の性状 本品は楕円形を呈し，やや扁平で，長さ4～6mmである．外面は半透明で，淡黄白色～淡褐色を呈する．一端はわずかにくぼみ，白色の胚が認められる．他端には花柱の跡に由来する褐色の小点が認められる．表面には数本の長軸方向に走るみぞがある.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は果皮で，果皮中に維管束を認める．種皮は果皮と癒着し，その内側に1～2層のアリューロン層を認める．内乳の柔細胞中に単粒又は複粒のでんぷん粒を認める.

確認試験

（1） 本品の粉末0.1gに水50mLを加え，水浴中で5分間加熱する．冷後，この液にヨウ素試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色を呈する.

（2） 本品の粉末1gに酢酸エチル5mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(5：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.3付近に青紫色の蛍光を発するスポットを認める.

灰分〈*5.01*〉 1.5%以下.

貯法 容器 密閉容器.

コウボク

Magnolia Bark

MAGNOLIAE CORTEX

厚朴

本品はホオノキ*Magnolia obovata* Thunberg (*Magnolia hypoleuca* Siebold et Zuccarini)，*Magnolia officinalis* Rehder et Wilson 又は*Magnolia officinalis* Rehder et Wilson var. *biloba* Rehder et Wilson (*Magnoliaceae*)の樹皮である.

本品は定量するとき，マグノロール0.8%以上を含む.

生薬の性状 本品は板状又は半管状の皮片で，厚さ2～7mmである．外面は灰白色～灰褐色を呈し，粗雑であるが，ときにコルク層が剥離され赤褐色を呈することもある．内面は淡褐色～暗紫褐色，折面は極めて繊維性で淡赤褐色～紫褐色を呈する.

本品は弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は厚いか又は薄いコルク層が繰り返して出現する．コルク層に内接して，ほぼ等径性の石細胞が環状に認められる．一次皮部は狭く，内しょう部には繊維群が点在する．二次皮部の放射組織間には師部繊維群が階段状に並び，明瞭な格子状を呈する．油細胞が一次皮部及び二次皮部に散在し，狭い放射組織内にも認められることがある．

確認試験　本品の粉末1.0gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.3付近に黄色のスポットを認める．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　11.0%以上．

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)40mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で20分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール(7→10)40mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用マグノロールをデシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のマグノロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

マグノロールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用マグノロールの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：289nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(50：50：1)

流量：マグノロールの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用マグノロール及びホノキオール1mgずつを薄めたメタノール(7→10)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ホノキオール，マグノロールの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マグノロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

コウボク末

Powdered Magnolia Bark

MAGNOLIAE CORTEX PULVERATUS

厚朴末

本品は「コウボク」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，マグノロール0.8%以上を含む．

生薬の性状　本品は黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞，大小不同の石細胞又はその群，径12～25μmの繊維，黄赤褐色のコルク組織，黄褐色～赤褐色の内容物を含む油細胞を認める．でんぷん粒は単粒及び2～4個の複粒で，単粒は径約10μmである．

確認試験　本品1.0gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.3付近に黄色のスポットを認める．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　11.0%以上．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)40mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で20分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール(7→10)40mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用マグノロールをデシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のマグノロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

マグノロールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用マグノロールの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：289nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(50：50：1)

流量：マグノロールの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用マグノロール及びホノキオール1mgずつを薄めたメタノール(7→10)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ホノキオール，マグノロールの順に溶出し，そ

の分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マグノロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ゴオウ

Oriental Bezoar

BEZOAR BOVIS

牛黄

本品はウシ*Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin (*Bovidae*)の胆のう中に生じた結石である．

生薬の性状　本品は球形又は塊状を呈し，径1～4cm，外面は黄褐色～赤褐色で，質は軽くもろく砕きやすく，破砕面には黄褐色～赤褐色の輪層紋があり，また，しばしば輪層中に白色の粒状物又は薄層を混じえる．

本品は弱いにおいがあり，味は初めわずかに苦く，後にやや甘い．

確認試験

（1）　本品の粉末0.1gに石油エーテル10mLを加えて30分間振り混ぜた後，ろ過し，残留物を石油エーテル10mLで洗う．残留物0.01gをとり，無水酢酸3mLを加えて1～2分間振り混ぜた後，無水酢酸0.5mLに硫酸2滴を加えた混液を加えて振り混ぜるとき，液は黄赤色～濃赤色を呈し，後に暗赤紫色を経て暗赤褐色に変わる．

（2）　本品0.01gに塩酸1mL及びクロロホルム10mLを加えてよく振り混ぜ，クロロホルム層が黄褐色になったとき，これを分取し，水酸化バリウム試液5mLを加えて振り混ぜるとき，黄褐色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　合成色素　本品の粉末2mgに希塩酸1mLを加えるとき，液は紫色を呈しない．

（2）　でんぷん　本品の粉末5mgに水2mLを加え，水浴上で5分間加熱する．冷後，これにヨウ素試液2～3滴を加えるとき，液は青紫色を呈しない．

（3）　ショ糖　本品の粉末0.02gを水10mLに加え，15分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液1mLにアントロン試液2mLを加え，振り混ぜるとき，液は濃い青緑色～暗緑色を呈しない．

灰分〈*5.01*〉　10.0%以下．

成分含量　本品の粉末約0.5gを精密に量り，石油エーテル50mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で2時間加温した後，ろ過する．残留物はろ紙と共に前のフラスコに入れ，塩酸2mL及びクロロホルム40mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で1時間加温した後，質量既知のフラスコにろ過する．ろ紙は少量のクロロホルムを用いて洗い，洗液及びろ液を合わせ，クロロホルムを留去する．残留物をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥した後，その質量を量るとき，その量は12.0%以上である．

貯法　容器　密閉容器．

ゴシツ

Achyranthes Root

ACHYRANTHIS RADIX

牛膝

本品はヒナタイノコズチ*Achyranthes fauriei* Leveillé et Vaniot 又は *Achyranthes bidentata* Blume (*Amaranthaceae*)の根である．

生薬の性状　本品は主根又は側根を伴う主根からなり，根頭はわずかに根茎を付けるか，又は根茎部は切除されている．主根は細長い円柱形でときにやや湾曲し，長さ15～90cm，径0.3～0.7cm，外面は灰黄色～黄褐色で，多数の縦じわ及びまばらに側根の跡がある．折面は平らで，周辺部は灰白色～淡褐色を呈し，中心部に黄白色の木部を認める．質は堅くてもろいか，又はやや柔軟である．

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに甘く，粘液性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮部はやや明らかな形成層によって木部と区別できる．木部の中心には小さい原生木部があり，これを囲んで多数の維管束が同心円状に配列する．柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶を含み，でんぷん粒は認めない．

確認試験　本品の粉末0.5gを水10mLに加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

純度試験

（1）　茎　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，茎5.0%以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉　17.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　10.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

牛車腎気丸エキス

Goshajinkigan Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ロガニン4～16mg，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)6～18mg及び総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として，又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.2mg以上(ブシ末1の処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.1mg以上(ブシ末2の処方)を含む．

製法

	1)	2)
ジオウ	5g	5g
サンシュユ	3g	3g
サンヤク	3g	3g
タクシャ	3g	3g
ブクリョウ	3g	3g
ボタンピ	3g	3g
ケイヒ	1g	1g
ブシ末(ブシ末1)	1g	－
ブシ末(ブシ末2)	－	1g
ゴシツ	3g	3g
シャゼンシ	3g	3g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかににおいがあり，味は酸味がある．

確認試験

（１）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，メタノール30mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／メタノール／1－ブタノール混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，R_f値0.6付近に暗緑色のスポットを認める(ジオウ).

（２）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ロガニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(6：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で2分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サンシュユ).

（３）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，炭酸ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アリソールA 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(タクシャ).

（４）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル混液(5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ボタンピ).

（５）　次の(ⅰ)又は(ⅱ)により試験を行う(ケイヒ).

(ⅰ)　乾燥エキス10g(軟エキスは30g)を300mLの硬質ガラスフラスコに入れ，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層1mLをとり，水酸化ナトリウム試液0.5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液50μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル／メタノール混液(15：5：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

(ⅱ)　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

（６）　乾燥エキス3.0g(軟エキスは9.0g)をとり，ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にアセトニトリル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩1mgをエタノール(99.5)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉

により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ブシ末).

（７）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用シャゼンシの粉末0.3gをとり，メタノール1mLを加え，水浴上で3分間加温する．冷後，遠心分離し，上澄液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(10：10：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たこい青のスポット(R_f値0.3付近)と色調及びR_f値が等しい(シャゼンシ).

（８）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゴシツ2gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／酢酸エチル／水混液(4：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗い赤のスポット(R_f値0.4付近)と色調及びR_f値が等しい(ゴシツ).

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法に従い検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

（３）　ブシジエステルアルカロイド(アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン)　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)を正確に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し，上層を除く．水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．水層はアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，減圧で溶媒を留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)10mLを正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1mLを正確に量り，ブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さは，それぞれ標準溶液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは231nm，ジェサコニチンは254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)

流量：毎分1.0mL(メサコニチンの保持時間約31分)

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を254nmとし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を231nmとし，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は1.5%以下である.

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　9.0%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し，9.0%以下.

定量法

（１）　ロガニン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ロガニンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のロガニンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ロガニンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ロガニンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(55：4：1)
流量：毎分1.2mL(ロガニンの保持時間約25分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロガニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロガニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)
流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)
システム適合性
システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　総アルカロイド　乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，上層を取り除いた後，ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し，上層を取り除く．水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．水層は，アンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，減圧で溶媒を留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて溶かし，正確に10mLとし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14－アニソイルアコニンの各ピーク面積，A_{TM}及びA_{SM}，A_{TH}及びA_{SH}，A_{TA}及びA_{SA}を測定する．

ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg)
$= C_{SM} \times A_{TM} / A_{SM} \times 10$
ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg)
$= C_{SH} \times A_{TH} / A_{SH} \times 10$
14－アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg)
$= C_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 10$

C_{SM}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)
C_{SH}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)
C_{SA}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは231nm，14－アニソイルアコニンは254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)
流量：毎分1.0mL(ベンゾイルメサコニンの保持時間約15分)
システム適合性
システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ゴシュユ

Euodia Fruit

EUODIAE FRUCTUS

呉茱萸

本品はゴシュユ *Euodia ruticarpa* Hooker filius et Thomson (*Evodia rutaecarpa* Bentham), *Euodia officinalis* Dode (*Evodia officinalis* Dode) 又は *Euodia bodinieri* Dode (*Evodia bodinieri* Dode)(*Rutaceae*)の果実である.

生薬の性状 本品は偏球形又は球形を呈し，径2～5mmである. 外面は暗褐色～灰褐色で，油室による多数のくぼんだ小点がある．しばしば果柄を付け，果柄は長さ2～5mmで，毛を密生する．果皮は成熟したものでは5室に開裂し，各室中には倒卵球形又は球形の褐色～黒褐色又は帯青黒色のつやのある種子がある.

本品は特異なにおいがあり，味は辛く，後に残留性の苦味がある.

確認試験 本品の粉末1.0gをメタノール20mLに加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に希酢酸3mLを加え，水浴上で2分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う.

（1） 試料溶液1滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧して放置するとき，黄赤色を呈する.

（2） 試料溶液0.2mLに希酢酸0.8mLを加えた液に4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液2mLを穏やかに加え，水浴中で加温するとき，境界面に紫褐色の輪帯を生じる.

純度試験

（1） 果柄 本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，果柄5.0%以上を含まない.

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は果柄以外の異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉 8.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

ゴボウシ

Burdock Fruit

ARCTII FRUCTUS

牛蒡子

本品はゴボウ *Arctium lappa* Linné (*Compositae*)の果実である.

生薬の性状 本品はやや湾曲した倒長卵形のそう果で，長さ5～7mm，幅2.0～3.2mm，厚さ0.8～1.5mm，外面は灰褐色～褐色で，黒色の点がある．幅広い一端は径約1mmのくぼみがあり，他端は細まり平たんで不明瞭な縦の稜線がある. 本品100粒の質量は1.0～1.5gである.

本品はほとんどにおいがなく，味は苦く油様である.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，外果皮は1層の表皮からなり，中果皮はやや厚壁化した柔組織からなり，内果皮は1層の石細胞層からなる．種皮は放射方向に長く厚壁化した表皮と数層の柔組織からなる．種皮の内側には内乳，子葉が見られる．中果皮柔細胞中には褐色物質を，内果皮石細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を，子葉にはでんぷん粒，油滴，アリューロン粒及びシュウ酸カルシウムの微小な集晶を含む.

確認試験 本品の粉末0.5gにメタノール20mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／水混液(15：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，R_f値0.4付近に赤紫色のスポットを認める.

乾燥減量〈*5.01*〉 12.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス15.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

ゴマ

Sesame

SESAMI SEMEN

胡麻

本品はゴマ *Sesamum indicum* Linné (*Pedaliaceae*)の種子である.

生薬の性状 本品は卵形～へら形を呈し，長さ3～4mm，幅約2mm，厚さ約1mmである．外面は暗褐色～黒色を呈し，まれに淡褐色～褐色のものも認められる．本品をルーペ視するとき，縁に細い稜が認められる．本品100粒の質量は0.2～0.3gである.

本品はにおいがなく，味はわずかに甘く，やや油様である.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，種皮はさく状の表皮細胞と扁圧された柔細胞からなり，種皮の内側に，内乳及び子葉が認められる．表皮細胞中には球状のシュウ酸カルシウム集晶及び黒色の色素があり，内乳及び子葉の柔細胞中にはアリューロン粒及び脂肪油が認められる.

確認試験 本品をすりつぶし，その1.0gをとり，メタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用セサミン1mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(10：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

灰分〈*5.01*〉 6.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 0.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

ゴミシ

Schisandra Fruit

SCHISANDRAE FRUCTUS

五味子

本品はチョウセンゴミシ*Schisandra chinensis* Baillon (*Schisandraceae*)の果実である.

生薬の性状　本品は不規則な球形～偏球形を呈し，径約6mmである．外面は暗赤色～黒褐色でしわがあり，また，ときに白い粉を付ける．種子はじん臓形を呈し，外面は黄褐色～暗赤褐色で，つやがあり，背面に明らかな背線を認める．外種皮はたやすくはがれるが，内種皮は胚乳に密着する.

本品は弱いにおい及び酸味があり，後に渋くて苦い.

確認試験　本品の粉末1.0gにメタノール10mLを加え，水浴上で3分間振り混ぜながら加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用シザンドリン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は果たく，果柄及びその他の異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

コロンボ

Calumba

CALUMBAE RADIX

本品は*Jateorhiza columba* Miers (*Menispermaceae*)の根を横切したものである.

生薬の性状　本品は円盤状の切片で，厚さ0.5～2cm，径3～8cm，多くは両面の中央部がくぼみ，多少反曲し，側面は灰褐色で，不規則なしわがある，切面は淡黄色で放射状に濃淡のしまがあり，粉性である．皮部はやや黄味を帯び，形成層の付近は淡灰褐色を呈し，中央部にはいぼ状の突起がある．質は堅いがもろい.

本品は特異なにおいがあり，味は苦い.

確認試験　本品の粉末3gに水30mLを加え，時々振り混ぜながら5分間放置した後，ろ過し，ろ液2mLに硫酸1mLを徐々に加え，冷後，塩素試液を穏やかに加えるとき，境界面は淡赤色～赤色を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　7.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

コロンボ末

Powdered Calumba

CALUMBAE RADIX PULVERATA

本品は「コロンボ」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は灰黄色を呈し，特異なにおいがあり，味は苦い.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多数のでんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，コルク組織の破片，石細胞の破片，繊維の破片，代用繊維の破片，道管の破片，仮道管の破片，シュウ酸カルシウムの単晶を認める．でんぷん粒は単粒又は2～3個の複粒で，へそは偏在し，通例，径25～50μm，大きくても90μm以下である.

確認試験　本品3gに水30mLを加え，時々振り混ぜながら5分間放置した後，ろ過し，ろ液2mLに硫酸1mLを徐々に加え，冷後，塩素試液を穏やかに加えるとき，境界面は淡赤色～赤色を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　7.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

コンズランゴ

Condurango

CONDURANGO CORTEX

本品は*Marsdenia cundurango* Reichenbach filius (*Asclepiadaceae*)の樹皮である.

生薬の性状　本品は管状又は半管状の皮片で，厚さ0.1～0.6cm，長さ4～15cmである．外面は灰褐色～暗褐色，ほとんど平滑で多数の皮目を帯びるか，又は多少りん片状できめが粗い．内面は淡灰褐色を呈し，縦線がある．折面の外側は繊維性であり，内側はおおむね粒状である.

本品はわずかに弱いにおいがあり，味は苦い.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は数層の薄膜の細胞からなる．一次皮部には多数の石細胞群があり，二次皮部には1層のでんぷんしょうに内接して，ところどころに師部繊維束があり，両皮部には連合乳管が散在する．柔細胞はでんぷん粒又はシュウ酸カルシウムの集晶を含む．でんぷん粒の径は3～20μmである.

確認試験 本品の粉末1gを水5mLで冷浸してろ過した澄明な液を加熱するとき，液は混濁し，これを冷却するとき，再び澄明となる．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は木部及びその他の異物2.0%以上を含まない．

灰分〈5.01〉 12.0%以下．

貯法 容器 密閉容器．

コンズランゴ流エキス

Condurango Fluidextract

製法 本品は「コンズランゴ」の中末をとり，「精製水」又は「精製水(容器入り)」／「エタノール」／「グリセリン」混液(5：3：2)を第1浸出剤，「精製水」又は「精製水(容器入り)」／「エタノール」混液(3：1)を第2浸出剤として，流エキス剤の製法により製する．

性状 本品は褐色の液で，特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験 本品1mLに水5mLを混和し，必要ならばろ過し，澄明な液を加熱するとき，液は混濁し，これを冷却するとき，再びほとんど澄明となる．

純度試験 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，流エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下)．

貯法 容器 気密容器．

サイコ

Bupleurum Root

BUPLEURI RADIX

柴胡

本品はミシマサイコ *Bupleurum falcatum* Linné (*Umbelliferae*)の根である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総サポニン(サイコサポニンa及びサイコサポニンd)0.35%以上を含む．

生薬の性状 本品は細長い円錐形～円柱形を呈し，単一又は分枝し，長さ10～20cm，径0.5～1.5cm，根頭には茎の基部を付けていることがある．外面は淡褐色～褐色で，深いしわがあるものもある．折りやすく，折面はやや繊維性である．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，皮部の厚さは半径の1／3～1／2で，皮部にはしばしば接線方向に長い裂け目があり，径15～35μmの胞間性離生油道がやや多数散在する．木部には道管が放射状若しくはほぼ階段状に配列し，ところどころに繊維群がある．根頭部の髄には皮部と同様の油道がある．柔細胞中にはでんぷん粒及び油滴を認める．でんぷん粒は単粒又は複粒で，単粒の径は2～10μmである．

確認試験

（1） 本品の粉末0.5gに水10mLを加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品の粉末1.0gにメタノール10mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で15分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンa 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た灰褐色のスポットと色調及びR_f値が等しく，その上側に近接した黄赤色のスポットを認める．

純度試験

（1） 茎及び葉 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，茎及び葉10.0%以上を含まない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4） 異物〈5.01〉 本品は茎及び葉以外の異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 12.5%以下(6時間)．

定量法 本品の粉末約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(9→10)20mLを加えて15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，薄めたメタノール(9→10)15mLを加えて更に2回，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確にとり，希水酸化ナトリウム試液2.5mLを加えて50℃の水浴中で1時間加温し，サイコ定量用リン酸塩緩衝液7.5mLを加える．この液をカラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約10mmのクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノール10mLを流し，次に水10mLを流して調製したもの)に入れて流出させる．薄めたメタノール(7→20)10mLでカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用サイコサポニンa及び定量用サイコサポニンdをデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，それぞれ約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のサイコサポニンaのピーク面積A_{TA}及びA_{SA}並びにサイコサポニンdのピーク面積A_{TD}及びA_{SD}を測定する．次式によりサイコサポニンa及びサイコサポニンdの量を求め，それらの合計を総サポニンの量とする．

サイコサポニンaの量(mg)＝$M_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 1/2$

M_{SA}：定量用サイコサポニンaの秤取量(mg)

サイコサポニンdの量(mg)＝$M_{SD} \times A_{TD} / A_{SD} \times 1/2$

M_{SD}：定量用サイコサポニンdの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：206nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)

流量：サイコサポニンaの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンa，サイコサポニンdの順に溶出し，それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.4以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンa及びサイコサポニンdのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも1.5%以下である．

灰分〈5.01〉　6.5%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　11.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

柴胡桂枝湯エキス

Saikokeishito Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，サイコサポニンb_2 1.5～6mg，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)60～180mg，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)17～51mg(シャクヤク2gの処方)，21～63mg(シャクヤク2.5gの処方)及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)13～39mg(カンゾウ1.5gの処方)，17～51mg(カンゾウ2gの処方)を含む．

製法

	1)	2)	3)	4)
サイコ	5g	5g	5g	5g
ハンゲ	4g	4g	4g	4g
オウゴン	2g	2g	2g	2g
シャクヤク	2g	2.5g	2g	2g
タイソウ	2g	2g	2g	2g
ニンジン	2g	2g	2g	2g
ケイヒ	2.5g	2.5g	2.5g	2g
カンゾウ	1.5g	1.5g	1.5g	2g
ショウキョウ	0.5g	1 g	1g	1g

1)～4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は黄褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は初めやや甘く，後に苦く，やや辛い．

確認試験

（1）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイコ)．

（2）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オウゴニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウゴン)．

（3）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク)．

（4）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン)．

（5）　次の(ⅰ)又は(ⅱ)により試験を行う(ケイヒ)．

(ⅰ)　乾燥エキス10g(軟エキスは30g)を300mLの硬質ガラスフラスコに入れ，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加え

た後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液50μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル／メタノール混液(15：5：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

(ⅱ) 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

(6) 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

(7) 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

純度試験

(1) 重金属〈1.07〉 乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

(2) ヒ素〈1.11〉 乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 乾燥エキス 9.5%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス 66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉 換算した乾燥物に対して10.0%以下.

定量法

(1) サイコサポニンb_2 乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用サイコサポニンb_2をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のサイコサポニンb_2のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

サイコサポニンb_2の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サイコサポニンb_2の秤取量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：40℃付近の一定温度
- 移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(5：3)
- 流量：毎分1.0mL(サイコサポニンb_2の保持時間約12分)

システム適合性
- システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンb_2のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
- システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンb_2のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

(2) バイカリン 乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液5mLをとり，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液

体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液(19：6)

流量：毎分1.0mL(バイカリンの保持時間約10分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（4）　グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サイシン

Asiasarum Root

ASIASARI RADIX

細辛

本品はウスバサイシン*Asiasarum sieboldii* F. Maekawa又はケイリンサイシン*Asiasarum heterotropoides* F. Maekawa var. *mandshuricum* F. Maekawa (*Aristolochiaceae*)の根及び根茎である．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形の根茎に多くの細長い根を付けたものである．外面は淡褐色～暗褐色を呈する．根は長さ約15cm，径0.1cm，浅い縦じわがあり，折れやすい．根茎は長さ2～4cm，径0.2～0.3cm，しばしば分枝し，縦じわがある．節間は短く，各節には葉柄や花柄のわずかに残基及び細長い根を数本ずつ付ける．

本品は特異なにおいがあり，味は辛く舌をやや麻痺する．

純度試験

（1）　地上部　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，

地上部を含まない.

（２） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（３） 異物〈5.01〉 本品は地上部以外の異物1.0%以上を含まない.

（４） アリストロキア酸Ⅰ 本品の粉末2.0gを正確に量り，薄めたメタノール(3→4)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に生薬純度試験用アリストロキア酸Ⅰ 1.0mgを正確に量り，薄めたメタノール(3→4)に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(3→4)を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液には標準溶液のアリストロキア酸Ⅰに対応する保持時間にピークを認めない．アリストロキア酸Ⅰに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し，このピークがアリストロキア酸Ⅰでないことを確認する.

試験条件

検出器：紫外又は可視吸光光度計(測定波長：400nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8g及びリン酸2mLに水を加えて溶かし，1000mLとした液／アセトニトリル混液(11：9)

流量：アリストロキア酸Ⅰの保持時間が約15分になるように調整する.

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，薄めたメタノール(3→4)を加えて正確に10mLとする．この液20μLを正確にとり，上記の条件で操作するとき，アリストロキア酸ⅠのシグナルSとノイズNとの比(SN比)は3以上である．なお，シグナルSは検出器出力の平均値を線で結びノイズを含まないクロマトグラムを得て，ベースラインからピークの頂点までのピーク高さ，ノイズNはピークの前後におけるベースラインの，ピーク半値幅の20倍の間における出力信号の最大値と最小値の差の振れ幅の1／2とする.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アリストロキア酸Ⅰのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である.

（５） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2ppm以下.

灰分〈5.01〉 10.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0%以下.

精油含量〈5.01〉 本品の粉末30.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.6mL以上である.

貯法 容器 密閉容器.

柴朴湯エキス

Saibokuto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，サイコサポニンb_2 2～8mg，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)90～270mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)17～51mgを含む.

製法

	1)	2)
サイコ	7g	7g
ハンゲ	6g	5g
ブクリョウ	5g	5g
オウゴン	3g	3g
コウボク	3g	3g
タイソウ	3g	3g
ニンジン	3g	3g
カンゾウ	2g	2g
ソヨウ	2g	2g
ショウキョウ	1g	1g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状 本品は淡黄色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味はやや甘く，後に苦い.

確認試験

（１） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイコ).

（２） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オウゴニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウゴン).

（３） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り

混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用マグノロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(コウボク).

（４）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（５）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（６）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，0.1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(60：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ソヨウ).

（７）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　9.0%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対して9.0%以下.

定量法

（１）　サイコサポニンb_2　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用サイコサポニンb_2をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のサイコサポニンb_2のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

サイコサポニンb_2の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サイコサポニンb_2の秤取量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：40℃付近の一定温度
- 移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(5：3)
- 流量：毎分1.0mL(サイコサポニンb_2の保持時間約12分)

システム適合性
- システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンb_2のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5

以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンb_2のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） バイカリン　乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液5mLをとり，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液(19：6)

流量：毎分1.0mL(バイカリンの保持時間約10分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3） グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

柴苓湯エキス

Saireito Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，サイコサポニンb_2 2～8mg，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)80～240mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)17～51mgを含む．

製法

	1)	2)
サイコ	7g	7g
ハンゲ	5g	5g
ショウキョウ	1g	1g
オウゴン	3g	3g
タイソウ	3g	3g
ニンジン	3g	3g
カンゾウ	2g	2g
タクシャ	6g	5g
チョレイ	4.5g	3g
ブクリョウ	4.5g	3g
ビャクジュツ	4.5g	－
ソウジュツ	－	3g
ケイヒ	3g	2g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性状　本品は淡黄褐色の粉末で，わずかににおいがあり，味は甘く，後にわずかに苦い．

確認試験

（1） 本品2.0gをとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個

のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイコ).

（２） 本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液15μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

（３） 本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オウゴニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウゴン).

（４） 本品2.0gをとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（５） 本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（６） 本品2.0gをとり，炭酸ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アリソールA 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液40μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(タクシャ).

（７） (ビャクジュツ配合処方) 本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ).

（８） (ソウジュツ配合処方) 本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とし，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ).

（９） 本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－ケイ皮酸1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液40μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸

エチル／ギ酸／水混液(60：40：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ケイヒ).

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.67gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉 9.0%以下.

定量法

（1） サイコサポニンb_2 本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用サイコサポニンb_2をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のサイコサポニンb_2のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

サイコサポニンb_2の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サイコサポニンb_2の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(5：3)

流量：毎分1.0mL(サイコサポニンb_2の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンb_2のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンb_2のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） バイカリン 本品約0.1gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液(19：6)

流量：毎分1.0mL(バイカリンの保持時間約10分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3） グリチルリチン酸 本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 気密容器.

サフラン

Saffron

CROCUS

本品はサフラン*Crocus sativus* Linné (*Iridaceae*)の柱頭である.

生薬の性状　本品は細いひも状で，暗黄赤色～赤褐色を呈し，長さ1.5～3.5cm，3分枝するか又は分離し，分枝する一端は広がり他方は次第に細まる.

本品は強い特異なにおいがあり，味は苦く，唾液を黄色に染める.

本品を水に浸して軟化し，鏡検〈*5.01*〉するとき，柱頭の先端には長さ約150μmの多くの突起があり，少数の花粉粒を伴う.

確認試験　本品に硫酸1滴を加えるとき，暗青色を呈し，紫色を経て徐々に赤褐色に変わる.

純度試験

（1）　アニリン色素　本品0.05gにクロロホルム10mLを加えて振り混ぜるとき，液は無色であるか又は黄色を呈することがあっても極めてわずかである.

（2）　グリセリン，砂糖又ははちみつ　本品は甘味がない.また，本品を紙間に圧しても斑点を残さない.

（3）　花柱の黄色部　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，花柱の黄色部10.0%以上を含まない.

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　7.5%以下.

成分含量　クロシン　本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥した後，粉末とし，その0.100gを正確に量り，温湯150mLを加え，しばしば振り混ぜながら60～70℃で30分間加温し，冷後ろ過する．ろ液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別にカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物98mgを正確に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長438nmにおける試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きい.

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

サンキライ

Smilax Rhizome

SMILACIS RHIZOMA

山帰来

本品は*Smilax glabra* Roxburgh (*Liliaceae*)の塊茎である.

生薬の性状　本品は偏圧された不整円柱形を呈し，しばしば結節状に分枝し，通例，長さ5～15cm，径2～5cmである．外面は帯灰黄褐色～黄褐色で，上面のところどころにこぶ状の茎の残基がある．横切面は不整楕円形～鈍三角形を呈し，類白色～帯赤白色で，皮層は極めて薄く，ほとんど中心柱からなる.

本品はわずかににおいがあり，味はほとんどない.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は2～3細胞層で，皮層は極めて狭く，通例，2～4細胞層の膜の厚い柔細胞からなり，ところどころに大きい粘液細胞を認める．粘液細胞中にはシュウ酸カルシウムの束晶を含む．中心柱は主として柔組織からなり，維管束が散在する．柔細胞はでんぷん粒を含む．でんぷん粒は多くは単粒で，ときに2～4個からなる複粒を混じえ，単粒の径は12～36μmである.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

サンキライ末

Powdered Smilax Rhizome

SMILACIS RHIZOMA PULVERATUM

山帰来末

本品は「サンキライ」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は淡黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味はほとんどない.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，粘液塊中に含まれるシュウ酸カルシウムの束晶の破片，木化した皮層の柔細胞の破片，コルク組織の破片，階紋道管の破片を認める．でんぷん粒は主として単粒及び少数の2～4個の複粒で，それらの径は12～36μmである.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多量の石細胞及び厚膜繊維を認めない.

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

サンザシ

Crataegus Fruit

CRATAEGI FRUCTUS

山査子

本品は1)サンザシ*Crataegus cuneata* Siebold et Zuccarini又は2)オオミサンザシ*Crataegus pinnatifida* Bunge var. *major* N. E. Brown (*Rosaceae*)の偽果をそのまま又は縦切若しくは横切したものである.

生薬の性状

1) *Crataegus cuneata* Siebold et Zuccarini　本品はほぼ球形で，径8～14mmである．外面は黄褐色～灰褐色を呈し，細かい網目状のしわがあり，一端には径4～6mmのくぼみがあって，その周辺にはしばしばがくの基部が残存し，他端には短い果柄又はその残基がある．真果は通例5室でしばしば5個に分裂する．この分果の長さは5～8mm，淡褐色を呈し，通例，各々1個の種子を含む．

本品はほとんどにおいがなく，わずかに酸味がある．

本品中央部の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は比較的厚いクチクラ層で覆われた表皮からなる．クチクラは表皮細胞の側壁まで入り込みくさび状を呈する．表皮細胞及びその直下の2～3層の柔細胞中には黄褐色～赤褐色の内容物が認められる．その内側は柔組織からなり，維管束が散在し，単独又は2～数個集まった石細胞が多数出現する．シュウ酸カルシウムの集晶及び単晶が認められる．真果の果皮は主として厚壁細胞よりなる．種子は種皮で覆われ，その内側に周乳，内乳，子葉を認める．真果の果皮の厚壁細胞中及び種皮の細胞中にシュウ酸カルシウム単晶が認められる．

2) *Crataegus pinnatifida* Bunge var. *major* N. E. Brown　本品は1)に似るが大形で，径17～23mm，外面は赤褐色でつやがあり，斑点状の毛の跡が明瞭である．一端にあるくぼみは径7～9mm，分果は長さ10～12mm，黄褐色を呈し，通例，成熟した種子を含まない．

本品は特異なにおいがあり，酸味がある．

本品の中央部の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，本品は1)に似るが，柔組織中の石細胞は少ない．

確認試験　本品の粉末1gにメタノール5mLを加え，30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヒペロシド1mgをメタノール20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－ブタノン／水／ギ酸混液(5：3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た緑色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．このスポットは放冷するとき徐々に消失し，再加熱により再び発光する．

乾燥減量〈5.01〉　17.0%以下．

灰分〈5.01〉　4.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　8.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

サンシシ

Gardenia Fruit

GARDENIAE FRUCTUS

山梔子

本品はクチナシ*Gardenia jasminoides* Ellis (*Rubiaceae*)の果実である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ゲニポシド3.0%以上を含む．

生薬の性状　本品はほぼ長卵形～卵形を呈し，長さ1～5cm，幅1～1.5cmである．外面は黄褐色～黄赤色で，通例6本，まれに5本又は7本の明らかな綾線がある．一端にはがく又はその跡があり，他端には果柄を付けているものもある．果皮の内面は黄褐色を呈し，平らでつやがある．内部は2室で，黄赤色～暗赤色の胎座に種子の団塊が付く．種子はほぼ円形で偏平，長径約0.5cmで，黒褐色又は黄赤色である．

本品は弱いにおいがあり，味は苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その1.0gに温湯100mLを加え，しばしば振り混ぜながら60～70℃で30分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液1.0mLに水を加えて10mLとする．この液の色は黄色で，次の比較液よりうすくない．

比較液：カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物9.8mgを水に溶かし，正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．

（2） 本品の粉末1.0gにメタノール20mLを加え，水浴上で3分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(1→2)40mLを加え，15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，薄めたメタノール(1→2)40mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ゲニポシドをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ゲニポシドの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用ゲニポシドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(22：3)
流量：ゲニポシドの保持時間が約15分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：定量用ゲニポシド及びカフェイン1mgずつをメタノールに溶かして15mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，ゲニポシドの順に溶出し，その分離度は3.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

サンシシ末

Powdered Gardenia Fruit

GARDENIAE FRUCTUS PULVERATUS

山梔子末

本品は「サンシシ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ゲニポシド3.0%以上を含む.

生薬の性状　本品は黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は苦い.

本品を鏡検〈5.01〉するとき，黄褐色で表面視が多角形の表皮の破片，単細胞毛，らせん紋及び環紋道管，しばしばシュウ酸カルシウムの結晶を含む石細胞，黄色の色素，油滴及びシュウ酸カルシウムの集晶を含む薄膜柔組織の破片(花床及び果皮の要素)，赤褐色の内容物を含む大形で厚膜化した種皮表皮の破片，アリューロン粒を充満する内乳の破片(種子の要素)を認める.

確認試験

（1）　本品をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その1.0gに温湯100mLを加え，しばしば振り混ぜながら60～70℃で30分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液1.0mLに水を加えて10mLとする．この液の色は黄色で，次の比較液よりうすくない.

比較液：カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物9.8mgを水に溶かし，正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする.

（2）　本品1.0gにメタノール20mLを加え，水浴上で3分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下.

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

定量法　本品約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(1→2)40mLを加え，15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，薄めたメタノール(1→2)40mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ゲニポシドをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ゲニポシドの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用ゲニポシドの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)
カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(22：3)
流量：ゲニポシドの保持時間が約15分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：定量用ゲニポシド及びカフェイン1mgずつをメタノールに溶かして15mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，ゲニポシドの順に溶出し，その分離度は3.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

サンシュユ

Cornus Fruit

CORNI FRUCTUS

山茱萸

本品はサンシュユ*Cornus officinalis* Siebold et Zuccarini (*Cornaceae*)の偽果の果肉である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ロガニン0.4%以上を含む.

生薬の性状 本品は偏圧された長楕円形を呈し，長さ1.5～2cm，幅約1cmである．外面は暗赤紫色～暗紫色でつやがあり，粗いしわがあり，真正果実を抜き取った裂け目がある．一端にがくの跡及び他端に果柄の跡がある．質は柔軟である．

本品は弱いにおいがあり，酸味があって，わずかに甘い．

確認試験 本品の粗切1gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ロガニン1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(6：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 異物〈5.01〉 本品は果柄及びその他の異物2.0%以上を含まない．

（2） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2ppm以下．

灰分〈5.01〉 5.0%以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 35.0%以上．

定量法 本品(別途乾燥減量〈5.01〉を測定しておく)を細切以下にし，その約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(1→2)30mLを加えて20分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(1→2)30mLを加えて，更に2回，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ロガニンをデシケーター(シリカゲル)中で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のロガニンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ロガニンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ロガニンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(55：4：1)

流量：ロガニンの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロガニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロガニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

サンショウ

Zanthoxylum Fruit

ZANTHOXYLI FRUCTUS

山椒

本品はサンショウ*Zanthoxylum piperitum* De Candolle (*Rutaceae*)の成熟した果皮で，果皮から分離した種子をできるだけ除いたものである．

生薬の性状 本品は2～3分果よりなるさく果で，各分果は偏球形を呈し2片に開裂し，各片の径は約5mmである．果皮の外面は暗黄赤色～暗赤褐色で，油室による多数のくぼんだ小点がある．内面は淡黄白色である．

本品は特異な芳香があり，味は辛く舌を麻痺する．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外面表皮とこれに接する1細胞層中には赤褐色のタンニン質を含み，果皮には径約500μmに達する油室があり，ところどころにらせん紋道管を主とする維管束が点在し，内層は石細胞層からなり，内面表皮細胞は極めて小さい．

確認試験 本品を粉末とし，その0.5gに薄めたエタノール(7→10)100mLを加え，密栓して30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，R_f値0.7付近に灰赤色～赤色を呈する1個のスポットを認める．

純度試験

（1） 種子 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，種子20.0%以上を含まない．

（2） 果柄及び枝 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，果柄及び枝5.0%以上を含まない．

（3） 異物〈5.01〉 本品は種子，果柄及び枝以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈5.01〉 8.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5%以下．

精油含量〈5.01〉 本品の粉末30.0gをとり，試験を行うとき，その量は1.0mL以上である．

貯法 容器 密閉容器．

サンショウ末

Powdered Zanthoxylum Fruit

ZANTHOXYLI FRUCTUS PULVERATUS

山椒末

本品は「サンショウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は暗黄褐色を呈し，強い特異な芳香があり，味は辛く舌を麻痺する．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，厚さ約2.5μmの膜を持つ石細胞からなる果皮内層の組織の破片，径10～15μmのらせん紋及び環紋道管の破片，精油又は樹脂を含む油室の破片，表面視が多角形でタンニン質を含む表皮細胞の破片，多数の油滴，バニリン・塩酸試液で赤色を呈するタンニン質の塊を認める．

確認試験　本品0.5gに薄めたエタノール(7→10)100mLを加え，密栓して30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，R_f値0.7付近に灰赤色～赤色を呈する1個のスポットを認める．

灰分〈*5.01*〉　8.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品30.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.8mL以上である．

貯法　容器　気密容器．

サンソウニン

Jujube Seed

ZIZYPHI SEMEN

酸棗仁

本品はサネブトナツメ*Zizyphus jujuba* Miller var. *spinosa* Hu ex H. F. Chou (*Rhamnaceae*)の種子である．

生薬の性状　本品は扁平な卵形～円形でレンズ状を呈し，長さ5～9mm，幅4～6mm，厚さ2～3mm，外面は褐色～暗赤褐色を呈し，つやがある．一端にはへそ，他端には合点がある．種皮はやや柔軟で，乳白色の内乳及び淡黄色の胚を包む．本品100粒の質量は3.0～4.5gである．

本品はわずかな油臭があり，緩和でやや油様である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，種皮は外側の表皮，柔組織，内側の表皮からなる．外側の表皮は放射方向に長く厚壁化した細胞からなり，内側の表皮にはクチクラが認められる．内乳は柔組織からなり，シュウ酸カルシウムの集晶，アリューロン粒，でんぷん粒を含む．子葉は柔組織からなり，アリューロン粒，でんぷん粒，油滴を含む．

確認試験　本品の粉末2gにメタノール10mLを加え，還流冷却器を付け，10分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(10：10：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.3付近に紫色のスポットを認める．このスポットは，1－ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，黄緑色～灰緑色を呈する．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は内果皮及びその他の異物1.0%以上含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉　11.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　9.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

サンヤク

Dioscorea Rhizome

DIOSCOREAE RHIZOMA

山薬

本品はヤマノイモ*Dioscorea japonica* Thunberg又はナガイモ*Dioscorea batatas* Decaisne (*Dioscoreaceae*)の周皮を除いた根茎(担根体)である．

生薬の性状　本品は円柱形～不整円柱形を呈し，長さ5～15cm，径1～4cm，ときには縦割又は横切したものである．外面は類白色～帯黄白色で，折面は類白色を呈し，平らで粉性である．質は堅いが，折りやすい．

本品はほとんどにおい及び味がない．

確認試験

（1）　本品の切面に希ヨウ素試液を滴加するとき，暗青色を呈する．

（2）　本品の粉末0.2gに無水酢酸2mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色～紫褐色を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

サンヤク末

Powdered Dioscorea Rhizome

DIOSCOREAE RHIZOMA PULVERATUM

山薬末

本品は「サンヤク」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は帯黄白色～白色を呈し，ほとんどにおい及

び味がない．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主としてでんぷん粒とこれを含む柔組織片，シュウ酸カルシウムの長さ100～200μmの束針晶とこれを含む粘液細胞，環紋道管及び階紋道管を認める．道管の径は15～35μmである．でんぷん粒は長楕円形～球形の単粒で，長径18～35μm，へそ及び層紋を認めるがやや不鮮明である．

確認試験　本品0.2gに無水酢酸2mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色～紫褐色を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.

貯法　容器　気密容器.

ジオウ

Rehmannia Root

REHMANNIAE RADIX

地黄

本品はアカヤジオウ*Rehmannia glutinosa* Liboschitz var. *purpurea* Makino又は*Rehmannia glutinosa* Liboschitz (*Scrophulariaceae*)の根又はそれを蒸したものである．

生薬の性状　本品は，通例，細長い紡錘形を呈し，長さ5～10cm，径0.5～3.0cm，しばしば折れ，又は著しく変形している．外面は黄褐色又は黒褐色を呈し，深い縦みぞ及びくびれがある．質は柔らかく粘性である．横切面は黄褐色又は黒褐色で，皮部は木部より色が濃く，髄をほとんど認めない．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は7～15層で，皮部はすべて柔細胞からなり，外皮部に褐色の分泌物を含む細胞が散在する．木部はほとんど柔組織からなり，道管は放射状に配列し，主として網紋道管である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

シゴカ

Eleutherococcus Senticosus Rhizome

ELEUTHEROCOCCI SENTICOSI RHIZOMA

刺五加

本品はエゾウコギ*Eleutherococcus senticosus* Maximowicz (*Acanthopanax senticosus* Harms) (*Araliaceae*)の根茎で，しばしば根を伴う．

生薬の性状　本品はやや曲った円柱形で，長さ15～30cm，径1～2.5cm，外面は灰褐色で，やや粗雑である．横切面は淡褐色を呈し，その大部分は木部で，皮層は薄く，中央部に髄がある．質は極めて堅い．

本品はわずかに特異なにおいがあり，味はほとんどないかわずかに甘く，収れん性がある．

本品の根茎の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は3～7細胞層のコルク層で，それに続く皮層の柔組織には油道がある．師部には繊維束が階段状に配列する．師部と木部は形成層で明瞭に区分される．木部は道管，木部繊維，木部柔組織からなり，放射組織は2～6細胞列である．髄は柔組織からなる．シュウ酸カルシウムの集晶が皮層の柔組織と放射組織に含まれる．でんぷん粒は放射組織，皮層及び木部の柔組織に認められることがある．

確認試験　本品の粉末0.5gに薄めたメタノール(1→2)20mLを加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用エレウテロシドB 1mgを薄めたメタノール(1→2)に溶かし，20mLとする．この液2mLをとり，薄めたメタノール(1→2)を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液から得たエレウテロシドBに相当するピークの保持時間は等しい．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(9：1)

流量：エレウテロシドBの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エレウテロシドBのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　2.5%以上.
貯法　容器　密閉容器.

ジコッピ

Lycium Bark
LYCII CORTEX
地骨皮

本品はクコ *Lycium chinense* Miller又は *Lycium barbarum* Linné (*Solanaceae*)の根皮である.

生薬の性状　本品は厚さ1～6mmの管状又は半管状の皮片である．外側は淡褐色～淡黄褐色で，周皮はりん片状にはがれやすい．内側は灰褐色を呈し，縦に条線がある．質はもろく，折面は灰白色を呈し，繊維性でない.

本品は特異な弱いにおいがあり，味は初めわずかに甘い.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，周皮のコルク層は数層の薄膜のコルク細胞からなる．皮部にはシュウ酸カルシウムの砂晶を含む柔細胞が散在し，少数の繊維を認めることがある．柔細胞に含まれるでんぷん粒は径1～10μmである．石細胞は認めることがあっても，極めてまれである.

確認試験　本品の粉末1.0gにメタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(3：1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，105℃で3分間加熱した後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.5付近に濃褐色の主スポットを認める.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　11.5%以下(6時間).
灰分〈5.01〉　20.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　3.0%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　10.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

シコン

Lithospermum Root
LITHOSPERMI RADIX
紫根

本品はムラサキ *Lithospermum erythrorhizon* Siebold et Zuccarini (*Boraginaceae*)の根である.

生薬の性状　本品はやや細長い円錐形を呈し，しばしば分枝し，長さ6～10cm，径0.5～1.5cmである．外面は暗紫色を呈し，粗雑で薄くはがれやすい．多くはねじれた深い縦みぞがあり，ときには木部まで達する．根頭には茎の残基を付けていることがある．折りやすく，折面は粒状で，裂け目が多い．横切面をルーペ視するとき，皮部の外側は暗紫色で，内側の淡褐色の部分は不規則な波状を呈し，木部は類黄色である．根頭部の中央はしばしば裂け目となり，その周辺は赤紫色を呈する.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い.

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gを試験管にとり，加熱するとき，赤色の蒸気を発し，管の上部壁で凝縮して赤褐色の油滴となる.

（2）　本品の切片又は粉末0.5gにエタノール(95)1mLを加え，振り混ぜて得た赤色溶液に水酸化ナトリウム試液1滴を加えるとき，液は青紫色に変わる．更に，この液に希塩酸1～2滴を加えるとき，液は再び赤色に変わる.

（3）　本品の粉末0.5gにエタノール(95)5mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を減圧，40℃以下で濃縮し，エタノール(95)1mLを加え，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(95)混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．このとき，R_f値0.75付近に赤紫色のスポットを認める.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈5.01〉　11.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　3.5%以下.
貯法　容器　密閉容器.

シツリシ

Tribulus Fruit
TRIBULI FRUCTUS
蒺藜子

本品はハマビシ *Tribulus terrestris* Linné (*Zygophyllaceae*)の果実である.

生薬の性状　本品は5角星状で，5個の分果からなり，径7～12mm，しばしば各分果に分離している．外面は灰緑色～灰褐色を呈し，各分果の外面に長短2対のとげがある．その1対は長さ3～7mm，他は長さ2～5mmである．肋線上に多くの小突起がある．果皮は堅く，切面は淡黄色を呈する．分果は1～3個の種子を含む.

本品はほとんどにおいがなく，味は初め緩和で，後に苦い.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外果皮は1層の表皮からなり，中果皮は柔組織と厚壁細胞層からなり，内果皮は数層の繊維細胞層からなる．中果皮と内果皮との間にはシュ

ウ酸カルシウムの単晶を含む1層の細胞層がある．種子の子葉中には油滴及びアリューロン粒を含み，でんぷん粒が認められることがある．

確認試験　本品の粉末2gにメタノール5mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水混液(40：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．

純度試験

（1）　果柄　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，果柄4.0%以上を含まない．

（2）　異物〈5.01〉　本品は果柄以外の異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　11.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　13.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　8.5%以上.

貯法　容器　密閉容器.

シャクヤク

Peony Root

PAEONIAE RADIX

芍薬

本品はシャクヤク *Paeonia lactiflora* Pallas (*Paeoniaceae*)の根である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)2.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は円柱形を呈し，長さ7～20cm，径1～2.5cm，外面は褐色～淡灰褐色で，明らかな縦じわ及びいぼ状の側根の跡と横長の皮目がある．横切面はち密で淡灰褐色を呈し，木部は淡褐色の放射状の線がある．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後に渋くてわずかに苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gにエタノール(95)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液3mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色～青緑色を呈し，後に暗青紫色～暗緑色に変わる．

（2）　本品の粉末2gにメタノール10mLを加え，水浴上で5分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.5%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール(1→2)50mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：ペオニフロリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

シャクヤク末

Powdered Peony Root

PAEONIAE RADIX PULVERATA

芍薬末

本品は「シャクヤク」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)2.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は淡灰褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後に渋くてわずかに苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，コルク組織の破片，道管の破片，仮道管の破片，木部繊維の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む結晶細胞列の破片を認める．でんぷん粒は単粒，ときに2～3個の複粒で，単粒の径は5～25μmである．

確認試験

（1）　本品0.5gにエタノール(95)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液3mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色～青緑色を呈し，後に暗青紫色～暗緑色に変わる．

（2）　本品2gにメタノール10mLを加え，水浴上で5分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（3）　異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，淡黄色の石細胞及び繊維の群を認めない．

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉　6.5%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール(1→2)50mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：ペオニフロリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

芍薬甘草湯エキス

Shakuyakukanzoto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)50～150mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)50～150mgを含む．

製法

	1)	2)
シャクヤク	6g	5g
カンゾウ	6g	5g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は淡褐色～褐色の粉末又は軟エキスで，わずかににおいがあり，味は甘い．

確認試験

（1）　乾燥エキス0.5g(軟エキスは1.5g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴

霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク).

（２） 乾燥エキス0.5g(軟エキスは1.5g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉 乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２） ヒ素〈1.11〉 乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 乾燥エキス 8.0%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス 66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉 換算した乾燥物に対し9.0%以下.

定量法

（１） ペオニフロリン 乾燥エキス約0.2g(軟エキスは乾燥物として約0.2gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)
流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)
システム適合性
システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（２） グリチルリチン酸 乾燥エキス約0.2g(軟エキスは乾燥物として約0.2gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)
流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 気密容器.

ジャショウシ

Cnidium Monnieri Fruit

CNIDII MONNIERIS FRUCTUS

蛇床子

本品は*Cnidium monnieri* Cusson（*Umbelliferae*)の果実である．

生薬の性状 本品は楕円体の双懸果で，しばしば分離している．長さ2～3mm，幅1～2mm，外面は淡褐色～褐色を呈し，各分果には通例5本の翼状を呈する隆起線がある．分果の接合面はほぼ平らである．

本品は特異なにおいがあり，かめば特異な香気があり，後やや麻痺性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，各隆起線間に1個の油道があり，分果が果柄に合着する面には通例2個の油道がある．隆起線はやや木化した柔細胞からなり，基部には維管束がある．隆起線の表皮細胞及び柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を含み，胚乳の柔細胞中には油滴及びアリューロン粒を含み，でんぷん粒が認められることがある．

確認試験　本品の粉末1gに酢酸エチル10mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オストール1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　17.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　6.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

シャゼンシ

Plantago Seed

PLANTAGINIS SEMEN

車前子

本品はオオバコ*Plantago asiatica* Linné (*Plantaginaceae*)の種子である．

生薬の性状　本品は偏楕円体で，長さ2～2.5mm，幅0.7～1mm，厚さ0.3～0.5mm，外面は褐色～黄褐色を呈し，つやがある．ルーペ視するとき，ほぼ平滑で背面は弓状に隆起するが，腹面はややくぼんでいる．珠孔及び背線は認められない．本品100粒の質量は約0.05gである．

本品はにおいがなく，味はわずかに苦く，粘液性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，種皮は粘液を含む表皮，栄養層及びほぼ等径性の細胞からなる色素層の3層からなり，その内側には種皮より厚い内乳が2枚の子葉を包んでいる．

確認試験

（1）　本品1gに温湯2mLを加えて10分間放置するとき，種皮は膨起して粘液を出す．

（2）　本品1gに希塩酸10mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，この液3mLにフェーリング試液1mLを加えて加温するとき，赤色の沈殿を生じる．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は異物2.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　5.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

シャゼンソウ

Plantago Herb

PLANTAGINIS HERBA

車前草

本品はオオバコ*Plantago asiatica* Linné (*Plantaginaceae*)の花期の全草である．

生薬の性状　本品は，通例，縮んでしわのよった葉及び花茎からなり，灰緑色～暗黄緑色を呈する．水に浸してしわを伸ばすと，葉身は卵形～広卵形で，長さ4～15cm，幅3～8cm，先端は鋭頭，基部は急に細まり，辺縁はやや波状を呈し，明らかな平行脈があり，無毛又はほとんど無毛である．葉柄は葉身よりやや長く，基部はややふくらんで薄膜性の葉しょうを付ける．花茎は長さ10～50cmで，上部の1／3～1／2は穂状花序となり，小形の花を密に付け，しばしば花序の下部は結実してがい果を付ける．根は，通例，切除されているが，付けているものでは細いものが密生する．

本品はわずかににおいがあり，味はない．

確認試験　本品の粉末2.0gにメタノール10mLを加え，水浴上で3分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)試液を噴霧するとき，R_f値0.5付近に暗青色のスポットを認める．

灰分〈*5.01*〉　15.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　4.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　14.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

十全大補湯エキス

Juzentaihoto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)1.5mg以上(ニンジン2.5gの処方)，1.8mg以上(ニンジン3gの処方)，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)26～78mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)8～24mg(カンゾウ1gの処方)，12～36mg(カンゾウ1.5gの処方)を含む．

製法

	1)	2)	3)	4)
ニンジン	3g	3g	2.5g	3g
オウギ	3g	3g	2.5g	3g
ビャクジュツ	3g	−	3.5g	3g
ソウジュツ	−	3g	−	−
ブクリョウ	3g	3g	3.5g	3g
トウキ	3g	3g	3.5g	3g
シャクヤク	3g	3g	3g	3g
ジオウ	3g	3g	3.5g	3g
センキュウ	3g	3g	3g	3g
ケイヒ	3g	3g	3g	3g
カンゾウ	1.5g	1.5g	1g	1g

1)～4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状 本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は甘く，苦い．

確認試験

（1） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液15mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液に1−ブタノール10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，1−ブタノール層を分取する．この液に水10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，1−ブタノール層を分取する．減圧で溶媒を留去し，残留物にメタノール1mLを加えて試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1−プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た濃い褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（2） (1)の試料溶液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1−プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウギ).

（3） (ビャクジュツ配合処方) 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1−ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃，5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ).

（4） (ソウジュツ配合処方) 乾燥エキス5.0g(軟エキスは15.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液40μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ).

（5） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水15mL及び0.1mol/L塩酸5mLを加え振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて，振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去し，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*Z*)−リグスチリド1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(センキュウ及びトウキ).

（6） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1−ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4−メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク).

（7） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，メタノール30mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し

た薄層板にスポットする．次に水／メタノール／1－ブタノール混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，R_f値0.6付近に暗緑色のスポットを認める(ジオウ).

（8） 次の(ⅰ)又は(ⅱ)により試験を行う(ケイヒ).

(ⅰ) 乾燥エキス10g(軟エキスは30g)を300mLの硬質ガラスフラスコにとり，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液50μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル／メタノール混液(15：5：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

(ⅱ) 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

（9） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　9.5%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対して10.0%以下.

定量法

（1） ギンセノシドRb_1　乾燥エキス約2g(軟エキスは乾燥物として約2gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加え，水を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約10mmのクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノールを流し，次に薄めたメタノール(3→10)を流して調整したもの)に入れて流出させる．薄めたメタノール(3→10)2mL，炭酸ナトリウム試液1mL，更に薄めたメタノール(3→10)10mLの順でカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に5mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb_1標準品の秤取量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲルを充てんする.
- カラム温度：60℃付近の一定温度
- 移動相：アセトニトリル／水混液(4：1)
- 流量：毎分1.0mL(ギンセノシドRb_1の保持時間約16分)

システム適合性
- システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRb_1のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である.
- システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

（2） ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過

し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)
流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)
システム適合性
システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3） グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)
流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

苦味重曹水

Sodium Bicarbonate and Bitter Tincture Mixture

製法

炭酸水素ナトリウム	30g
苦味チンキ	20mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，用時製する．

性状　本品は類黄色澄明の液で，味は苦い．

貯法　容器　気密容器．

ジュウヤク

Houttuynia Herb

HOUTTUYNIAE HERBA

十薬

本品はドクダミ *Houttuynia cordata* Thunberg (*Saururaceae*)の花期の地上部である．

生薬の性状　本品は茎に互生した葉及び花穂からなり，茎は淡褐色を呈し，縦みぞと隆起する節がある．水に浸してしわを伸ばすと，葉は広卵状心臓形で，長さ3～8cm，幅3～6cm，淡緑褐色を呈し，全縁で，先端は鋭くとがる．葉柄は長く，基部に膜質のたく葉が付いている．花穂は1～3cm，淡黄褐色で無花被の多数の小形の花を付け，その基部に長卵円形の淡黄色～淡黄褐色の総包4枚がある．

本品はわずかににおいがあり，味はない．

確認試験　本品の粉末2gに酢酸エチル20mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で15分間煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に水10mLを加え，水浴上で2分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液を分液漏斗にとり，酢酸エチル20mLを加え，よく振り混ぜた後，酢酸エチル液15mLを分取し，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール5mLに溶かし，リボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸1mLを加えて放置するとき，液は淡赤色～赤色を呈する．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は根茎，根及びその他の異物2.0%以上を含まない．

灰分〈5.01〉　14.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　3.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　10.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

シュクシャ

Amomum Seed

AMOMI SEMEN

縮砂

本品は*Amomum xanthioides* Wallich (*Zingiberaceae*)の種子の塊である．

生薬の性状　本品はほぼ球形又は楕円球形を呈し，長さ1～1.5cm，径0.8～1cm，外面は灰褐色～暗褐色を呈し，石灰を散布して乾燥したものは白粉を付けている．種子塊は薄い膜で3部に分かれ，各部には仮種皮によって接合する10～20粒の種子がある．種子は多角形の粒状で，長さ0.3～0.5cm，径約0.3cm，外面には暗褐色で多数の細かい突起があり，質は堅い．種子を背線に沿って縦断し，ルーペ視するとき，切面は細長く，へそは深くくぼみ，合点はややくぼんでいる．周乳は白色で，淡黄色の内乳及び胚を包み，胚は細長い．

本品は砕くとき特異な芳香があり，味は辛い．

灰分〈*5.01*〉　9.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　3.0%以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末30.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.6mL以上である．

貯法　容器　密閉容器．

シュクシャ末

Powdered Amomum Seed

AMOMI SEMEN PULVERATUM

縮砂末

本品は「シュクシャ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰褐色を呈し，特異な芳香があり，味は辛い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒を充満し，シュウ酸カルシウムの結晶を含む波形を呈する周乳の細胞の破片，黄色長形の種皮の表皮細胞及びこれと直交する薄膜の組織の破片，多角形で膜の厚い褐色の石細胞群の破片を認める．

灰分〈*5.01*〉　9.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　3.0%以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品30.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.4mL以上である．

貯法　容器　気密容器．

ショウキョウ

Ginger

ZINGIBERIS RHIZOMA

生姜

乾生姜

本品はショウガ*Zingiber officinale* Roscoe (*Zingiberaceae*)の根茎である．

生薬の性状　本品は偏圧した不規則な塊状でしばしば分枝する．分枝した各部はやや湾曲した卵形又は長卵形を呈し，長さ2～4cm，径1～2cmである．外面は灰白色～淡灰褐色で，しばしば白粉を付けている．折面はやや繊維性，粉性で，淡黄褐色を呈する．横切面をルーペ視するとき，皮層と中心柱は明瞭に区別され，その全面に維管束及び分泌物が暗褐色の細点として散在する．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

確認試験　本品の粉末2gにジエチルエーテル5mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　8.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ショウキョウ末

Powdered Ginger

ZINGIBERIS RHIZOMA PULVERATUM

生姜末

乾生姜末

本品は「ショウキョウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡灰褐色～淡灰黄色を呈し，特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，主としてでんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片を認め，更に黄褐色～暗褐色の樹脂よう物質又はシュウ酸カルシウムの単晶を含む柔細胞，膜孔の明らかな繊維の破片，らせん紋，環紋及び網紋道管の破片，まれにコルク組織の破片を認める．でんぷん粒は単粒，複粒及び半複粒で球形，卵形又は袋形で，へそは偏在し，長径は通例20～30μmである．

確認試験　本品2gにジエチルエーテル5mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層

板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞，木化した柔細胞及びその他の異物を認めない．

灰分〈5.01〉 8.0%以下.

貯法 容器 気密容器.

小柴胡湯エキス

Shosaikoto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，サイコサポニンb_2 2～8mg，バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36)80～240mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)17～51mgを含む.

製法

	1)	2)
サイコ	7g	6g
ハンゲ	5g	5g
ショウキョウ	1g	1g
オウゴン	3g	3g
タイソウ	3g	3g
ニンジン	3g	3g
カンゾウ	2g	2g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状 本品は淡褐色～黒灰褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は初めやや甘く，後にやや辛く，苦い．

確認試験

（1） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイコ).

（2） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液15μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

（3） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オウゴニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウゴン).

（4） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（5） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調

及びR_f値が等しい(カンゾウ).

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　10.0%以下(1g，105℃，5時間).

軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し10.0%以下.

定量法

（1）　サイコサポニンb_2　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用サイコサポニンb_2をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のサイコサポニンb_2のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

サイコサポニンb_2の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サイコサポニンb_2の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05moL/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(5：3)

流量：毎分1.0mL(サイコサポニンb_2の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンb_2のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンb_2のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　バイカリン　乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

バイカリン($C_{21}H_{18}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→200)／アセトニトリル混液(19：6)

流量：毎分1.0mL(バイカリンの保持時間約10分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ショウズク

Cardamon

CARDAMOMI FRUCTUS

小豆蔻

小豆蔻

本品は*Elettaria cardamomum* Maton (*Zingiberaceae*)の果実である．本品は用時種子のみを用いる．

生薬の性状　本品はほぼ長楕円球形を呈し，長さ1～2cm，径0.5～1cmである．外面は淡黄色で3本の鈍い稜と多数の縦線があり，一端には0.1～0.2cmの小突起がある．果皮は薄く軽く繊維性である．内部は薄い膜によって縦に3室に分かれ，各室中には仮種皮によって接合する3～7個の種子がある．種子は不整有角性の卵形を呈し，長さ0.3～0.4cmで，暗褐色～黒褐色である．背部は凸形で，腹部には深い縦みぞがあり，外面には粗雑な小隆起がある．

本品は特異な芳香があり，味は辛くてわずかに苦く，果皮はにおい及び味がない．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下(種子).

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　4.0%以下(種子).

精油含量〈*5.01*〉　本品の種子の粉末30.0gをとり，試験を行うとき，その量は1.0mL以上である．

貯法　容器　密閉容器.

小青竜湯エキス

Shoseiryuto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$：165.23)及びプソイドエフェドリン($C_{10}H_{15}NO$：165.23)]10～30mg，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)26～78mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)17～51mgを含む.

製法

	1)	2)
マオウ	3g	3g
シャクヤク	3g	3g
カンキョウ	3g	－
ショウキョウ	－	3g
カンゾウ	3g	3g
ケイヒ	3g	3g
サイシン	3g	3g
ゴミシ	3g	3g
ハンゲ	6g	6g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，特異なにおいがあり，味は初め酸味があり，後に辛い.

確認試験

（１）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にエフェドリン塩酸塩1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(マオウ).

（２）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク).

（３）（カンキョウ配合処方）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ショーガオール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液1μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンキョウ).

（４）（ショウキョウ配合処方）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標

準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

（５） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（６） 次の(ｉ)又は(ⅱ)により試験を行う(ケイヒ).

(ｉ) 乾燥エキス10g(軟エキスは30g)を300mLの硬質ガラスフラスコに入れ，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

(ⅱ) 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

（７） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アサリニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイシン).

（８） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)に水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用シザンドリン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(蛍光剤入り)にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ゴミシ).

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２） ヒ素〈1.11〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　10.0％以下(1g，105℃，5時間).

軟エキス　66.7％以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し12.0％以下.

定量法

（１） 総アルカロイド[エフェドリン及びプソイドエフェドリン]　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用エフェドリン塩酸塩を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のエフェドリン及びプソイドエフェドリンのピーク面積A_{TE}及びA_{TP}並びに標準溶液のエフェドリンのピーク面積A_Sを測定する.

総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$)及びプソイドエフェドリン($C_{10}H_{15}NO$)]の量(mg)

$= M_S \times (A_{TE} + A_{TP}) / A_S \times 1/10 \times 0.819$

M_S：定量用エフェドリン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μm

の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→130)／アセトニトリル／リン酸混液(650：350：1)

流量：毎分1.0mL(エフェドリンの保持時間約27分)

システム適合性

システムの性能：定量用エフェドリン塩酸塩及びプソイドエフェドリン塩酸塩1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，プソイドエフェドリン，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（２） ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（３） グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ショウマ

Cimicifuga Rhizome

CIMICIFUGAE RHIZOMA

升麻

本品はサラシナショウマ *Cimicifuga simplex* Turczaninow，*Cimicifuga dahurica* Maximowicz，*Cimicifuga foetida* Linné又は *Cimicifuga heracleifolia* Komarov (*Ranunculaceae*)の根茎である．

生薬の性状　本品は結節状不整形を呈し，長さ6～18cm，径1～2.5cmである．外面は暗褐色～黒褐色で，多数の根の残基を付ける．また，しばしば地上茎の残基があり，その中央はくぼみ，周辺は色がうすく，放射状の模様を呈する．折面は繊維性で，髄は暗褐色を呈し，しばしばうつろになっている．質は軽くて堅い．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦くてわずかに渋い．

純度試験

（１） 重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２） ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（３） アカショウマ　本品の粉末を鏡検〈5.01〉するとき，柔組織中に集晶を認めない．

灰分〈5.01〉　9.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス18.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

シンイ

Magnolia Flower
MAGNOLIAE FLOS
辛夷

本品はタムシバ*Magnolia salicifolia* Maximowicz，コブシ *Magnolia kobus* De Candolle，*Magnolia biondii* Pampanini，*Magnolia sprengeri* Pampanini 又はハクモクレン *Magnolia heptapeta* Dandy (*Magnolia denudata* Desrousseaux) (*Magnoliaceae*)のつぼみである.

生薬の性状　本品は紡錘形を呈し，長さ15～45mm，中央の径6～20mm，基部にしばしば木質の花柄を付ける．ほう葉は，通例，3枚で，外面には毛がまばらにあって褐色～暗褐色を呈するか，又は密毛があって灰白色～淡黄褐色を呈し，内面は平滑で暗褐色を呈する．内部に9枚又は12枚の花被片があり，花被片は同形又は外側の3枚が小さい．雄ずいは50～100本あり，雌ずいも多数ある．質はもろい.

本品は特有のにおいがあり，味は辛くて，やや苦い.

確認試験　本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／ギ酸混液(5：3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.3付近に黄赤色のスポットを認める.

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間).
灰分〈5.01〉　5.5%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　13.0%以上.
精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.5mL以上である.
貯法　容器　密閉容器.

真武湯エキス

Shimbuto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)26～78mg，[6]－ギンゲロール0.5～2.0mg(ショウキョウ0.8gの処方)，0.6～2.4mg(ショウキョウ1gの処方)，0.9～3.6mg(ショウキョウ1.5gの処方)及び総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として)0.7mg以上(ブシ1，1gの処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として，又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.2mg以上(ブシ末1，1gの処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.1mg以上(ブシ末2，1gの処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として，又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.1mg以上(ブシ末1，0.5gの処方)を含む.

製法

	1)	2)	3)	4)
ブクリョウ	5g	5g	5g	4g
シャクヤク	3g	3g	3g	3g
ビャクジュツ	3g	－	3g	－
ソウジュツ	－	3g	－	3g
ショウキョウ	1g	1g	0.8g	1.5g
ブシ(ブシ1)	1g	－	－	－
ブシ末(ブシ末1)	－	1g	－	0.5g
ブシ末(ブシ末2)	－	－	1g	－

1)～4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする.

性状　本品は淡黄褐色～褐色の粉末で，特異なにおいがあり，味は辛く，苦い.

確認試験

（1）　本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(シャクヤク).

（2）　(ビャクジュツ配合処方)　本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ).

（3）　(ソウジュツ配合処方)　本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した

後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ).

（4） 本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

（5） 本品3.0gをとり，ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にアセトニトリル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩1mgをエタノール(99.5)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ブシ又はブシ末).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.67gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

（3） ブシジエステルアルカロイド(アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン) 本品1.0gを正確に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し，上層を除く．水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．水層はアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，減圧で溶媒を留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)10mLを正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1mLを正確に量り，ブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さは，それぞれ標準溶液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは231nm，ジェサコニチンは254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)

流量：毎分1.0mL(メサコニチンの保持時間約31分)

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を254nmとし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である.

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を231nmとし，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は1.5%以下である.

乾燥減量〈2.41〉 7.0%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉 10.0%以下.

定量法

（1） ペオニフロリン 本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)
流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)
システム適合性
システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（２）　[6]－ギンゲロール　本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用[6]－ギンゲロール約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の[6]－ギンゲロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

[6]－ギンゲロールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用[6]－ギンゲロールの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(620：380：1)
流量：毎分1.0mL([6]－ギンゲロールの保持時間約15分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，[6]－ギンゲロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，[6]－ギンゲロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（３）　総アルカロイド　本品約1gを精密に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，上層を取り除いた後，ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し，上層を取り除く．水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．水層は，アンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，減圧で溶媒を留去した後，残留物をブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に10mLとし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14－アニソイルアコニンの各ピーク面積，A_{TM}及びA_{SM}，A_{TH}及びA_{SH}，A_{TA}及びA_{SA}を測定する．

ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg)
＝$C_{SM} \times A_{TM} / A_{SM} \times 10$
ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg)
＝$C_{SH} \times A_{TH} / A_{SH} \times 10$
14－アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg)
＝$C_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 10$

C_{SM}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)
C_{SH}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)
C_{SA}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは231nm，14－アニソイルアコニンは254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)
流量：毎分1.0mL(ベンゾイルメサコニンの保持時間約15分)
システム適合性
システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セッコウ

Gypsum
GYPSUM FIBROSUM
石膏

本品は天然の含水硫酸カルシウムで，組成はほぼ

$CaSO_4 \cdot 2H_2O$である．

生薬の性状 本品は光沢のある白色の重い繊維状結晶塊で，砕くと容易に針状～微細結晶性の粉末となる．

本品はにおい及び味がない．

本品は水に溶けにくい．

確認試験 本品の粉末1gに水20mLを加え，しばしば振り混ぜながら30分間放置した後，ろ過する．ろ液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末4.0gに酢酸(100)4mL及び水96mLを加え，10分間煮沸し，冷後，水を加えて正確に100mLとした後，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液4.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

貯法 容器 密閉容器．

焼セッコウ

Exsiccated Gypsum

焼石膏

本品はほぼ$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$の組成を有する．

性状 本品は白色～灰白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品を空気中に放置するとき，徐々に水分を吸収して固結性を失う．

本品を200℃以上に加熱して無水物とするとき，固結性を失う．

確認試験 本品1gに水20mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 アルカリ 本品3.0gを共栓試験管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加えて激しく振り混ぜるとき，液は赤色を呈しない．

固結試験 本品10.0gに水10mLを加え，直ちに3分間かき混ぜて放置するとき，指で押さえても水分がでなくなるまでに要する時間は，初めに水を加えたときから10分間以内である．

貯法 容器 気密容器．

セネガ

Senega

SENEGAE RADIX

本品はセネガ *Polygala senega* Linné又はヒロハセネガ *Polygala senega* Linné var. *latifolia* Torrey et Gray (*Polygalaceae*)の根である．

生薬の性状 本品は細長い円錐形を呈し，多くは分枝し，長さ3～10cm，主根の径は0.5～1.5cmである．外面は淡灰褐色～灰褐色を呈し，多くの縦じわがあり，ときにはねじれた隆起線がある．根頭部は塊状で，茎の残基及び赤色の芽を付けることがある．分枝した側根はねじれて屈曲する．横切面の皮部は灰褐色，木部は類黄白色で，通例，円形であるが，ときにはくさび形～半円形に欠け込み，その反対側の皮部は厚くなる．

本品はサリチル酸メチル様の特異なにおいがあり，味は初め甘く，後にえぐい．

本品の横切面を鏡検〈*5.01*〉するとき，主根部ではコルク層は数層の淡褐色のコルク細胞からなり，二次皮部は1～3列の放射組織をはさんで柔細胞及び師管からなる．木部の放射組織は明瞭ではない．本品の柔細胞は油滴状の内容物を含むが，でんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの結晶を含まない．

確認試験

（1） 本品の粉末0.5gに水10mLを加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品の粉末0.5gに水30mLを加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水50mLを混和した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長317nm付近に吸収の極大を示す．

純度試験

（1） 茎 本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，茎2.0%以上を含まない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4） 異物〈*5.01*〉 本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉 5.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 30.0%以上．

貯法 容器 密閉容器．

セネガ末

Powdered Senega

SENEGAE RADIX PULVERATA

本品は「セネガ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡褐色を呈し，サリチル酸メチル様の特異なにおいがあり，味は初め甘く，後にえぐい．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，孔紋及び網紋道管の破片，仮道管の破片，斜めの膜孔のある木部繊維の破片，単膜孔のある木部柔細胞の破片，油滴状の内容物を含む師部柔組織の破片，しばしば膜がコルク化して娘細胞に分かれた外皮の破片を認める．油滴状の内容物はズダンⅢ試液で赤く染まる．本品の柔細胞はでんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの結晶を含まない．

確認試験

（1） 本品0.5gに水10mLを加え，激しく振り混ぜるとき，

持続性の微細な泡を生じる．

（２）　本品0.5gに水30mLを加えて15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水50mLを混和した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長317nm付近に吸収の極大を示す．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（３）　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞，でんぷん粒又はシュウ酸カルシウムの結晶を認めない．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

セネガシロップ

Senega Syrup

製法

セネガ，中切	40g
白糖	780g
10vol%エタノール	適量
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

「セネガ」に10vol%エタノール400mLを加え，1～2日間浸漬し，浸出液をろ過し，残留物に更に10vol%エタノール少量ずつを加えて洗い，洗液はろ過してろ液に合わせ，全量を約500mLとし，これに「白糖」を加え，必要ならば加温して溶かし，更に「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加え，1000mLとして製する．ただし，10vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は黄褐色の濃稠な液で，サリチル酸メチル様の特異なにおいがあり，味は甘い．

確認試験　本品1mLに水5mLを加えて振り混ぜるとき，持続性の細かい泡を生じる．

貯法　容器　気密容器．

センキュウ

Cnidium Rhizome

CNIDII RHIZOMA

川芎

本品はセンキュウ *Cnidium officinale* Makino (*Umbelliferae*)の根茎を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状　本品は不規則な塊状を呈し，ときには縦割され，長さ5～10cm，径3～5cmである．外面は灰褐色～暗褐色で，重なり合った結節があり，その表面にこぶ状の隆起がある．縦断面は辺縁が不整に分枝し，内面は灰白色～灰褐色，半透明でときにはうつろがある．本品の質は密で堅い．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮部及び髄には油道が散在する．木部には厚膜で木化した木部繊維が大小不同の群をなして存在する．でんぷん粒は，通例，糊化しているが，まれに径5～25μmの粒として認めることがある．シュウ酸カルシウムの結晶は認めない．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

センキュウ末

Powdered Cnidium Rhizome

CNIDII RHIZOMA PULVERATUM

川芎末

本品は「センキュウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰色～淡灰褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，無色の糊化したでんぷんの塊とこれを含む柔組織の破片，径15～30μmの階紋及び網紋道管の破片，径20～60μmの厚膜で木化した木部繊維の破片，黄褐色のコルク組織の破片，分泌組織の破片を認める．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（３）　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多量のでんぷん粒，石細胞，シュウ酸カルシウムの結晶及びその他の異物を認めない．

灰分〈*5.01*〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ゼンコ

Peucedanum Root

PEUCEDANI RADIX

前胡

本品は1)*Peucedanum praeruptorum* Dunn又は2)ノダケ *Angelica decursiva* Franchet et Savatier (*Peucedanum decursivum* Maximowicz) (*Umbelliferae*)の根である.

生薬の性状

1) *Peucedanum praeruptorum* Dunn 本品は細長い倒円錐形～円柱形を呈し，下部はときに二股になる．長さ3～15cm，根頭部の径は0.8～1.8cmである．外面は淡褐色～暗褐色を呈し，根頭部には多数の輪節状のしわがあり，毛状を呈する葉柄の残基を付けるものもある．根にはやや深い縦じわ及び側根を切除した跡がある．横切面は淡褐色～類白色を呈する．質はもろい.

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層はコルク層からなり，一部のコルク細胞は内側の接線壁が肥厚する．その内側には厚角組織がある．皮部には多数の油道が散在し，空隙が認められる．師部の先端部には師部繊維が見られることがある．木部には道管が認められ，油道が散在する．柔組織中に認められるでんぷん粒は2～10数個の複粒である.

2) *Angelica decursiva* Franchet et Savatier 本品は1)に似るが，根頭部に毛状を呈する葉柄の残基を付けない.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，本品は1)に似るが，コルク細胞の細胞壁は肥厚せず，師部の先端部には師部繊維を認めない．また，木部中には油道が認められない.

確認試験

（1）（*Peucedanum praeruptorum* Dunn） 本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(±)−プラエルプトリンA 1mgをメタノール1mLに溶かして標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／ヘキサン混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青紫色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

（2）（*Angelica decursiva* Franchet et Savatier） 本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ノダケニン1mgをメタノール1mLに溶かして標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(12：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

乾燥減量〈5.01〉 13.0%以下.

灰分〈5.01〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0%以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 20.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

センコツ

Nuphar Rhizome

NUPHARIS RHIZOMA

川骨

本品はコウホネ *Nuphar japonicum* De Candolle (*Nymphaeaceae*)の根茎を縦割したものである.

生薬の性状 本品は，通例，不整円柱形を縦割した片で，ねじれ，曲がり又は多少押しつぶされている．長さ20～30cm，幅約2cmである．外面は暗褐色，断面は白色～灰白色を呈し，一面には径約1cmのほぼ円形～やや三角形の葉柄の跡があり，他面には径0.3cm以下の多くの根の跡がある．質は軽く海綿様で折りやすく，折面は平らで粉性である．横切面をルーペ視するとき，外辺は黒色で，内部は多孔性の組織からなり，維管束が散在する.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに苦く不快である.

確認試験 本品の粉末1gにメタノール20mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で15分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に希酢酸5mLを加え，水浴上で1分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液1滴をろ紙上に滴下し，風乾後，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧して放置するとき，黄赤色を呈する.

純度試験

（1） 葉柄 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，葉柄3.0%以上を含まない.

（2） 重金属〈1.07〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（4） 異物〈5.01〉 本品は葉柄以外の異物1.0%以上を含まない.

乾燥減量〈5.01〉 15.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 10.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

センソ

Toad Venom

BUFONIS VENENUM

蟾酥

本品はシナヒキガエル*Bufo bufo gargarizans* Cantor又は

Bufo melanostictus Schneider (*Bufonidae*)の毒腺の分泌物を集めたものである．

本品を乾燥したものは定量するとき，ブフォステロイドとして5.8%以上を含む．

生薬の性状　本品は底面がくぼみ，上面が盛り上がった円盤形を呈し，径約8cm，厚さ約1.5cm，1個の質量80～90g，又は両面がほぼ平らな円盤形で，径約3cm，厚さ約0.5cm，1個の質量約8gである．外面は赤褐色～黒褐色で，ややつやがあり，ほぼ均等な角質で堅く，折りにくい．破砕面はほぼ平らで，破片の辺縁は赤褐色，半透明である．

本品はにおいがなく，味は初め苦く刺激性で，後に持続性の麻痺感を生じる．

確認試験　本品の粉末1gにアセトン10mLを加え，10分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン5mgをアセトン5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／アセトン混液(3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下．

定量法　本品の粉末をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約0.5gを精密に量り，メタノール50mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で1時間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール30mLで洗い，洗液及びろ液を合わせる．この液にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ブファリン，定量用シノブファギン及び定量用レジブフォゲニンをデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，それぞれ約10mg，約20mg及び約20mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するブファリンのピーク面積の比Q_{TB}及びQ_{SB}，シノブファギンのピーク面積の比Q_{TC}及びQ_{SC}並びにレジブフォゲニンのピーク面積の比Q_{TR}及びQ_{SR}を求め，次式によりブファリン，シノブファギン及びレジブフォゲニンの量を計算し，それらの合計をブフォステロイドの量とする．

ブファリンの量(mg)＝$M_{SB} \times Q_{TB} / Q_{SB}$
シノブファギンの量(mg)＝$M_{SC} \times Q_{TC} / Q_{SC}$
レジブフォゲニンの量(mg)＝$M_{SR} \times Q_{TR} / Q_{SR}$

M_{SB}：定量用ブファリンの秤取量(mg)
M_{SC}：定量用シノブファギンの秤取量(mg)
M_{SR}：定量用レジブフォゲニンの秤取量(mg)

内標準溶液　インドメタシンのメタノール溶液(1→4000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(11：9)

流量：内標準物質の保持時間が16～19分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニン，内標準物質の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法　容器　密閉容器．

センナ

Senna Leaf

SENNAE FOLIUM

本品は*Cassia angustifolia* Vahl又は*Cassia acutifolia* Delile (*Leguminosae*)の小葉である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総センノシド[センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)及びセンノシドB($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)]1.0%以上を含む．

生薬の性状　本品はひ針形～狭ひ針形を呈し，長さ1.5～5cm，幅0.5～1.5cm，淡灰黄色～淡灰黄緑色である．全縁で先端はとがり，葉脚は非相称，小葉柄は短い．ルーペ視するとき，葉脈は浮き出て，一次側脈は辺縁に沿って上昇し，直上の側脈に合一する．下面はわずかに毛がある．

本品は弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，両面の表皮は厚いクチクラを有し，多数の気孔及び厚膜で表面に粒状突起のある単細胞毛があり，表皮細胞はしばしば葉面に平行な隔壁によって2層に分かれ，内層に粘液を含む．両面の表皮下には1層のさく状組織があり，海綿状組織は3～4層からなり，シュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を含む．維管束に接する細胞は結晶細胞列を形成する．

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gにジエチルエーテル10mLを加え，2分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液5mLを加えるとき，水層は黄赤色を呈する．また，ジエチルエーテルで抽出した残留物に水10mLを加え，2分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液5mLを加えるとき，水層は黄赤色を呈する．

（2）　本品の粉末2gにテトラヒドロフラン／水混液(7：3)40mLを加え，30分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム13gを加え，30分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1mol/L塩酸試液を加えてpH1.5に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン30mLを加えて10分間

振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品1mgをテトラヒドロフラン／水混液(7：3)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(40：40：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 葉軸及び果実　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，葉軸及び果実5.0%以上を含まない．

（2） 異物〈5.01〉　本品は葉軸及び果実以外の異物1.0%以上を含まない．

（3） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　12.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(7→10)25mLを加え，30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(7→10)10mLずつで2回10分間振り混ぜて遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)に溶かし，正確に20mLとし，標準原液(1)とする．また，センノシドB標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)に溶かし，正確に20mLとし，標準原液(2)とする．標準原液(1)5mL及び標準原液(2)10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のセンノシドA及びセンノシドBのピーク面積A_{Ta}及びA_{Tb}並びに標準溶液のセンノシドA及びセンノシドBのピーク面積A_{Sa}及びA_{Sb}を測定する．次式によりセンノシドA及びセンノシドBの量を求め，それらの合計を総センノシドの量とする．

センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)

$= M_{Sa} \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 1/4$

センノシドB($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)

$= M_{Sb} \times A_{Tb} / A_{Sb} \times 1/2$

M_{Sa}：脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

M_{Sb}：脱水物に換算したセンノシドB標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：薄めたpH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液(1→10)／アセトニトリル混液(17：8)1000mLに臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム2.45gを加えて溶かす．

流量：センノシドAの保持時間が約26分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，センノシドB，センノシドAの順に溶出し，その分離度は15以上で，センノシドAのピークの理論段数は8000段以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，センノシドAのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

センナ末

Powdered Senna Leaf

SENNAE FOLIUM PULVERATUM

本品は「センナ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総センノシド[センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)及びセンノシドB($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)]1.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は淡黄色～淡灰黄緑色を呈し，弱いにおいがあり，味は苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，道管の破片，結晶細胞列を伴う葉脈の組織の破片，厚膜で湾曲した単細胞毛の破片，さく状組織の破片，海綿状組織の破片，径10～20μmのシュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を認める．

確認試験

（1） 本品0.5gにジエチルエーテル10mLを加え，2分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液5mLを加えるとき，水層は黄赤色を呈する．また，ジエチルエーテルで抽出した残留物に水10mLを加え，2分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液5mLを加えるとき，水層は黄赤色を呈する．

（2） 本品2gにテトラヒドロフラン／水混液(7：3)40mLを加え，30分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム13gを加え，30分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1mol/L塩酸試液を加えてpH1.5に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン30mLを加えて10分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品1mgをテトラヒドロフラン／水混液(7：3)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液

(40：40：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞及び太い繊維を認めない．

（2） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　12.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下.

定量法　本品約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(7→10)25mLを加え，30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(7→10)10mLずつを2回加え，それぞれ10分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)に溶かし，正確に20mLとし，標準原液(1)とする．また，センノシドB標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)に溶かし，正確に20mLとし，標準原液(2)とする．標準原液(1)5mL及び標準原液(2)10mLずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のセンノシドA及びセンノシドBのピーク面積A_{Ta}及びA_{Tb}並びに標準溶液のセンノシドA及びセンノシドBのピーク面積A_{Sa}及びA_{Sb}を測定する．次式によりセンノシドA及びセンノシドBの量を求め，それらの合計を総センノシドの量とする．

センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)

$= M_{Sa} \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 1/4$

センノシドB($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)

$= M_{Sb} \times A_{Tb} / A_{Sb} \times 1/2$

M_{Sa}：脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

M_{Sb}：脱水物に換算したセンノシドB標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：薄めたpH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液(1→10)／アセトニトリル混液(17：8)1000mLに臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム2.45gを加えて溶かす．

流量：センノシドAの保持時間が約26分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，センノシドB，センノシドAの順に溶出し，その分離度は15以上で，センノシドAのピークの理論段数は8000段以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，センノシドAのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

センブリ

Swertia Herb

SWERTIAE HERBA

当薬

本品はセンブリ*Swertia japonica* Makino (*Gentianaceae*)の開花期の全草である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，スウェルチアマリン($C_{16}H_{22}O_{10}$：374.34)2.0%以上を含む．

生薬の性状　本品は花，対生する葉，茎及び通例短い木質の根からなり，長さ20cmに達する．茎は方柱形で，径約0.2cm，しばしば分枝する．葉及び茎は暗緑色～暗紫色又は黄褐色で，花は白色～類白色，根は黄褐色を呈する．水に浸してしわを伸ばすと，葉は線形～狭ひ針形で，長さ1～4cm，幅0.1～0.5cm，全縁で無柄である．花冠は5深裂し，裂片は狭長だ円形で，ルーペ視するとき，内面の基部に2個の楕円形の蜜腺が並列し，その周辺はまつ毛状を呈する．雄ずいは5個で，花冠の筒部から生じ，花冠の裂片と交互に配列する．花柄は明らかである．

本品はわずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

確認試験　本品の粉末2gにエタノール(95)10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水混液(6：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験　異物〈5.01〉　本品はわら及びその他の異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.5%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　20.0%以上.

定量法　本品の中末約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール40mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更にメタノール40mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正

確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のスウェルチアマリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

スウェルチアマリン($C_{16}H_{22}O_{10}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したスウェルチアマリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(91：9)
流量：スウェルチアマリンの保持時間が約12分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：スウェルチアマリン標準品1mg及びテオフィリン1mgを移動相に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，スウェルチアマリンの順に溶出し，その分離度は10以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スウェルチアマリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

センブリ末

Powdered Swertia Herb

SWERTIAE HERBA PULVERATA

当薬末

本品は「センブリ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，スウェルチアマリン($C_{16}H_{22}O_{10}$：374.34)2.0%以上を含む．

生薬の性状 本品は灰黄緑色～黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，繊維を伴う木部組織(茎及び根の要素)，同化組織(葉及びがくの要素)，条線のある表皮(茎及び花柄の要素)，らせん紋道管を有する花冠及び花糸の組織，やく及びその内側壁の細胞，径約30μmで粒状模様のある球形の花粉(花の要素)を認める．その他，網目状の表皮(種子の要素)，少量の果皮の組織片を認めることがある．でんぷん粒は単粒で，径は約6μmで，その量は極めてわずかである．

確認試験 本品2gにエタノール(95)10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水混液(6：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(広域波長)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，シュウ酸カルシウムの結晶，多量のでんぷん粒及び石細胞群を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉 6.5%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0%以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 20.0%以上．

定量法 本品約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール40mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更にメタノール40mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のスウェルチアマリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

スウェルチアマリン($C_{16}H_{22}O_{10}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したスウェルチアマリン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(91：9)
流量：スウェルチアマリンの保持時間が約12分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：スウェルチアマリン標準品1mg及びテオフィリン1mgを移動相に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，スウェルチアマリンの順に溶出し，その分離度は10以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スウェルチアマリンのピ

ーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

センブリ・重曹散

Swertia and Sodium Bicarbonate Powder

製法

センブリ末	30g
炭酸水素ナトリウム	700g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は淡灰黄色で，味は苦い．

確認試験

（１）　本品10gにエタノール(95)10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品1mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液30μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし，以下「センブリ末」の確認試験を準用する．

（２）　本品0.5gに水10mLを加え，かき混ぜた後，毎分500回転で遠心分離する．沈殿少量をガラス棒の先でスライドガラスに塗抹し，その上に水／グリセリン混液(1：1)を1滴滴加した後，組織片が重ならないように，ほぼ均等に広がり，また気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆い，鏡検用プレパラートとする．沈殿が2層に分離するものでは，その上層をとり，同様に操作して鏡検用プレパラートとする．鏡検用プレパラートを短時間加熱後，鏡検〈*5.01*〉するとき，ほぼ球形で黄緑色～黄褐色の，粒状模様のある花粉粒を認め，その径は25～34μmである．

（３）　(2)で遠心分離して得た上澄液は，炭酸水素塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

貯法　容器　密閉容器．

ソウジュツ

Atractylodes Lancea Rhizome

ATRACTYLODIS LANCEAE RHIZOMA

蒼朮

本品はホソバオケラ*Atractylodes lancea* De Candolle，*Atractylodes chinensis* Koidzumi又はそれらの雑種(*Compositae*)の根茎である．

生薬の性状　本品は不規則に屈曲した円柱形を呈し，長さ3～10cm，径1～2.5cm，外面は暗灰褐色～暗黄褐色である．横切面はほぼ円形で，淡褐色～赤褐色の分泌物による細点を認める．

本品はしばしば白色綿状の結晶を析出する．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮には石細胞を伴い，皮部の柔組織中には，通例，繊維束を欠き，放射組織の末端部には淡褐色～黄褐色の内容物を含む油室がある．木部は形成層に接して道管を囲んだ繊維束が放射状に配列し，髄及び放射組織中には皮部と同様な油室がある．柔細胞中にはイヌリンの球晶及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（３）　ビャクジュツ　本品の粉末0.5gにエタノール(95)5mLを加え，水浴中で2分間温浸してろ過した液2mLにバニリン・塩酸試液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜるとき，液は1分以内に赤色～赤紫色を呈しない．

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.7mL以上である．

貯法　容器　密閉容器．

ソウジュツ末

Powdered Atractylodes Lancea Rhizome

ATRACTYLODIS LANCEAE RHIZOMA PULVERATUM

蒼朮末

本品は「ソウジュツ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，主として柔細胞，イヌリンの球晶，シュウ酸カルシウムの小針晶を含む柔細胞の破片を認め，更に淡黄色の厚膜繊維の破片，石細胞の破片，コルク組織の破片，少数の網紋及び階紋道管の破片，黄褐色の分泌物の小塊又は油滴を認め，でんぷん粒は認めない．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（３）　ビャクジュツ末　本品0.5gにエタノール(95)5mLを加え，水浴中で2分間温浸してろ過した液2mLにバニリン・塩酸試液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜるとき，液は1分以内に赤色～赤紫色を呈しない．

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5%以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.5mL以上である．

貯法　容器　気密容器．

ソウハクヒ

Mulberry Bark

MORI CORTEX

桑白皮

本品はマグワ*Morus alba* Linné (*Moraceae*)の根皮である.

生薬の性状　本品は管状，半管状又は帯状の皮片で，厚さ1～6mm，しばしば細かく横切される．外面は白色～黄褐色を呈し，周皮を付けたものは，周皮が黄褐色ではがれやすく，多くの細かい縦じわと赤紫色で横長の皮目が多数ある．内面は暗黄褐色で，平らである．横切面は繊維性で白色～淡褐色である.

本品はわずかににおい及び味がある.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮を付けたものでは外側は5～12層のコルク細胞からなる．皮部にはところどころに師部繊維又はその束があり，師部柔組織と交互に階段状に配列し，乳管，シュウ酸カルシウムの単晶及びでんぷん粒を認める．でんぷん粒は球形～楕円形の単粒又は複粒で，単粒の径は1～7μmである.

確認試験　本品の粉末1gにヘキサン20mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で15分間加熱した後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下でヘキサンを留去し，残留物を無水酢酸10mLに溶かし，その0.5mLを試験管にとり，硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　異物〈*5.01*〉　本品は根の木部及びその他の異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉　11.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

ソボク

Sappan Wood

SAPPAN LIGNUM

蘇木

本品は*Caesalpinia sappan* Linné (*Leguminosae*)の心材である.

生薬の性状　本品は切片，削片又は短い木片で，黄赤色～灰黄褐色を呈し，ときには淡褐色～灰白色の辺材を付けることがある．質は堅い．横断面には年輪様の紋様がある.

本品はにおい及び味がほとんどない.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，1～2列の細長い細胞からなる放射組織がある．放射組織間は繊維細胞からなり，楕円形で大きな道管が散在する．木部の最も内側の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶が認められる.

確認試験　本品の粉末0.5gに希エタノール10mLを加え，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに水酸化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき，液は濃赤色を呈する.

純度試験　本品の小片を水酸化カルシウム試液中に入れるとき，液は紫青色を呈しない.

乾燥減量〈*5.01*〉　11.5%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　2.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　7.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

ソヨウ

Perilla Herb

PERILLAE HERBA

紫蘇葉

蘇葉

本品はシソ*Perilla frutescens* Britton var. *acuta* Kudo又はチリメンジソ*Perilla frutescens* Britton var. *crispa* Decaisne (*Labiatae*)の葉及び枝先である.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ペリルアルデヒド0.08％以上を含む.

生薬の性状　本品は，通例，しわがよって縮んだ葉からなり，しばしば細い茎を含む．葉は両面とも帯褐紫色，又は上面は灰緑色～帯褐緑色で下面は帯褐紫色を呈する．水に浸してしわを伸ばすと，葉身は広卵形～倒心形で，長さ5～12cm，幅5～8cm，先端はややとがり，辺縁にきょ歯があり，基部は広いくさび状を呈する．葉柄は長さ3～5cmである．茎及び葉柄の横断面は方形である．葉をルーペ視するとき，両面に毛を認め，毛は葉脈上に多く，他はまばらである．下面には細かい腺毛を認める.

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

確認試験　本品の粉末0.6gにジエチルエーテル10mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペリルアルデヒド1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で2分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　茎　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，径3mm以上の茎を含まない.

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない.

（3）　総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉　各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　16.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.5%以下.

定量法　新たに調製した本品の粉末約0.2gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール20mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更にメタノール20mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ペリルアルデヒド約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペリルアルデヒドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペリルアルデヒドの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用ペリルアルデヒドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：(*E*)－アサロン1mgを標準溶液に溶かして50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ペリルアルデヒド，(*E*)－アサロンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペリルアルデヒドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

ダイオウ

Rhubarb

RHEI RHIZOMA

大黄

本品は*Rheum palmatum* Linné, *Rheum tanguticum* Maximowicz, *Rheum officinale* Baillon, *Rheum coreanum* Nakai又はそれらの種間雑種(*Polygonaceae*)の，通例，根茎である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)0.25%以上を含む.

生薬の性状　本品は卵形，長卵形又は円柱形を呈し，しばしば横切又は縦割され，径4～10cm，長さ5～15cmである．皮層の大部分を除いたものでは，外面は平滑で，黄褐色～淡褐色を呈し，白色の細かい網目の模様が見られるものがあり，質はち密で堅い．コルク層を付けているものでは，外面は暗褐色又は赤黒色を呈し，粗いしわがあり，質は粗くてもろい．本品の破砕面は繊維性でない．本品の横切面は灰褐色，淡灰褐色又は褐色で，黒褐色に白色及び淡褐色の入り組んだ複雑な模様がある．この模様は形成層の付近でしばしば放射状を呈し，また，髄では径1～3mmの褐色の小円の中心から放射状に走るつむじ様の組織からなり，環状に並ぶか，又は不規則に散在している．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに渋くて苦い．かめば細かい砂をかむような感じがあり，唾液を黄色に染める．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，大部分は柔細胞からなり，髄にはところどころに小さい環状の異常形成層があり，その内側には師部，外面には木部が形成されていて，褐色の着色物質を含む2～4列の放射組織を伴い，これが形成層環の中心から放射状に外方に向かって走り，つむじ様の組織となる．柔細胞はでんぷん粒，褐色の着色物又はシュウ酸カルシウムの集晶を含む.

確認試験　本品の粉末2gにテトラヒドロフラン／水混液(7：3)40mLを加え，30分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム13gを加え，30分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1mol/L塩酸試液を加えてpH1.5に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン30mLを加えて10分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品1mgをテトラヒドロフラン／水混液(7：3)4mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液40μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ10mmにスポットする．次に1－プロパノール／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(40：40：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　ラポンチシン　本品の粉末0.5gをとり，エタノール(95)10mLを正確に加え，還流冷却器を付けて水浴上で10分間加温した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル／メタノール／1－ブタノール混液(26：7：7)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.3～0.6に青白色の蛍光を発するスポットを認めることがあっても青紫色の蛍光を発するスポットを認めない.

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　13.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　30.0%以上.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)50mLを正確に加え，30分間振り混ぜた後，

ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセンノシドA標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセンノシドAのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→80)／アセトニトリル混液(4：1)

流量：センノシドAの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：センノシドA標準品及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物1mgずつを炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)に溶かして10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，センノシドA，ナリンギンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，センノシドAのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ダイオウ末

Powdered Rhubarb

RHEI RHIZOMA PULVERATUM

大黄末

本品は「ダイオウ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)0.25%以上を含む．

生薬の性状　本品は褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに渋くて苦い．かめば細かい砂をかむような感じがあり，唾液を黄色に染める．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒，暗褐色の着色物又はシュウ酸カルシウムの集晶，それらを含む柔細胞の破片，網紋道管の破片を認める．でんぷん粒は球形の単粒又は2～4個の複粒で，単粒の径は3～18μm，まれに30μm，シュウ酸カルシウムの集晶は径30～60μmで，100μmを超えるものもある．

確認試験　本品2gにテトラヒドロフラン／水混液(7：3)40mLを加え，30分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム13gを加え，30分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1mol/L塩酸試液を加えてpH1.5に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン30mLを加えて10分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品1mgをテトラヒドロフラン／水混液(7：3)4mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液40μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ10mmにスポットする．次に1－プロパノール／酢酸エチル／水／酢酸(100)混液(40：40：30：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（3）　ラポンチシン　本品0.5gにエタノール(95)10mLを正確に加え，還流冷却器を付けて水浴上で10分間加温した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル／メタノール／1－ブタノール混液(26：7：7)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.3～0.6に青白色の蛍光を発するスポットを認めることがあっても青紫色の蛍光を発するスポットを認めない．

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉　13.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　30.0%以上．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)50mLを正確に加え，30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセンノシドA標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセンノシドAのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15cmのステンレス管に

5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(1→80)／アセトニトリル混液(4：1)

流量：センノシドAの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：センノシドA標準品及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物1mgずつを炭酸水素ナトリウム溶液(1→1000)に溶かして10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，センノシドA，ナリンギンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，センノシドAのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

複方ダイオウ・センナ散

Compound Rhubarb and Senna Powder

製法

センナ末	110g
ダイオウ末	110g
イオウ	555g
酸化マグネシウム	225g
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は黄褐色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品2gに水50mLを加え，水浴上で30分間加温した後，ろ過する．ろ液に希塩酸2滴を加え，ジエチルエーテル20mLずつで2回振り混ぜ，ジエチルエーテル層を除き，水層に塩酸5mLを加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，炭酸水素ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜるとき，水層は赤色を呈する．

貯法　容器　密閉容器．

大黄甘草湯エキス

Daiokanzoto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74)3.5mg以上及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)9～27mg(カンゾウ1gの処方)，18～54mg(カンゾウ2gの処方)を含む．

製法

	1)	2)
ダイオウ	4g	4g
カンゾウ	1g	2g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性状　本品は褐色の粉末で，特異なにおいがあり，味は渋く，後にわずかに甘い．

確認試験

（1）　本品1.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レイン1mgをアセトン1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ダイオウ)．

（2）　本品0.5gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．次に試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.67gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0%以下(1g，105℃，5時間)．

灰分〈*5.01*〉　10.0%以下．

定量法

（1）　センノシドA　本品約0.2gを精密に量り，酢酸エチル20mL及び水10mLを加えて10分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，酢酸エチル20mLを加えて同様に操作し，上層を除く．得られた水層にメタノール10mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に薄めたメタノール(1→2)20mLを加えて5分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取し，先の上澄液と合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセンノシドA標準品(別途水分を測定しておく)約5mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶

かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセンノシドAのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

センノシドA($C_{42}H_{38}O_{20}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：脱水物に換算したセンノシドA標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：340nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(2460：540：1)

流量：毎分1.0mL(センノシドAの保持時間約14分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，センノシドAのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，センノシドAのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） グリチルリチン酸　本品約0.2gを精密に量り，酢酸エチル20mL及び水10mLを加えて10分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，酢酸エチル20mLを加えて同様に操作し，上層を除く．得られた水層にメタノール10mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に薄めたメタノール(1→2)20mLを加えて5分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取し，先の上澄液と合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

無コウイ大建中湯エキス

Mukoi-Daikenchuto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ギンセノシドRb$_1$($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)1.8mg以上及び[6]－ショーガオール1.4～4.2mgを含む．

製法　「サンショウ」2g，「ニンジン」3g及び「カンキョウ」5gの生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性状　本品は淡褐色の粉末で，わずかににおいがあり，味は辛い．

確認試験

（1） 本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にサンショウを粉末とし，その2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を標準溶液とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール／酢酸(100)混液(20：20：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポット(R_f値0.3付近)と色調及びR_f値が等しい(サンショウ)．

（2） 本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb$_1$標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン)．

（3） 本品2.0gをとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－

ショーガオール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンキョウ).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品2.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(15ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　5.9%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　10.0%以下.

定量法

（1） ギンセノシドRb_1　本品約2gを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加え，水を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約10mmのクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノールを流し，次に薄めたメタノール(3→10)を流して調製したもの)に入れて流出させる．薄めたメタノール(3→10)2mL，炭酸ナトリウム試液1mL，更に薄めたメタノール(3→10)10mLの順でカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に5mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb_1標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲルを充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(4：1)

流量：毎分1.0mL(ギンセノシドRb_1の保持時間約16分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRb_1のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） [6]－ショーガオール　本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(3→4)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用[6]－ショーガオール約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→4)に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確にとり，薄めたメタノール(3→4)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の[6]－ショーガオールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

[6]－ショーガオールの量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：定量用[6]－ショーガオールの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：シュウ酸二水和物0.1gを水600mLに溶かした後，アセトニトリル400mLを加える．

流量：毎分1.0mL([6]－ショーガオールの保持時間約30分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，[6]－ショーガオールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，[6]－ショーガオールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器.

タイソウ

Jujube

ZIZYPHI FRUCTUS

大棗

本品はナツメ *Zizyphus jujuba* Miller var. *inermis* Rehder (*Rhamnaceae*)の果実である．

生薬の性状　本品は楕円球形又は広卵形を呈し，長さ2～3cm，径1～2cmである．外面は赤褐色で粗いしわがあるか，又は暗灰赤色で細かいしわがあり，いずれもつやがある．両端は

ややくぼみ，一端に花柱の跡，他端に果柄の跡がある．外果皮は薄く革質で，中果皮は厚く暗灰褐色を呈し，海綿様で柔らかく，粘着性があり，内果皮は極めて堅く紡錘形で，2室に分かれる．種子は卵円形で偏平である．

本品は弱い特異なにおいがあり，味は甘い．

純度試験

（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

（2）　総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉　各々0.2ppm以下．

灰分〈*5.01*〉　3.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

タクシャ

Alisma Rhizome

ALISMATIS RHIZOMA

沢瀉

本品はサジオモダカ *Alisma orientale* Juzepczuk (*Alismataceae*)の塊茎で，通例，周皮を除いたものである．

生薬の性状　本品は球円形～円錐形を呈し，長さ3～8cm，径3～5cm，ときには2～4に分枝して不定形を呈するものがある．外面は淡灰褐色～淡黄褐色で，わずかに輪帯があり，根の跡が多数の小さいいぼ状突起として存在する．断面はほぼ密で，その周辺は灰褐色，内部は白色～淡黄褐色である．質はやや軽く，砕きにくい．

本品はわずかににおいがあり，味はやや苦い．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

タクシャ末

Powdered Alisma Rhizome

ALISMATIS RHIZOMA PULVERATUM

沢瀉末

本品は「タクシャ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡灰褐色を呈し，わずかににおいがあり，味はやや苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，主としてでんぷん粒及びこれを含む柔組織の破片を認め，更に黄色の内容物を含む柔細胞の破片，維管束の破片を認める．でんぷん粒は単粒で球形～楕円球形，径3～15μmである．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

チクセツニンジン

Panax Japonicus Rhizome

PANACIS JAPONICI RHIZOMA

竹節人参

本品はトチバニンジン *Panax japonicus* C. A. Meyer (*Araliaceae*)の根茎を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状　本品は不整の円柱形を呈し，明らかな節があり，長さ3～20cm，径1～1.5cm，節間1～2cm，外面は淡黄褐色で，細い縦みぞがある．中央のくぼんだ茎の跡が上面に突出し，節間には根の跡がこぶ状に隆起している．折りやすく，折面はほぼ平らで淡黄褐色を呈し，角質様である．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験　本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする，別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ 2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(5：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

チクセツニンジン末

Powdered Panax Japonicus Rhizome

PANACIS JAPONICI RHIZOMA PULVERATUM

竹節人参末

本品は「チクセツニンジン」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡灰黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，主としてでんぷん粒又は糊

化したでんぷん塊及びこれらを含む柔細胞の破片を認め，更にコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，師部組織の破片，網紋道管の破片，まれに単穿孔を持つ階紋道管の破片，繊維の破片，繊維束の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む柔細胞の破片，黄色～だいだい黄色の樹脂を認める．でんぷん粒は，単粒及び2～4個の複粒で，単粒の径は3～18μmである．シュウ酸カルシウムの集晶は径20～60μmである．

確認試験　本品0.5gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ 2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(5：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

チモ

Anemarrhena Rhizome

ANEMARRHENAE RHIZOMA

知母

本品はハナスゲ*Anemarrhena asphodeloides* Bunge (*Liliaceae*)の根茎である.

生薬の性状　本品はやや偏平なひも状を呈し，長さ3～15cm，径0.5～1.5cm，わずかに湾曲してしばしば分岐する．外面は黄褐色～褐色を呈し，上面には一条の縦みぞと毛状となった葉しょうの残基又は跡が細かい輪節となり，下面には多数の円点状のくぼみとなった根の跡がある．質は軽くて折りやすい．横切面は淡黄褐色を呈し，これをルーペ視するとき，皮部は極めて狭く，中心柱は多孔性を示し，多くの維管束が不規則に点在する．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘く，粘液性で，後に苦い.

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gを試験管にとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．また，これをろ過し，ろ液2mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，黒緑色の沈殿を生じる.

（2）　本品の粉末0.5gに無水酢酸2mLを加え，水浴上で振り混ぜながら2分間加温した後，ろ過し，ろ液に硫酸1mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　異物〈*5.01*〉　本品は葉の繊維及びその他の異物3.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

チョウジ

Clove

CARYOPHYLLI FLOS

丁香

丁子

本品はチョウジ*Syzygium aromaticum* Merrill et Perry (*Eugenia caryophyllata* Thunberg) (*Myrtaceae*)のつぼみである.

生薬の性状　本品は暗褐色～暗赤色を呈し，長さ1～1.8cm，やや偏平な四稜柱状の花床と，その上端には厚いがく片4枚及び4枚の膜質花弁とがあり，花弁は重なり合いほぼ球形を呈する．花弁に包まれた内部には多数の雄ずいと1本の花柱とがある.

本品は強い特異なにおいがあり，味は舌をやくようで，後にわずかに舌を麻痺する.

確認試験　精油含量で得た精油とキシレンとの混液0.1mLをとり，エタノール(95)2mLを加えて振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は緑色～青色を呈する.

純度試験

（1）　茎　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，茎5.0%以上を含まない.

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物1.0%以上を含まない.

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下.

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末10.0gをとり，試験を行うとき，その量は1.6mL以上である.

貯法　容器　密閉容器.

チョウジ末

Powdered Clove

CARYOPHYLLI FLOS PULVERATUS

丁香末

丁子末

本品は「チョウジ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は暗褐色を呈し，強い特異なにおいがあり，味は舌をやくようで，後にわずかに舌を麻痺する．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，気孔を伴う表皮組織，厚角組織，油室のある柔組織，海綿状の柔組織又はその破片，少数の紡錘形の厚膜繊維，径6～10μmのらせん紋道管，やく及び花粉粒，径10～15μmのシュウ酸カルシウムの集晶を認める．やくの表皮は特異な網状を呈し，花粉粒は径10～20μmの四面体である．シュウ酸カルシウムの集晶は結晶細胞列をなすか，又は厚角細胞及び柔細胞の中に含まれる．

確認試験 精油含量で得た精油とキシレンとの混液0.1mLをとり，エタノール(95)2mLを加えて振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は緑色～青色を呈する．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞及びでんぷん粒を認めない．

灰分〈5.01〉 7.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5%以下．

精油含量〈5.01〉 本品10.0gをとり，試験を行うとき，その量は1.3mL以上である．

貯法 容器 気密容器．

チョウジ油

Clove Oil

OLEUM CARYOPHYLLI

丁子油

本品は*Syzygium aromaticum* Merrill et Perry (*Eugenia caryophyllata* Thunberg) (*Myrtaceae*)のつぼみ又は葉を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，総オイゲノール80.0vol%以上を含む．

性状 本品は無色～淡黄褐色澄明の液で，特異な芳香があり，味は舌をやくようである．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は長く保存するか又は空気中にさらすと褐色に変わる．

確認試験

（1） 本品5滴に水酸化カルシウム試液10mLを加え，強く振り混ぜるとき，綿状の沈殿を生じ，液は白色～淡黄色を呈する．

（2） 本品2滴をエタノール(95)4mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

屈折率〈2.45〉 n_{D}^{20}：1.527～1.537

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_{D}^{20}$：0～－1.5°(100mm).

比重〈1.13〉 d_{20}^{20}：1.040～1.068

純度試験

（1） 溶状 本品1.0mLを薄めたエタノール(7→10)2.0mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2） 水溶性フェノール類 本品1.0mLに熱湯20mLを加え，強く振り混ぜ，冷後，水層をろ過し，ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき，液は黄緑色を呈するが，青色～紫色を呈しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品1.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(40ppm以下).

定量法 本品10.0mLをカシアフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液70mLを加え，5分間振り混ぜた後，更に10分間水浴中で時々振り動かしながら加温する．冷後，目盛りまで水酸化ナトリウム試液を加え，18時間静置し，析出した油分の量(mL)を測定する．

総オイゲノールの量(vol%)
＝{10－(析出した油分の量)} × 10

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

チョウトウコウ

Uncaria Hook

UNCARIAE UNCIS CUM RAMULUS

釣藤鉤

釣藤鈎

本品はカギカズラ *Uncaria rhynchophylla* Miquel, *Uncaria sinensis* Haviland 又は *Uncaria macrophylla* Wallich (*Rubiaceae*)の通例とげである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)0.03%以上を含む．

生薬の性状 本品はかぎ状のとげ又はとげが対生又は単生する短い茎からなる．とげは長さ1～4cmで，湾曲して先端はとがり，外面は赤褐色～暗褐色，又は黄褐色を呈し，毛を付けるものもある．横切面は長楕円形～楕円形で，淡褐色を呈する．茎は細長い方柱形～円柱形で，径2～5mm，外面は赤褐色～暗褐色，又は黄褐色を呈し，横切面は方形で，髄は淡褐色で方形～楕円形を呈するか又は空洞化している．質は堅い．

本品はほとんどにおいがなく，味はほとんどない．

本品のとげの横切面を鏡検〈5.01〉するとき，表皮のクチクラは平滑又は歯牙状の細かい凹凸があり，師部に外接する繊維はほぼ環状に配列し，皮部の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶を認める．

確認試験 本品の粉末1gにメタノール20mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で5分間煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に希酢酸5mLを加え，水浴上で1分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液1滴をろ紙上に滴加し，風乾後，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧して放置するとき，黄赤色を呈する．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　4.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　8.5%以上.

定量法　本品の中末約0.2gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール／希酢酸混液(7：3)30mLを加え，30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール／希酢酸混液(7：3)10mLを加えて更に2回，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用リンコフィリンをデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約5mgを精密に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)に溶かして正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)とする．別にヒルスチン1mgをメタノール／希酢酸混液(7：3)100mLに溶かし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積A_{Ta}及びA_{Tb}並びに標準溶液(1)のリンコフィリンのピーク面積A_Sを測定する．

総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg)
$= M_S \times (A_{Ta} + 1.405A_{Tb}) / A_S \times 1/20$

M_S：定量用リンコフィリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム3.85gを水200mLに溶かし，酢酸(100)10mLを加え，水を加えて1000mLとする．この液にアセトニトリル350mLを加える．

流量：リンコフィリンの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用リンコフィリン5mgをメタノール／希酢酸混液(7：3)100mLに溶かす．この液5mLにアンモニア水(28)1mLを加え，10分間還流又は2時間約50℃で加温する．冷後，反応液1mLを量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて5mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，リンコフィリン以外にイソリンコフィリンのピークを認め，リンコフィリンとイソリンコフィリンの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液(1)20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リンコフィリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

釣藤散エキス

Chotosan Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ヘスペリジン24～72mg，グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)8～24mg及び総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)0.3mg以上を含む.

製法

	1)	2)
チョウトウコウ	3g	3g
チンピ	3g	3g
ハンゲ	3g	3g
バクモンドウ	3g	3g
ブクリョウ	3g	3g
ニンジン	2g	3g
ボウフウ	2g	3g
キクカ	2g	3g
カンゾウ	1g	1g
ショウキョウ	1g	1g
セッコウ	5g	3g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は初め辛く，わずかに甘く，後に苦い.

確認試験

（１）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水20mL及びアンモニア試液2mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リンコフィリン及び薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン1mgずつをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち少なくとも1個のスポットは，標準溶液から得た2個の暗紫色のスポットのうち少なくとも1個のスポットと色調及びR_f値が等しい(チョウトウコウ).

（２）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／酢酸(100)混液(10：6：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個の

スポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい(チンピ).

（3） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，1－ブタノール層を除き，水層を試料溶液とする．別にバクモンドウ3.0gをとり，水50mLを加え，還流冷却器を付けて1時間加熱する．冷後，その抽出液20mLをとり，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，1－ブタノール層を除き，水層を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液2μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って帯状にスポットする．次にエタノール(99.5)／水／酢酸(100)混液(120：80：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗い青緑色のスポット(R_f値0.3付近)と色調及びR_f値が等しい(バクモンドウ).

（4） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（5） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ボウフウ).

（6） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ルテオリン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液3μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／ギ酸混液(5：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(キクカ).

（7） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（8） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

（9） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，メタノール30mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を除く．残留物に水30mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この液にシュウ酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これに希酢酸を加えても溶けないが，希塩酸を追加するとき溶ける(セッコウ).

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉 乾燥エキス 7.5%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス 66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉 換算した乾燥物に対して15.0%以下.

定量法

（1） ヘスペリジン 乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたテトラヒ

ドロフラン(1→4)50mLを正確に加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ヘスペリジンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたテトラヒドロフラン(1→4)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ヘスペリジンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(82：18：1)

流量：毎分1.0mL(ヘスペリジンの保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能：定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン1mgを薄めたメタノール(1→2)に溶かし，100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナリンギン，ヘスペリジンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（２）　グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（３）　総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)　乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，1mol/L塩酸試液3mL及び水7mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を取り除く．水層にジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作する．得られた水層に水酸化ナトリウム試液10mL及びジエチルエーテル20mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，40℃以下の減圧で溶媒を留去した後，残留物を移動相に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用リンコフィリン約5mg及び定量用ヒルスチン約5mgを精密に量り，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて溶かし正確に100mLとする．この液10mLをとり，メタノール／希酢酸混液(7：3)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積A_{TR}及びA_{TH}並びにA_{SR}及びA_{SH}を測定する．

総アルカロイド(リンコフィリン及びヒルスチン)の量(mg)
＝$M_{SR} \times A_{TR} / A_{SR} \times 1/50 + M_{SH} \times A_{TH} / A_{SH} \times 1/50$

M_{SR}：定量用リンコフィリンの秤取量(mg)

M_{SH}：定量用ヒルスチンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム5gをアセトニトリル1150mL及び水1350mLに溶かし，リン酸1mLを加えて混和する．

流量：毎分1.0mL(リンコフィリンの保持時間約12分，ヒルスチンの保持時間約27分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，リンコフィリン及びヒルスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，リンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 気密容器.

チョレイ

Polyporus Sclerotium

POLYPORUS

猪苓

本品はチョレイマイタケ *Polyporus umbellatus* Fries (*Polyporaceae*)の菌核である.

生薬の性状 本品は不整の塊状を呈し，通例，長さ5～15cmである．外面は黒褐色～灰褐色を呈し，多数のくぼみと粗いしわがある．折りやすく，折面はやや柔らかくコルク様で，ほぼ白色～淡褐色を呈し，内部には白色のまだら模様がある．質は軽い.

本品はにおい及び味がない.

確認試験 本品の粉末0.5gにアセトン5mLを加え，水浴上で振り混ぜながら2分間加温した後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸5滴に溶かし，硫酸1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，直ちに暗緑色に変わる.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉 16.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 4.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

チョレイ末

Powdered Polyporus Sclerotium

POLYPORUS PULVERATUS

猪苓末

本品は「チョレイ」を粉末としたものである.

生薬の性状 本品は淡灰褐色～淡褐色を呈し，ほとんどにおいがなく，味はわずかに苦く，かめば細かい砂をかむような感じがある.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，無色透明で径1～2μm，まれに13μmに至る菌糸，光を強く屈折する顆粒体，わずかの粘液板，これらからなる偽組織片，わずかに褐色の偽組織片及びシュウ酸カルシウムの単晶を認める．単晶の径は10～40μm，まれに100μmに達する.

確認試験 本品0.5gにアセトン5mLを加え，水浴上で振り混ぜながら2分間加温した後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸5滴に溶かし，硫酸1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，直ちに暗緑色に変わる.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉 16.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 4.0%以下.

貯法 容器 気密容器.

チンピ

Citrus Unshiu Peel

AURANTII NOBILIS PERICARPIUM

陳皮

本品はウンシュウミカン *Citrus unshiu* Marcowicz又は *Citrus reticulata* Blanco (*Rutaceae*)の成熟した果皮である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヘスペリジン4.0%以上を含む.

生薬の性状 本品は形が不ぞろいの果皮片で，厚さ約2mmである．外面は黄赤色～暗黄褐色で，油室による多数の小さなくぼみがある．内面は白色～淡灰黄褐色である．質は軽くてもろい.

本品は特異な芳香があり，味は苦くて，わずかに刺激性である.

確認試験 本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液5mLにリボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸1mLを加えて放置するとき，液は赤紫色を呈する.

純度試験 総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉 各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉 4.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 30.0%以上.

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.2mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う.

定量法 本品の粉末約0.1gを精密に量り，メタノール30mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で，15分間加熱し，冷後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール20mLを加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヘスペリジンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ヘスペリジンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μm

の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(82：18：1)

流量：毎分1.0mL(ヘスペリジンの保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能：定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物1mgずつをメタノール10mLに溶かし，水を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナリンギン，ヘスペリジンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

テンマ

Gastrodia Tuber

GASTRODIAE TUBER

天麻

本品はオニノヤガラ *Gastrodia elata* Blume (*Orchidaceae*)の塊茎を蒸したものである．

生薬の性状　本品は不整にやや湾曲した偏円柱形～偏紡錘形を呈し，長さ5～15cm，幅2～5cm，厚さ1～2cmである．外面は淡黄褐色～淡黄白色を呈し，輪節及び不規則な縦じわがある．質は堅い．折面は暗褐色～黄褐色でつやがあり，角質様で膠状を呈する．

本品は特異なにおいがあり，味はほとんどない．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの束針晶を認め，でんぷん粒を認めない．

確認試験　本品の粉末1gにメタノール5mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液の溶媒を留去し，残留物をメタノール1mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で1分間加熱するとき，R_f値0.4付近に赤紫色のスポットを認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉　16.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　4.0%以下.

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　16.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

テンモンドウ

Asparagus Tuber

ASPARAGI TUBER

天門冬

本品はクサスギカズラ *Asparagus cochinchinensis* Merrill (*Liliaceae*)のコルク化した外層の大部分を除いた根を，通例，蒸したものである．

生薬の性状　本品は紡錘形～円柱形を呈し，長さ5～15cm，径5～20mm，外面は淡黄褐色～淡褐色を呈し，半透明で，しばしば縦じわがある．質は柔軟性であるか，又は堅い．折面は灰黄色でつやがあり，やや角質様である．

本品は特異なにおいがあり，味は初め甘く，後わずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮層の外辺には石細胞及びその群が散在し，皮層及び中心柱の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの束針晶を含む粘液細胞を認める．でんぷん粒を認めない．

確認試験　本品の粗切1gに1－ブタノール／水混液(40：7)5mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(10：6：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で2分間加熱するとき，R_f値0.4付近に最初赤褐色，後に褐色を呈するスポットを認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉　18.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　3.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

トウガシ

Benincasa Seed

BENINCASAE SEMEN

冬瓜子

本品はトウガン *Benincasa cerifera* Savi(1)又は *Benincasa cerifera* Savi forma *emarginata* K. Kimura et Sugiyama(2) (*Cucurbitaceae*)の種子である．

生薬の性状　本品(1)は偏平な卵形～卵円形を呈し，長さ10～13mm，幅6～7mm，厚さ約2mm，一端はややとがり，へそ及び発芽口の部分が2個の小突起となっている．表面は淡灰黄色～淡黄褐色を呈し，周辺に沿って隆起帯がある．表面をルーペ視するとき，細かいしわ及びへこみを認める．

本品(2)は偏平な卵形～楕円形を呈し，長さ9～12mm，幅5～6mm，厚さ約2mm，へその付近は(1)と同様であるが，

表面は淡灰黄色を呈し，平滑で，周辺には隆起帯がない．

本品(1)及び(2)はにおいがなく，味は緩和でわずかに油様である．

本品の中央部横切片を鏡検〈5.01〉するとき，(1)の種皮の最外層は1細胞層のさく状の表皮からなり，隆起帯に相当する部位で明瞭である．(2)の種皮の最外層は薄いクチクラで覆われた1細胞層の表皮で，しばしば脱落している．本品(1)及び(2)の表皮に内接する下皮はやや厚壁化した柔組織からなり，その内側は数細胞層の石細胞からなる．種皮の最内層は数細胞層の柔組織である．周乳はクチクラで覆われ，数細胞層の柔組織からなる．内乳は横に長い細胞が一列に配列する．子葉は油滴，アリューロン粒を含み，でんぷん粒を認めることがある．

確認試験　本品の粉末0.5gにメタノール／水混液(4：1)10mLを加え，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(8：6：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に青白色の蛍光を発する2個のスポットを認め，そのうちR_f値の小さいスポットの蛍光がより強い．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は異物2.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　11.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　3.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

トウガラシ

Capsicum

CAPSICI FRUCTUS

蕃椒

本品はトウガラシ *Capsicum annuum* Linné (*Solanaceae*)の果実である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総カプサイシン((*E*)－カプサイシン及びジヒドロカプサイシン)0.10%以上を含む．

生薬の性状　本品は長円錐形～紡錘形を呈し，しばしば曲がり，長さ3～10cm，幅約0.8cmで，外面は暗赤色～暗黄赤色でつやがあり，果皮の内部はうつろで，通例，2室で多数の種子がある．種子はほぼ円形で偏平，淡黄赤色を呈し，径約0.5cmである．

本品は，通例，がく及び果柄を付けている．

本品は弱い特異なにおいがあり，味はやくように辛い．

確認試験　本品の粉末2.0gにエタノール(95)5mLを加え水浴上で5分間加温し，冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－カプサイシン1mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／メタノール混液(19：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は異物1.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈5.01〉　8.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.2%以下．

定量法　本品の中末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール30mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール10mLずつを2回加え，それぞれ5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用(*E*)－カプサイシンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，40℃)で5時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の(*E*)－カプサイシン及びジヒドロカプサイシン((*E*)－カプサイシンに対する相対保持時間約1.3)のピーク面積A_{TC}及びA_{TD}並びに標準溶液の(*E*)－カプサイシンのピーク面積A_Sを測定する．

総カプサイシンの量(mg)＝$M_S \times (A_{TC}+A_{TD}) / A_S \times 0.08$

M_S：定量用(*E*)－カプサイシンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：281nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：(*E*)－カプサイシンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用(*E*)－カプサイシン1mg及びノニル酸ワニリルアミド1mgをメタノールに溶かして50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ノニル酸ワニリルアミド，(*E*)－カプサイシンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，(*E*)－カプサイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

トウガラシ末

Powdered Capsicum

CAPSICI FRUCTUS PULVERATUS

蕃椒末

本品は「トウガラシ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総カプサイシン((*E*)－カプサイシン及びジヒドロカプサイシン)0.10%以上を含む．

生薬の性状　本品は黄赤色を呈し，弱い特異なにおいがあり，味はやくように辛い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，油滴及び黄赤色の有色体を含む柔組織の破片，厚いクチクラを伴う果皮外面の表皮の破片，側膜が波状に湾曲する果皮内面の石細胞の破片，細い道管の破片，厚膜化した種皮の破片，脂肪油及びアリューロン粒を含む内乳の小形細胞からなる柔組織の破片を認める．

確認試験　本品2.0gにエタノール(95)5mLを加え水浴上で5分間加温し，冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－カプサイシン1mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル／メタノール混液(19：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　8.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.2%以下．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール30mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール10mLずつを2回加え，それぞれ5分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用(*E*)－カプサイシンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，40℃)で5時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の(*E*)－カプサイシン及びジヒドロカプサイシン((*E*)－カプサイシンに対する相対保持時間約1.3)のピーク面積A_{TC}及びA_{TD}並びに標準溶液の(*E*)－カプサイシンのピーク面積A_Sを測定する．

総カプサイシンの量(mg)＝$M_S \times (A_{TC}+A_{TD})/A_S \times 0.08$

M_S：定量用(*E*)－カプサイシンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：281nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：(*E*)－カプサイシンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用(*E*)－カプサイシン1mg及びノニル酸ワニリルアミド1mgをメタノールに溶かして50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ノニル酸ワニリルアミド，(*E*)－カプサイシンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，(*E*)－カプサイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

トウガラシチンキ

Capsicum Tincture

本品は定量するとき，総カプサイシン((*E*)－カプサイシン及びジヒドロカプサイシン)0.010w/v%以上を含む．

製法

トウガラシ，中切	100g
エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．

性状　本品は黄赤色の液で，味はやくように辛い．

比重　d^{20}_{20}：約0.82

確認試験　本品を試料溶液とし，「トウガラシ」の確認試験を準用する．ただし，スポット量は20μLとする．

アルコール数〈*1.01*〉　9.7以上(第2法)．

定量法　本品2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用(*E*)－カプサイシンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，40℃)で5時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の(*E*)－カプサイシン及びジヒドロカプサイシン((*E*)－カプサイシンに対する相対保持時間約1.3)のピーク面積A_{TC}及びA_{TD}並びに標準溶液の(*E*)－カプサイシンのピーク面積A_Sを測定する．

総カプサイシンの量(mg)＝$M_S \times (A_{TC}+A_{TD})/A_S \times 0.032$

M_S：定量用(*E*)－カプサイシンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：281nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを

充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：(*E*)－カプサイシンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用(*E*)－カプサイシン1mg及びノニル酸ワニリルアミド1mgをメタノールに溶かして50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ノニル酸ワニリルアミド，(*E*)－カプサイシンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，(*E*)－カプサイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トウガラシ・サリチル酸精

Capsicum and Salicylic Acid Spirit

製法

トウガラシチンキ	40mL
サリチル酸	50g
液状フェノール	20mL
ヒマシ油	100mL
芳香剤	適量
エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状　本品は淡褐黄色の液である．

比重　d^{20}_{20}：約0.84

確認試験

（1）　本品10mLに炭酸水素ナトリウム試液15mL及びジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜた後，水層を分取する．この液1mLをとり，pH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて200mLとする．この液5mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸)．

（2）　本品0.5mLに水20mL及び希塩酸5mLを加え，ジエチルエーテル20mLで抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5mLずつで2回洗った後，希水酸化ナトリウム試液20mLで抽出する．抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，10分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール)．

（3）　本品0.2mLに希塩酸5mLを加え，クロロホルム5mLで抽出し，抽出液を試料溶液とする．別にサリチル酸0.01g及びフェノール0.02gをそれぞれクロロホルム5mL及び25mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉　8.1以上(第2法)．ただし，試料溶液は次のように調製する．本品5mLを15±2℃で正確に量り，これを水45mLを正確に入れた共栓三角フラスコ中に強く振り混ぜながら加え静置後，下層をろ過する．初めのろ液15mLを除く．ろ液25mLを正確に量り，これに内標準溶液10mLを正確に加え，次に水を加えて正確に100mLとする．

貯法　容器　気密容器．

トウキ

Japanese Angelica Root

ANGELICAE RADIX

当帰

本品はトウキ*Angelica acutiloba* Kitagawa又はホッカイトウキ*Angelica acutiloba* Kitagawa var. *sugiyamae* Hikino（*Umbelliferae*)の根を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状　本品は太くて短い主根から多数の根を分枝してほぼ紡錘形を呈し，長さ10～25cm，外面は暗褐色～赤褐色で，縦じわ及び横長に隆起した多数の細根の跡がある．根頭にわずかに葉しょうを残している．折面は暗褐色～黄褐色を呈し，平らである．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，後にやや辛い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は4～10層からなり，その内側に数層の厚角組織がある．皮部には分泌細胞に囲まれた多数の油道及びしばしば大きなすき間がある．皮部と木部の境界は明らかで，木部では多数の道管と放射組織とが交互に放射状に配列し，外方の道管は単独又は数個集まってやや密に配列してくさび状を呈し，中心部付近の道管は極めてまばらに存在する．でんぷん粒は単粒又はまれに2～5個の複粒で，単粒の径は20μm以下，複粒は25μmに達する．でんぷん粒はしばしば糊化している．

純度試験

（1）　葉しょう　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，葉しょう3.0%以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は葉しょう以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈5.01〉　7.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　35.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

トウキ末

Powdered Japanese Angelica Root
ANGELICAE RADIX PULVERATA
当帰末

本品は「トウキ」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は淡灰褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，後にやや辛い.

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒又は糊化したでんぷん塊及びこれらを含む柔組織の破片，淡黄褐色のコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，師部の組織の破片，分泌細胞に囲まれた樹脂道の破片，径20～60μmで単穿孔を持つ階紋及び網紋道管の破片を認める．でんぷん粒は単粒又はまれに2～3個の複粒で，単粒の径は20μm以下である.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，著しく木化した厚膜細胞を認めない.

灰分〈5.01〉　7.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　35.0%以上.
貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　気密容器.

トウニン

Peach Kernel
PERSICAE SEMEN
桃仁

本品はモモ*Prunus persica* Batsch又は*Prunus persica* Batsch var. *davidiana* Maximowicz (*Rosaceae*)の種子である.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，アミグダリン1.2%以上を含む.

生薬の性状　本品は偏圧した左右不均等な卵円形を呈し，長さ1.2～2cm，幅0.6～1.2cm，厚さ0.3～0.7cmである．一端はややとがり，他の一端は丸みを帯びてここに合点がある．種皮は赤褐色～淡褐色で，外面にはすれて落ちやすい石細胞となった表皮細胞があって，粉をふいたようである．また，合点から多数の維管束が途中あまり分岐することなく種皮を縦走し，その部分はくぼんで縦じわとなっている．温水に入れて軟化するとき，種皮及び白色半透明の薄い胚乳は子葉からたやすくはがれ，子葉は白色である.

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに苦く，油様である.

種皮の表面を鏡検〈5.01〉するとき，維管束による隆起部上の石細胞の形状は部位によりかなりの相違があり，多角形，長多角形又は鈍三角形で，その細胞膜はおおむね均等に厚く，側面視では方形，長方形又は鈍三角形を呈する.

確認試験　本品をすりつぶし，その1.0gをとり，メタノール10mLを加え，直ちに還流冷却器を付け，水浴上で10分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　変敗　本品に熱湯を注加してつき砕くとき，敗油性のにおいを発しない.

（2）　異物〈5.01〉　本品は内果皮の破片及びその他の異物を含まない.

乾燥減量〈5.01〉　8.0%以下(6時間).

定量法　本品をすりつぶし，その約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(9→10)40mLを加え，直ちに還流冷却器を付けて水浴上で，30分間加熱し，冷後，ろ過し，薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとした後，ろ過し，試料溶液とする．別に定量用アミグダリンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアミグダリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

アミグダリンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用アミグダリンの秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.
カラム温度：45℃付近の一定温度
移動相：0.05moL/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(5：1)
流量：毎分0.8mL(アミグダリンの保持時間約12分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で

操作するとき，アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 密閉容器.

トウニン末

Powdered Peach Kernel

PERSICAE SEMEN PULVERATUM

桃仁末

本品は「トウニン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，アミグダリン1.2%以上を含む.

生薬の性状 本品は帯赤淡褐色～淡褐色を呈し，ほとんどにおいがなく，味はわずかに苦く，油様である．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，黄褐色の内容物を含む多角性の楕円形～卵形で長径50～80μmの細胞からなる種皮外面表皮片，黄褐色の帽子状～卵状の石細胞を認める．石細胞は表皮の変形したもので，径50～80μm，高さ70～80μm，頂部の細胞壁は厚さ12～25μm，底部は厚さ4μmで顕著な多数の膜孔が認められる．黄褐色の内容物を含む不整のやや長い多角形で径15～30μmの細胞からなる種皮内面表皮片，アリューロン粒及び脂肪油を含む子葉及び胚乳の組織片を認める．アリューロン粒はほぼ球形で径5～10μmである．

確認試験 本品1.0gにメタノール10mLを加え，直ちに還流冷却器を付け，水浴上で10分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

乾燥減量〈5.01〉 8.5%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 3.5%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5%以下.

定量法 本品約0.5gを精密に量り，薄めたメタノール(9→10)40mLを加え，直ちに還流冷却器を付けて水浴上で，30分間加熱し，冷後，ろ過し，薄めたメタノール(9→10)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとした後，ろ過し，試料溶液とする．別に定量用アミグダリンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアミグダリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

アミグダリンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用アミグダリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：0.05moL/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(5：1)

流量：毎分0.8mL(アミグダリンの保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アミグダリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アミグダリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法 容器 気密容器.

トウヒ

Bitter Orange Peel

AURANTII PERICARPIUM

橙皮

本品は*Citrus aurantium* Linné 又はダイダイ *Citrus aurantium* Linné var. *daidai* Makino (*Rutaceae*)の成熟した果皮である.

生薬の性状 本品は，通例，ほぼ球面を四分した形であるが，ひずんだもの又は平たくなったものがあり，長さ4～8cm，幅2.5～4.5cm，厚さ0.5～0.8cmである．外面は暗赤褐色～灰黄褐色で，油室による多数の小さいくぼみがある．内面は白色～淡灰黄赤色で，維管束の跡がくぼんで不規則な網目を現す．質は軽くてもろい.

本品は特異な芳香があり，味は苦く，やや粘液性で，わずかに刺激性である.

確認試験 本品の1.0gにエタノール(95)10mLを加え，時々振り混ぜながら30分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物10mgをエタノール(95)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポッ

トは，標準溶液から得た灰緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　5.5%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.

精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.2mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う．

貯法　容器　密閉容器.

トウヒシロップ

Orange Peel Syrup

橙皮シロップ

製法

トウヒチンキ	200mL
単シロップ	適量
全量	1000mL

以上をとり，シロップ剤の製法により製する．ただし，「単シロップ」の代わりに「白糖」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は帯褐黄色～帯赤褐色の液で，特異な芳香があり，味は甘く，後に苦い．

比重　d^{20}_{20}：約1.25

確認試験　本品25mLに酢酸エチル50mLを加え，5分間振り混ぜた後，放置し，澄明に分離した酢酸エチル層を分取する．水浴上で蒸発した後，残留物をエタノール(95)10mLに溶かし，必要ならばろ過して試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物10mgをエタノール(95)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た灰緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

貯法　容器　気密容器.

トウヒチンキ

Orange Peel Tincture

橙皮チンキ

製法

トウヒ，粗末	200g
70vol%エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，70vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は帯黄褐色の液で，特異な芳香があり，味は苦い．

比重　d^{20}_{20}：約0.90

確認試験　本品5.0mLにエタノール(95)5mLを加え，必要ならばろ過して試料溶液とし，「トウヒ」の確認試験を準用する．

アルコール数〈1.01〉　6.6以上(第2法).

貯法　容器　気密容器.

ドクカツ

Aralia Rhizome

ARALIAE CORDATAE RHIZOMA

独活

ドッカツ

本品はウド*Aralia cordata* Thunberg (*Araliaceae*)の，通例，根茎である．

生薬の性状　本品は湾曲した不整円柱状～塊状を呈する根茎で，ときに短い根を付けることがある．長さ4～12cm，径2.5～7cm，しばしば縦割又は横切されている．上部には茎の跡による大きなくぼみが1～数個あるか，又は径1.5～2.5cmの茎の短い残基を1個付けるものがある．外面は暗褐色～黄褐色を呈し，縦じわがあり，根の基部又はその跡がある．横切面は灰黄褐色～黄褐色を呈し，油道による褐色の細点が散在し，多くの裂け目がある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層はコルク層で，コルク石細胞からなる層がある．これに続き数層の厚角組織が認められる．維管束と放射組織は明瞭で，髄は広い．師部の外側に師部繊維群が認められることがある．皮部及び髄に離生細胞間隙からなる油道が認められる．木部は道管，木部繊維及び厚壁化することがある木部柔組織からなる．髄中には維管束が散在する．また，柔細胞にはシュウ酸カルシウムの集晶が認められる．でんぷん粒は，単粒又は2～6個の複粒である．

確認試験　本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(30：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，R_f値0.6付近に紫色のスポットを認める．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下.

灰分〈5.01〉　9.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　15.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

トコン

Ipecac

IPECACUANHAE RADIX

吐根

本品は*Cephaelis ipecacuanha* A. Richard又は*Cephaelis acuminata* Karsten (*Rubiaceae*)の根及び根茎である.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)2.0%以上を含む.

生薬の性状　本品は屈曲した細長い円柱形を呈し，長さ3～15cmで，径0.3～0.9cmである．多くはねじれ，ときには分枝する．外面は灰色，暗灰褐色又は赤褐色で，不規則な輪節状を呈する．根は折るとき，皮部は木部からたやすく分離し，折面の皮部は灰褐色で，木部は淡褐色である．皮部の厚さは肥厚部では直径の約2／3に達する．根茎は円柱状を呈し，対生する葉跡が認められる.

本品は弱いにおいがあり，その粉末は鼻粘膜を刺激し，味はわずかに苦く，辛く，不快である.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は褐色の薄膜性のコルク細胞からなり，皮部は厚膜性の細胞を欠き，木部は道管及び仮道管が放射組織と交互に配列する．柔細胞はでんぷん粒を満たし，ところどころにシュウ酸カルシウムの束晶を含む.

確認試験　本品の粉末0.5gに塩酸2.5mLを加え，時々振り混ぜ1時間放置した後，ろ過する．ろ液を蒸発皿にとり，サラシ粉の小粒を加えるとき，その周辺は赤色を呈する.

純度試験　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下.

定量法　本品の粉末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，0.01mol/L塩酸試液30mLを加え，15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は0.01mol/L塩酸試液30mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用エメチン塩酸塩をデシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，50℃)で5時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のエメチン及びセファエリンのピーク面積A_{TE}及びA_{TC}並びに標準溶液のエメチンのピーク面積A_{SE}を測定する.

総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)の量(mg)

$= M_S \times \{A_{TE} + (A_{TC} \times 0.971)\} / A_{SE} \times 0.868$

M_S：定量用エメチン塩酸塩の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)

カラム：内径4～6mm，長さ10～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.0gを水500mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH4.0に調整した後，メタノール500mLを加える.

流量：エメチンの保持時間が約14分になるように調整する.

カラムの選定：定量用エメチン塩酸塩及びセファエリン臭化水素酸塩1mgずつを0.01mol/L塩酸試液に溶かして10mLとする．この液につき，上記の条件で操作するとき，セファエリン，エメチンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，エメチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

トコン末

Powdered Ipecac

IPECACUANHAE RADIX PULVERATA

吐根末

本品は「トコン」を粉末としたもの又はこれに「バレイショデンプン」を加えたものである.

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)2.0～2.6%を含む.

生薬の性状　本品は淡灰黄色～淡褐色を呈し，弱いにおいがあり，鼻粘膜を刺激し，味はわずかに苦く不快である.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの針晶，これらを含む柔細胞の破片，代用繊維の破片，薄壁性のコルク組織の破片，単壁孔又は有縁壁孔のある道管及び仮道管の破片を認め，少数の木部繊維及び木部柔細胞を認める．「トコン」のでんぷん粒は，多くは2～8個からなる複粒で，まれに径4～22μmの単粒を認める．シュウ酸カルシウムの針晶は長さ25～60μmである.

確認試験　本品0.5gに塩酸2.5mLを加え，時々振り混ぜ1時間放置した後，ろ過する．ろ液を蒸発皿にとり，サラシ粉の小粒を加えるとき，その周辺は赤色を呈する.

純度試験

（1）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（2）　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞群及び厚膜繊維を認めない.

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下.

定量法　本品約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，0.01mol/L塩酸試液30mLを加え，15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は0.01mol/L塩酸試液30mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用エメチン塩酸塩をデシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，50℃)で5時間乾燥し，

その約10mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のエメチン及びセファエリンのピーク面積A_{TE}及びA_{TC}並びに標準溶液のエメチンのピーク面積A_{SE}を測定する．

総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)の量(mg)
$= M_S \times \{A_{TE} + (A_{TC} \times 0.971)\} / A_{SE} \times 0.868$

M_S：定量用エメチン塩酸塩の秤取量(mg)

操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)
カラム：内径4～6mm，長さ10～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.0gを水500mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH4.0に調整した後，メタノール500mLを加える．
流量：エメチンの保持時間が約14分になるように調整する．
カラムの選定：定量用エメチン塩酸塩及びセファエリン臭化水素酸塩1mgずつを0.01mol/L塩酸試液に溶かして10mLとする．この液につき，上記の条件で操作するとき，セファエリン，エメチンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，エメチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

トコンシロップ

Ipecac Syrup
吐根シロップ

本品は定量するとき，100mL中に総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)0.12～0.15gを含むシロップ剤である．

製法　本品は「トコン」の粗末をとり，「エタノール」／「精製水」又は「精製水(容器入り)」混液(3：1)を用い，流エキス剤の製法を準用して得た浸出液を，必要に応じて減圧で濃縮し，又は適量の「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加え，この液100mL当たりの総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)の量が1.7～2.1gになるように調整し，本液70mLに「グリセリン」100mL及び適量の「単シロップ」を加え，シロップ剤の製法により，全量1000mLとして製する．

性状　本品は黄褐色の濃稠な液で，味は甘く，後に苦い．

確認試験　本品2mLを蒸発皿にとり，塩酸1mLを加えて混和した後，サラシ粉の小粒を加えるとき，その周辺はだいだい色を呈する．

純度試験　エタノール　本品5mLを正確に量り，これに内標準溶液5mLを正確に加え，更に水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に，エタノール(99.5)5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，これに内標準溶液5mLを正確に加え，更に水を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対するエタノールのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　アセトニトリル溶液(1→20)

操作条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径約3mm，長さ約1.5mのガラス管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．
カラム温度：105～115℃の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：エタノールの保持時間が5～10分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

定量法　本品5mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用エメチン塩酸塩をデシケーター(減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，50℃)で5時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のエメチン及びセファエリンのピーク面積A_{TE}及びA_{TC}並びに標準溶液のエメチンのピーク面積A_{SE}を測定する．

総アルカロイド(エメチン及びセファエリン)の量(mg)
$= M_S \times \{A_{TE} + (A_{TC} \times 0.971)\} / A_{SE} \times 1/2 \times 0.868$

M_S：定量用エメチン塩酸塩の秤取量(mg)

操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)
カラム：内径4～6mm，長さ10～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50℃付近の一定温度
移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.0gを水500mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH4.0に調整した後，メタノール500mLを加える．
流量：エメチンの保持時間が約14分になるように調整する．
カラムの選定：定量用エメチン塩酸塩及びセファエリン臭化水素酸塩1mgずつを0.01mol/L塩酸試液に溶かして10mLとする．この液につき，上記の条件で操作するとき，セファエリン，エメチンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，エメチンのピーク面積の相対標準偏

差は1.5%以下である.

微生物限度〈4.05〉 本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は10^2CFUである．また，大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

トチュウ

Eucommia Bark

EUCOMMIAE CORTEX

杜仲

本品はトチュウ *Eucommia ulmoides* Oliver (*Eucommiaceae*)の樹皮である.

生薬の性状 本品は厚さ2～6mmの粗皮を除いた半管状又は板状の皮片である．外面は淡灰褐色～灰褐色で粗雑であるが，ときにコルク層が剥離され赤褐色を呈することもある．内面は暗褐色～褐色を呈し，平滑で細かい縦線があり，折ると白絹様のグッタペルカ(熱可塑性のゴム様物質)の糸が出る.

本品はわずかに特異なにおい及び味がある.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，柔組織中にはグッタペルカを含む柔細胞があり，師部には石細胞層及び繊維層を認め，放射組織は2～3細胞列からなり，シュウ酸カルシウムの結晶を含まない.

確認試験 本品の粉末1gに水10mL及びジエチルエーテル20mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水浴上でジエチルエーテルを留去し，残留物にエタノール(99.5)1mLを加えるとき，コロイド状物質を認める.

乾燥減量〈5.01〉 12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 8.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 5.0%以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 7.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

トラガント

Tragacanth

TRAGACANTHA

本品は*Astragalus gummifer* Labillardiére又はその他同属植物(*Leguminosae*)の幹から得た分泌物である.

生薬の性状 本品は白色～淡黄色半透明の角質様の湾曲した平板又は薄片で，厚さ0.5～3mmで，折りやすく，水中で膨化する.

本品はにおいがなく，味はないが粘滑性である.

確認試験

（1） 本品の粉末1gに水50mLを加えるとき，ほとんど均等のやや混濁した粘性の液となる.

（2） 本品の粉末に希ヨウ素試液を加えて鏡検〈5.01〉するとき，青色を呈するでんぷん粒の少数を認める.

純度試験 カラヤゴム 本品1gに水20mLを加え，煮沸して粘稠性のある液とし，これに塩酸5mLを加え，更に5分間煮沸するとき，液は淡赤色～赤色を呈しない.

灰分〈5.01〉 4.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

トラガント末

Powdered Tragacanth

TRAGACANTHA PULVERATA

本品は「トラガント」を粉末としたものである.

生薬の性状 本品は白色～帯黄白色を呈し，においはなく，味はないが粘滑性である.

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈5.01〉するとき，多数の有角性の破片からなり，少量の円形又は不整形薄片，少量のでんぷん粒を認める．でんぷん粒は球形～楕円形の単粒，ときに2～4個の複粒で，単粒の径は3～25μmである．本品は水にあうと膨化して変形する.

確認試験

（1） 本品1gに水50mLを加えるとき，ほとんど均等のやや混濁した粘性の液となる.

（2） 本品に希ヨウ素試液を加えて鏡検〈5.01〉するとき，青色を呈するでんぷん粒の少数を認める.

純度試験 カラヤゴム 本品1gに水20mLを加え，煮沸して粘稠性のある液とし，これに塩酸5mLを加え，更に5分間煮沸するとき，液は淡赤色～赤色を呈しない.

灰分〈5.01〉 4.0%以下.

貯法 容器 気密容器.

ニガキ

Picrasma Wood

PICRASMAE LIGNUM

苦木

本品はニガキ*Picrasma quassioides* Bennet (*Simaroubaceae*)の木部である.

生薬の性状 本品は淡黄色の切片，削片又は短い木片で，横切面には明らかな年輪及び放射状の細かい線がある．質は密である.

本品はにおいがなく，味は極めて苦く，残留性である.

本品の切片を鏡検〈5.01〉するとき，放射組織は横切面では幅1～5細胞列，縦断面では高さ5～50細胞層からなる．道管は春材では径約150μmに達するが，秋材ではその1／5にすぎない．いずれも単独又は数個連接して木部柔組織中に存在する．木部繊維は著しく厚化している．放射組織及び木部柔細胞にはシュウ酸カルシウムの集晶又はでんぷん粒を含む．道管にはしばしば鮮黄色又は赤褐色の樹脂状物質を含む.

純度試験 異物〈5.01〉 本品は異物1.0%以上を含まない.

灰分〈5.01〉 4.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

ニガキ末

Powdered Picrasma Wood

PICRASMAE LIGNUM PULVERATUM

苦木末

本品は「ニガキ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰白色～淡黄色を呈し，においはなく，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，大小の道管の破片，木部繊維の破片，木部柔細胞の破片，でんぷん粒を含む放射組織の破片を認め，組織はすべて木化している．シュウ酸カルシウムの結晶をわずかに認める．でんぷん粒は径5～15μmである．

灰分〈*5.01*〉　4.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ニクズク

Nutmeg

MYRISTICAE SEMEN

肉豆蔻

肉豆蔻

本品はニクズク *Myristica fragrans* Houttuyn (*Myristicaceae*)の種子で，通例，種皮を除いたものである．

生薬の性状　本品は卵球形～長球形で，長さ1.5～3.0cm，径1.3～2.0cmである．外面は灰褐色を呈し，縦に走る広くて浅いみぞと網目様の細かいしわがある．通例，一端には灰白色～灰黄色のわずかに突出したへそがあり，他端には灰褐色～暗褐色のわずかにくぼんだ合点がある．切面は暗褐色の薄い周乳が淡黄白色～淡褐色の内乳に不規則に入り込んで，大理石様の模様を呈する．

本品は特異な強いにおいがあり，味は辛くてわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周乳は外層と内層からなり，外層は暗赤褐色の内容物を含む柔組織からなる．内層は赤褐色の内容物を含む柔組織からなり，大型の油細胞が多数認められるほか，ところどころに維管束が認められる．内乳の柔細胞中に単粒又は複粒のでんぷん粒及びアリューロン粒が認められる．

確認試験　本品の粉末1gにメタノール5mLを加え，時々振り混ぜながら10分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ミリスチシン2mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　16.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　2.5%以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末10.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.5mL以上である．

貯法　容器　密閉容器．

ニンジン

Ginseng

GINSENG RADIX

人参

本品はオタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer (*Panax schinseng* Nees) (*Araliaceae*)の細根を除いた根又はこれを軽く湯通ししたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ギンセノシドRg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$：801.01)0.10%以上及びギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)0.20%以上を含む．

生薬の性状　本品は細長い円柱形～紡錘形を呈し，しばしば中ほどから2～5本の側根を分枝し，長さ5～20cm，主根は径0.5～3cm，外面は淡黄褐色～淡灰褐色を呈し，縦じわ及び細根の跡がある．根頭部はややくびれて短い根茎を付けることがある．折面はほぼ平らで，淡黄褐色を呈し，形成層の付近は褐色である．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

確認試験

（1）　本品の切面に希ヨウ素試液を滴加するとき，暗青色を呈する．

（2）　本品の粉末2.0gに水10mL及び1－ブタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRg_1 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(14：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(15ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　異物〈*5.01*〉　本品は茎及びその他の異物2.0%以上を含まない．

（4）　総BHCの量及び総DDTの量〈*5.01*〉　各々0.2ppm以下．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　4.2%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　14.0%以上.

定量法

（1）　ギンセノシドRg_1　本品の粉末約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，希水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，0.1mol/L塩酸試液3mLを加え，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRg_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRg_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRg_1標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)

流量：ギンセノシドRg_1の保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシドRg_1標準品及びギンセノシドRe 1mgずつを薄めたメタノール(3→5)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRg_1，ギンセノシドReの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRg_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　ギンセノシドRb_1　(1)の試料溶液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb_1標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ギンセノシドRb_1の保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシドRb_1標準品及びギンセノシドRc 1mgずつを薄めたメタノール(3→5)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRb_1，ギンセノシドRcの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

ニンジン末

Powdered Ginseng

GINSENG RADIX PULVERATA

人参末

本品は「ニンジン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ギンセノシドRg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$：801.01)0.10%以上及びギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)0.20%以上を含む．

生薬の性状　本品は淡黄白色～淡黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒，ときに糊化したでんぷんを含むほぼ円形～長方形の柔細胞からなる組織片，径約45μmの網紋道管，径15～40μmの階紋道管及びらせん紋道管，黄色の光輝ある塊状の内容物を含む分泌細胞及び径20～50μmのシュウ酸カルシウムの集晶を認める．その他，厚壁細胞，薄壁のコルク細胞及び径1～5μm，まれに10μmのシュウ酸カルシウムの単晶を認める．でんぷん粒は単粒及び2～4個からなる複粒で，単粒の径は3～15μmである．

確認試験　本品2.0gに水10mL及び1－ブタノール10mLを加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRg_1 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(14：5：4)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(15ppm以

下).

（2） ヒ素〈1.11〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下).

（3） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈5.01〉　13.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　4.2%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　14.0%以上.

定量法

（1） ギンセノシドRg$_1$　本品約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，希水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，0.1mol/L塩酸試液3mLを加え，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRg$_1$標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRg$_1$のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRg$_1$($C_{42}H_{72}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRg$_1$標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(4：1)

流量：ギンセノシドRg$_1$の保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシドRg$_1$標準品及びギンセノシドRe 1mgずつを薄めたメタノール(3→5)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRg$_1$，ギンセノシドReの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRg$_1$のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） ギンセノシドRb$_1$　(1)の試料溶液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb$_1$標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb$_1$のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb$_1$($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb$_1$標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ギンセノシドRb$_1$の保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシドRb$_1$標準品及びギンセノシドRc 1mgずつを薄めたメタノール(3→5)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRb$_1$，ギンセノシドRcの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb$_1$のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ニンドウ

Lonicera Leaf and Stem

LONICERAE FOLIUM CUM CAULIS

忍冬

本品はスイカズラ *Lonicera japonica* Thunberg (*Caprifoliaceae*)の葉及び茎である．

生薬の性状　本品は葉及び短い茎に対生する葉からなる．葉は短い葉柄を付け，楕円形で全縁，長さ3～7cm，幅1～3cm，上面は緑褐色，下面は淡灰緑色を呈し，ルーペ視するとき，両面に軟毛をまばらに認める．茎は径1～4mm，外面は灰黄褐色～帯紫褐色で，横断面は円形，中空である．

本品はほとんどにおいがなく，味は収れん性で，後わずかに苦い．

本品の葉の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は上下面とも1層の表皮からなり，表皮には単細胞性の非腺毛と多細胞性の腺毛が認められる．主脈部では，表皮の内側数層は厚角組織からなり，中央部には維管束がある．葉肉部では上面表皮に接してさく状組織があり，下面表皮に接して海綿状組織がある．腺毛には褐色の分泌物が含まれ，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの集晶を含み，でんぷん粒が認められることがある．

確認試験　本品の粉末1gにメタノール5mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液(1)とする．また，薄層クロマトグラフィー用ロガニン1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液

(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(6：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液(1)から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．また，薄層板に4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液(2)から得た赤紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験　茎　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，径5mm以上の茎を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　9.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　12.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

バイモ

Fritillaria Bulb

FRITILLARIAE BULBUS

貝母

本品はアミガサユリ*Fritillaria verticillata* Willdenow var. *thunbergii* Baker (*Liliaceae*)のりん茎である．

生薬の性状　本品は偏球形を呈し，肥厚した2個のりん片葉からなり，径2～3cm，高さ1～2cm，しばしば分離したものがある．外面及び内面は白色～淡黄褐色，内面の基部はやや暗色を呈する．石灰を散布して乾燥したものは白粉を付けている．折面は白色を呈し，粉性である．

本品は特異な弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は1層の表皮からなりその内側は柔組織で満たされ，多数の維管束が散在する．柔組織中にはでんぷん粒を含む．でんぷん粒は主に単粒で，径5～50μm，層紋が明瞭で，長卵形～卵形又は三角状卵形，まれに2～3個からなる複粒もある．また，表皮細胞及び道管付近の柔細胞にはシュウ酸カルシウムの単晶を含む．

確認試験　本品の粉末2gを共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液10mL及び酢酸エチル／ジエチルエーテル混液(1：1) 20mLを加え，20分間振り混ぜた後，遠心分離する．上層を分取し，無水硫酸ナトリウム20gを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，溶媒を留去し，残留物をエタノール(99.5)1mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(17：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.4付近及び0.6付近に黄赤色のスポットを認める．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈5.01〉　16.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉　6.5%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　8.0%以上.

貯法　容器　密閉容器.

バクモンドウ

Ophiopogon Tuber

OPHIOPOGONIS TUBER

麦門冬

本品はジャノヒゲ*Ophiopogon japonicus* Ker-Gawler (*Liliaceae*)の根の膨大部である．

生薬の性状　本品は紡錘形を呈し，長さ1～2.5cm，径0.3～0.5cm，一端はややとがり，他端はやや丸みを帯びる．外面は淡黄色～淡黄褐色で，大小の縦じわがある．折るとき皮層は柔軟であるがもろく，中心柱は強じんである．皮層の折面は淡黄褐色を呈し，やや半透明で粘着性がある．

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに甘く，粘着性である．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，表皮に内接して4～5層の褐色の細胞からなる根被が認められ，その内側に1層の外皮，更にその内側には柔細胞からなる皮層がある．内皮は明瞭で，放射中心柱には約20個の原生木部がある．皮層柔組織中にはシュウ酸カルシウムの柱状晶及び束針晶が含まれ，外皮には油滴が認められる．

純度試験

（1）　細根部　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，細根部1.0%以上を含まない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈5.01〉　3.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

麦門冬湯エキス

Bakumondoto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)1.2mg以上及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)17～51mgを

含む.

製法

	1)
バクモンドウ	10g
ハンゲ	5g
コウベイ	5g
タイソウ	3g
ニンジン	2g
カンゾウ	2g

1)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状　本品は淡黄色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は甘い.

確認試験

（1）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，水層を試料溶液とする．別にバクモンドウ3.0gをとり，水50mLを加え，還流冷却器を付けて1時間加熱する．冷後，抽出液20mLをとり，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，水層を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液2μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って帯状にスポットする．次にエタノール(99.5)／水／酢酸(100)混液(120：80：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗い青緑色のスポット(R_f値0.3付近)と色調及びR_f値が等しい(バクモンドウ).

（2）　乾燥エキス5.0g(軟エキスは15g)をとり，水15mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用フェルラ酸シクロアルテニル1mgを酢酸エチル1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液30μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン／酢酸(100)混液(50：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．又は，これに硫酸／エタノール(99.5)混液(1：1)を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは標準溶液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(コウベイ).

（3）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（4）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　7.0%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対して10.0%以下.

定量法

（1）　ギンセノシドRb_1　乾燥エキス約2g(軟エキスは乾燥物として2gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加え，水を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約10mmのクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノールを流し，次に薄めたメタノール(3→10)を流して調製したもの)に入れて流出させる．薄めたメタノール(3→10)2mL，炭酸ナトリウム試液1mL，更に薄めたメタノール(3→10)10mLの順でカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に5mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb_1のピーク面積A_T

及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb_1標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲルを充てんする．
カラム温度：60℃付近の一定温度
移動相：アセトニトリル／水混液(4：1)
流量：毎分1.0mL(ギンセノシドRb_1の保持時間約16分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシドRb_1のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)
流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

八味地黄丸エキス
Hachimijiogan Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ロガニン4～16mg，ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46)6～18mg(ボタンピ3gの処方)，5～15mg(ボタンピ2.5gの処方)及び総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として)0.7mg以上(ブシ1，1gの処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として，又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.2mg以上(ブシ末1，1gの処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.1mg以上(ブシ末2，1gの処方)，総アルカロイド(ベンゾイルメサコニン塩酸塩及び14－アニソイルアコニン塩酸塩として，又はベンゾイルメサコニン塩酸塩及びベンゾイルヒパコニン塩酸塩として)0.1mg以上(ブシ末1，0.5gの処方)を含む．

製法

	1)	2)	3)	4)
ジオウ	5g	5g	5g	6g
サンシュユ	3g	3g	3g	3g
サンヤク	3g	3g	3g	3g
タクシャ	3g	3g	3g	3g
ブクリョウ	3g	3g	3g	3g
ボタンピ	3g	3g	3g	2.5g
ケイヒ	1g	1g	1g	1g
ブシ(ブシ1)	1g	－	－	－
ブシ末(ブシ末1)	－	1g	－	0.5g
ブシ末(ブシ末2)	－	－	1g	－

1)～4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は灰褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，特異なにおいがあり，味はやや苦く，酸味がある．

確認試験

（1） 乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，メタノール30mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／メタノール／1－ブタノール混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，R_f値0.6付近に暗緑色のスポットを認める(ジオウ)．

（2） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ロガニン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー

〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(6：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で2分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サンシュユ).

（３）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，炭酸ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アリソールA 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／酢酸(100)混液(10：10：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(タクシャ).

（４）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル混液(5：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ボタンピ).

（５）　次の(ⅰ)又は(ⅱ)により試験を行う(ケイヒ).

(ⅰ)　乾燥エキス10g(軟エキスは30g)を300mLの硬質ガラスフラスコに入れ，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層1mLをとり，水酸化ナトリウム試液0.5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液50μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／ジエチルエーテル／メタノール混液(15：5：1)を展開溶媒として，約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

(ⅱ)　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい．

（６）　乾燥エキス3.0g(軟エキスは9.0g)をとり，ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にアセトニトリル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩1mgをエタノール(99.5)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ブシ又はブシ末).

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

（３）　ブシジエステルアルカロイド(アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン)　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)を正確に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し，上層を除く．水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．水層はアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，減圧で溶媒を留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)10mLを正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1mLを正確に量り，ブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確に

とり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さは，それぞれ標準溶液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンのピーク高さより高くない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは231nm，ジェサコニチンは254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)

流量：毎分1.0mL(メサコニチンの保持時間約31分)

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を254nmとし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を231nmとし，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス8.5%以下(1g，105℃，5時間)．

軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間)．

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し，10.0%以下．

定量法

（1）　ロガニン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ロガニンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のロガニンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ロガニンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ロガニンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(55：4：1)

流量：毎分1.2mL(ロガニンの保持時間約25分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロガニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロガニンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　ペオニフロリン　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオニフロリン($C_{23}H_{28}O_{11}$)の量(mg)

＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(850：150：1)

流量：毎分1.0mL(ペオニフロリンの保持時間約9分)

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　総アルカロイド　乾燥エキス約1g(軟エキスは乾燥物として約1gに対応する量)を精密に量り，ジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液3.0mLを加えて10分間振り混ぜ，遠心分離し，上層を取り除いた後，ジエチルエーテル20mLを加えて同様に操作し，上層を取り除く．水層にアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．水層は，アンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全上澄液を合わせ，減圧で溶媒を留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて溶かし，正確に10mLとし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベンゾイ

ルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン，14－アニソイルアコニンの各ピーク面積，A_{TM}及びA_{SM}，A_{TH}及びA_{SH}，A_{TA}及びA_{SA}を測定する．

ベンゾイルメサコニン塩酸塩の量(mg)
$= C_{SM} \times A_{TM} / A_{SM} \times 10$
ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の量(mg)
$= C_{SH} \times A_{TH} / A_{SH} \times 10$
14－アニソイルアコニン塩酸塩の量(mg)
$= C_{SA} \times A_{TA} / A_{SA} \times 10$

C_{SM}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)
C_{SH}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)
C_{SA}：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液中の定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩の濃度(mg/mL)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：ベンゾイルヒパコニン及びベンゾイルメサコニンは231nm，14－アニソイルアコニンは254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)
流量：毎分1.0mL(ベンゾイルメサコニンの保持時間約15分)
システム適合性
システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイルメサコニンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベンゾイルメサコニン，ベンゾイルヒパコニン及び14－アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ハチミツ

Honey
MEL
蜂蜜

本品はヨーロッパミツバチ*Apis mellifera* Linné又はトウヨウミツバチ*Apis cerana* Fabricius (*Apidae*) がその巣に集めた甘味物を採集したものである．

生薬の性状　本品は淡黄色～淡黄褐色のシロップ様の液で，通例，透明であるが，しばしば結晶を生じて不透明となる．

本品は特異なにおいがあり，味は甘い．

比重〈2.56〉　本品50.0gを水100mLに混和した液は比重d^{20}_{20}：1.111以上を示す．

純度試験
（1）　酸　本品10gを水50mLに混和し，1mol/L水酸化カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は0.5mL以下である(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．
（2）　硫酸塩　本品1.0gを水2.0mLに混和し，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液2滴を加えるとき，液は直ちに変化しない．
（3）　アンモニア呈色物　本品1.0gを水2.0mLに混和し，ろ過し，ろ液にアンモニア試液2mLを加えるとき，液は直ちに変化しない．
（4）　レソルシノール呈色物　本品5gにジエチルエーテル15mLを加えてよく混和し，ろ過して得たジエチルエーテル液を常温で蒸発し，残留物にレソルシノール試液1～2滴を加えるとき，残留物及び液は黄赤色を呈することがあっても1時間以上持続する赤色～赤紫色を呈しない．
（5）　でんぷん及びデキストリン
（i）　本品7.5gに水15mLを加えて振り混ぜ，水浴上で加温し，これにタンニン酸試液0.5mLを加え，冷後，ろ過した液1.0mLに塩酸2滴を含むエタノール(99.5)1.0mLを加えるとき，液は混濁しない．
（ii）　本品2.0gに水10mLを加え，水浴上で加温して混和し，冷後，この液1.0mLにヨウ素試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色，緑色又は赤褐色を呈しない．
（6）　異物　本品1.0gを水2.0mLに混和した後，遠心分離し，得られる沈殿を鏡検〈5.01〉するとき，花粉以外の異物を認めない．

灰分〈5.01〉　0.4%以下．

貯法　容器　気密容器．

ハッカ

Mentha Herb
MENTHAE HERBA
薄荷

本品はハッカ*Mentha arvensis* Linné var. *piperascens* Malinvaud (*Labiatae*)の地上部である．

生薬の性状　本品は茎及びそれに対生する葉からなり，茎は方柱形で淡褐色～赤紫色を呈し，細毛がある．水に浸してしわを伸ばすと，葉は卵円形～長楕円形で，両端はとがり，長さ2～8cm，幅1～2.5cm，辺縁に不ぞろいのきょ歯があり，上面は淡褐黄色～淡緑黄色，下面は淡緑色～淡緑黄色を呈する．葉柄は長さ0.3～1cmである．ルーペ視するとき，毛，腺毛及び腺りんを認める．

本品は特異な芳香があり，口に含むと清涼感がある．

確認試験　精油含量で得た精油とキシレンとの混液1mLをとり，硫酸2mLを穏やかに加えるとき，境界面は濃赤色～赤褐色を呈する．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は根及びその他の異物2.0%以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　15.0%以下(6時間).
灰分〈5.01〉　11.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　2.5%以下.
精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.4mL以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコーン樹脂1mLを加え，試験を行う．
貯法　容器　密閉容器.

ハッカ水

Mentha Water

製法

ハッカ油	2mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，芳香水剤の製法により製する.
性状　本品は無色澄明の液で，ハッカ油のにおいがある.
貯法　容器　気密容器.

ハッカ油

Mentha Oil
OLEUM MENTHAE JAPONICAE
薄荷油

本品はハッカ *Mentha arvensis* Linné var. *piperascens* Malinvaud (*Labiatae*)の地上部を水蒸気蒸留して得た油を冷却し，固形分を除去した精油である.
本品は定量するとき，メントール($C_{10}H_{20}O$: 156.27) 30.0%以上を含む.
性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる.
本品はエタノール(95)，エタノール(99.5)，温エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する.
本品は水にほとんど溶けない.
屈折率〈2.45〉　n_D^{20} : 1.455～1.467
旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$: －17.0～－36.0°(100mm).
比重〈1.13〉　d_{25}^{25} : 0.885～0.910
酸価〈1.13〉　1.0以下.
純度試験
（1）　溶状　本品1.0mLに薄めたエタノール(7→10)3.5mLを加えて振り混ぜるとき，澄明に溶ける．更にエタノール(95)10mLを追加するとき，液は澄明か，又は濁ることがあってもその混濁は次の比較液より濃くない.
比較液：0.01mol/L塩酸0.70mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加え，5分間放置する.
（2）　重金属〈1.07〉　本品1.0mLをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0mLを加える(40ppm以下).
定量法　本品約5gを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に20mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて試料溶液とする．別に定量用*l*－メントール約10gを精密に量り，エタノール(95)に溶かして正確に100mLとする，この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するメントールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

メントール($C_{10}H_{20}O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用*l*－メントールの秤取量(mg)

内標準溶液　*n*－カプリル酸エチルのエタノール(95)溶液(1→25)
操作条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径約3mm，長さ約2mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール6000を酸処理した180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に25%の割合で被覆したものを充てんする.
カラム温度：150℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調整する.
カラムの選定：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*l*－メントールの順に流出し，その分離度が5以上のものを用いる.
貯法
保存条件　遮光して保存する.
容器　気密容器.

ハマボウフウ

Glehnia Root and Rhizome
GLEHNIAE RADIX CUM RHIZOMA
浜防風

本品はハマボウフウ *Glehnia littoralis* Fr. Schmidt ex Miquel (*Umbelliferae*)の根及び根茎である.
生薬の性状　本品は円柱形～細長い円錐形を呈し，長さ10～20cm，径0.5～1.5cm，外面は淡黄褐色～赤褐色である．根茎は通例短く，細かい輪節があり，根には縦じわと多数の暗赤褐色のいぼ状の小突起又は横長の隆起がある．本品の質はもろく極めて折りやすい．横切面は白色，粉性で，ルーペ視するとき油道が褐色の小点として散在する.
本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い.
純度試験
（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).
（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).
灰分〈5.01〉　6.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

ハンゲ

Pinellia Tuber

PINELLIAE TUBER

半夏

本品はカラスビシャク *Pinellia ternata* Breitenbach (*Araceae*)のコルク層を除いた塊茎である.

生薬の性状　本品はやや偏圧された球形～不整形を呈し，径0.7～2.5cm，高さ0.7～1.5cmである．外面は白色～灰白黄色で，上部には茎の跡がくぼみとなり，その周辺には根の跡がくぼんだ細点となっている．質は充実する．切面は白色，粉性である.

本品はほとんどにおいがなく，味は初めなく，やや粘液性で，後に強いえぐ味を残す.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，主としてでんぷん粒を充満した柔組織からなり，わずかにシュウ酸カルシウムの束晶を含む粘液細胞が認められる．でんぷん粒は主として2～3個の複粒で，通例，径10～15μm，単粒は，通例，径3～7μmである．シュウ酸カルシウムの束晶は長さ25～150μmである.

純度試験

（１）　*Arisaema*属植物及びその他の根茎　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮部の外層に粘液道を認めない.

（２）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（３）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　3.5%以下.

貯法　容器　密閉容器.

半夏厚朴湯エキス

Hangekobokuto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，マグノロール2～6mg，ロスマリン酸4mg以上(ソヨウ2gの処方)，6mg以上(ソヨウ3gの処方)及び[6]－ギンゲロール0.6～2.4mg(ショウキョウ1gの処方)，0.8～3.2mg(ショウキョウ1.3gの処方)，0.9～3.6mg(ショウキョウ1.5gの処方)を含む.

製法

	1)	2)	3)	4)
ハンゲ	6g	6g	6g	6g
ブクリョウ	5g	5g	5g	5g
コウボク	3g	3g	3g	3g
ソヨウ	2g	3g	2g	2g
ショウキョウ	1g	1g	1.3g	1.5g

1)~4)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，特異なにおいがあり，味は初め苦く，渋く，後に辛い.

確認試験

（１）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用マグノロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(コウボク).

（２）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，0.1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／ギ酸混液(60：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ソヨウ).

（３）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　11.0%以下(1g，105℃，5時間).

軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対し，14.0%以下.

定量法

（1）　マグノロール　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用マグノロールをデシケーター(シリカゲル)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のマグノロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

マグノロールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/8$

M_S：定量用マグノロールの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：289nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(50：50：1)

流量：毎分1.0mL(マグノロールの保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能：定量用マグノロール及びホノキオール1mgずつを薄めたメタノール(7→10)に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ホノキオール，マグノロールの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マグノロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2）　ロスマリン酸　本操作は，遮光した容器を用いて行う．乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ロスマリン酸約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かして正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のロスマリン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ロスマリン酸の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用ロスマリン酸の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：330nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(800：200：1)

流量：毎分1.0mL(ロスマリン酸の保持時間約11分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロスマリン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロスマリン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3）　[6]－ギンゲロール　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用[6]－ギンゲロール約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の[6]－ギンゲロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

[6]－ギンゲロールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用[6]－ギンゲロールの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(620：380：1)

流量：毎分1.0mL([6]－ギンゲロールの保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，[6]－ギンゲロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，[6]－ギンゲロールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ビャクゴウ

Lilium Bulb

LILII BULBUS

百合

本品はオニユリ *Lilium lancifolium* Thunberg，ハカタユリ *Lilium brownii* F. E. Brown var. *colchesteri* Wilson，*Lilium brownii* F. E. Brown又は *Lilium pumilum* De Candolle（*Liliaceae*)のりん片葉を，通例，蒸したものであ

る．

生薬の性状　本品は頂端の細まった長楕円形，ひ針形又は長三角形の舟形を呈し，半透明で長さ1.3～6cm，幅0.5～2.0cmである．外面は乳白色～淡黄褐色，ときに紫色を帯び，ほぼ平滑である．中央部はやや厚く，周辺部は薄くてわずかに波状，ときに内巻に曲がる．数条の縦に平行な維管束が，通例，透けて見える．質は堅いが折りやすく，折面は角質様で滑らかである．

本品はにおいがなく，わずかに酸味及び苦味がある．

本品の表面を鏡検〈*5.01*〉するとき，表皮細胞は長方形からほぼ正方形，気孔は類円形，気孔に接する細胞は多くは4個である．本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は滑らかなクチクラで覆われた表皮細胞からなり，その下には円形から四角形の柔細胞が等しく分布し，さく状組織は認められない．葉肉の柔組織中には，りん片葉の向軸側から背軸側へ縦長に伸びる並立維管束が，ほぼ横一列に並ぶ．柔細胞に含まれるでんぷん粒は，通例，糊化している．

確認試験　本品の粉末3gに1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，水10mLを加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この液を減圧で溶媒を留去し，残留物にメタノール1mLを加え，静かに振り混ぜた後，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(12：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.3付近に2つのスポットを認める．また，これに炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，これらのスポットは青紫色の蛍光を発する．

乾燥減量〈*5.01*〉　16.0%以下．

灰分〈*5.01*〉　4.5%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

ビャクシ

Angelica Dahurica Root

ANGELICAE DAHURICAE RADIX

白芷

本品はヨロイグサ*Angelica dahurica* Bentham et Hooker filius ex Franchet et Savatier (*Umbelliferae*)の根である．

生薬の性状　本品は主根から多数の長い根を分枝してほぼ紡錘形又は円錐形を呈し，長さ10～25cmである．外面は灰褐色～暗褐色で，縦じわ及び横長に隆起した多数の細根の跡がある．根頭にわずかに葉しょうを残し，密に隆起した輪節がある．横切面の周辺は灰白色で，中央部は暗褐色を呈するものがある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験　本品の粉末0.2gにエタノール(95)5mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，液は青色～青紫色の蛍光を発する．

純度試験

（1）　葉しょう　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，葉しょう3.0%以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は葉しょう以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　25.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

ビャクジュツ

Atractylodes Rhizome

ATRACTYLODIS RHIZOMA

白朮

本品はオケラ*Atractylodes japonica* Koidzumi ex Kitamuraの根茎(ワビャクジュツ)又はオオバナオケラ*Atractylodes macrocephala* Koidzumi (*Atractylodes ovata* De Candolle) (*Compositae*)の根茎(カラビャクジュツ)である．

生薬の性状

（1）　ワビャクジュツ　本品の周皮を除いたものは不整塊状又は不規則に屈曲した円柱状を呈し．長さ3～8cm，径2～3cmである．外面は淡灰黄色～淡黄白色で，ところどころ灰褐色である．周皮を付けているものは外面は灰褐色で，しばしば結節状に隆起し，粗いしわがある．折りにくく，折面は繊維性である．本品の横切面には淡黄褐色～褐色の分泌物による細点がある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮には石細胞層を伴い，皮部の柔組織中にはしばしば師部の外側に接して繊維束があり，放射組織の末端部には淡褐色～褐色の内容物を含む油室がある．木部には大きい髄を囲んで放射状に配列した道管とそれを囲む著しい繊維束がある．髄及び放射組織中には皮部と同様な油室があり，柔組織中にはイヌリンの結晶及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．

（2）　カラビャクジュツ　本品は不整に肥大した塊状を呈し，長さ4～8cm，径2～5cmで外面は灰黄色～暗褐色を呈し，ところどころにこぶ状の小突起がある．折りにくく，破砕面は淡褐色～暗褐色で，木部の繊維性が著しい．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，後にわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮は石細胞層を伴い，通例，皮部には繊維を欠き，師部放射組織及びその末端部には黄褐色の内容物を含む油室がある．木部には大きい髄を囲んで放射状に配列した道管とそれを囲む著しい繊維束がある．髄及び放射組織中には皮部と同様な油室があり，柔

組織中にはイヌリンの結晶及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む.

確認試験 本品の粉末0.5gにエタノール(95)5mLを加え，水浴中で2分間温浸してろ過し，ろ液2mLにバニリン・塩酸試液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜるとき，液は赤色～赤紫色を呈し，その色は持続性である.

純度試験

（1） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（2） ソウジュツ 本品の粉末2.0gをとり，ヘキサン5mLを正確に加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱するとき，R_f値0.3～0.6に緑色～灰緑色のスポットを認めない.

灰分〈5.01〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0%以下.

精油含量〈5.01〉 本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.5mL以上である.

貯法 容器 密閉容器.

ビャクジュツ末

Powdered Atractylodes Rhizome

ATRACTYLODIS RHIZOMA PULVERATUM

白朮末

本品は「ビャクジュツ」を粉末としたものである.

生薬の性状 本品は淡褐色～黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに苦いか，初めわずかに甘く，後わずかに苦い.

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主として柔細胞，イヌリンの結晶，シュウ酸カルシウムの小針晶を含む柔細胞の破片を認め，更に淡黄色の厚膜繊維の破片，石細胞の破片，コルク組織の破片，少数の網紋及び階紋道管の破片，黄褐色の分泌物の小塊又は油滴を認め，でんぷん粒は認めない.

確認試験 本品0.5gにエタノール(95)5mLを加え，水浴中で2分間温浸してろ過し，ろ液2mLにバニリン・塩酸試液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜるとき，液は赤色～赤紫色を呈し，その色は持続性である.

純度試験

（1） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（2） ソウジュツ 本品2.0gをとり，ヘキサン5mLを正確に加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱するとき，R_f値0.3～0.6に緑色～灰緑色のスポットを認めない.

灰分〈5.01〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0%以下.

精油含量〈5.01〉 本品50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.4mL以上である.

貯法 容器 気密容器.

ビワヨウ

Loquat Leaf

ERIOBOTRYAE FOLIUM

枇杷葉

本品はビワ *Eriobotrya japonica* Lindley (*Rosaceae*)の葉である.

生薬の性状 本品は長楕円形～広ひ針形で，長さ12～30cm，幅4～9cm，先端はとがり，基部はくさび形で，短い葉柄を付け，辺縁には粗いきょ歯がある．ときに，短径5～10mm，長径数cmの短冊状に切裁されている．上面は緑色～緑褐色を呈し，下面は淡緑褐色で，淡褐色の綿毛を残存する．葉脈部は淡黄褐色を呈し，下面に突出している.

本品はわずかににおいがあり，味はほとんどない.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，上面及び下面のクチクラは厚く，さく状組織はおおむね4～5層で，ところどころに葉緑粒を欠く大型の細胞を認める．主脈部では並立維管束は木部側の基本組織の湾入によって一部切断されたほぼ環状を呈し，師部に接する繊維群を認める．葉肉中にはシュウ酸カルシウムの単晶及び集晶を認める．綿毛は単細胞性で湾曲し，太さ約25μm，長さ1.5mmに達する.

確認試験 本品の粉末0.3gにメタノール10mLを加え，水浴上で時々振り混ぜながら5分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／アセトニトリル混液(3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，R_f値0.5付近に赤紫色の主スポットを認める.

純度試験 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉 各々0.2ppm以下.

乾燥減量〈5.01〉 15.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 10.0%以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 16.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

ビンロウジ

Areca

ARECAE SEMEN

檳榔子

本品はビンロウ*Areca catechu* Linné (*Palmae*)の種子である．

生薬の性状　本品は鈍円錐形～偏平なほぼ球形を呈し，高さ1.5～3.5cm，径1.5～3cmで，底面の中央にはへそがあり，通例，くぼんでいる．外面の色は灰赤褐色～灰黄褐色を呈し，色のうすい網目模様があり，質は堅い．切面は質が密で，灰褐色の種皮が白色の胚乳中に入り込んで大理石様の模様を呈し，種子の中央はしばしばうつろである．

本品は弱いにおいがあり，味は渋くてわずかに苦い．

確認試験　本品の粉末3gを共栓遠心沈殿管に入れ，ジエチルエーテル30mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え，密栓して5分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水浴上でジエチルエーテルを留去後，残留物をメタノール1.5mLに溶かし，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アレコリン臭化水素酸塩5mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水／酢酸(100)混液(10：6：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（１）　果皮　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，果皮2.0%以上を含まない．

（２）　異物〈*5.01*〉　本品は果皮以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　2.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ブクリョウ

Poria Sclerotium

PORIA

茯苓

本品はマツホド*Wolfiporia cocos* Ryvarden et Gilbertson (*Poria cocos* Wolf) (*Polyporaceae*)の菌核で，通例，外層をほとんど除いたものである．

生薬の性状　本品は塊状を呈し，径約10～30cm，重さ0.1～2kgに達し，通例，その破片又は切片からなる．白色又はわずかに淡赤色を帯びた白色である．外層が残存するものは暗褐色～暗赤褐色で，きめが粗く，裂け目がある．質は堅いが砕きやすい．

本品はほとんどにおいがなく，味はないがやや粘液様である．

確認試験

（１）　本品の粉末1gにアセトン5mLを加え，水浴上で振り混ぜながら2分間加温した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸0.5mLに溶かし，硫酸1滴を加えるとき，淡赤色を呈し，直ちに暗緑色に変わる．

（２）　本品の断面又は粉末にヨウ素試液1滴を加えるとき，濃赤褐色を呈する．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ブクリョウ末

Powdered Poria Sclerotium

PORIA PULVERATUM

茯苓末

本品は「ブクリョウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は白色～灰白色を呈し，ほとんどにおいはなく，味はないがやや粘液様である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，無色透明で光線を強く屈折する菌糸，顆粒体及び粘液板からなる偽組織の破片を認める．菌糸は細いものと太いものの2種があり，細いものは径2～4μm，太いものは通例10～20μmで，30μmに達するものもある．

確認試験

（１）　本品1gにアセトン5mLを加え，水浴上で振り混ぜながら2分間加温した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸0.5mLに溶かし，硫酸1滴を加えるとき，淡赤色を呈し，直ちに暗緑色に変わる．

（２）　本品にヨウ素試液1滴を加えるとき，濃赤褐色を呈する．

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（３）　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒を認めない．

灰分〈*5.01*〉　1.0%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ブシ

Processed Aconite Root

PROCESSI ACONITI RADIX

加工ブシ

本品はハナトリカブト*Aconitum carmichaeli* Debeaux又はオクトリカブト*Aconitum japonicum* Thunberg (*Ranunculaceae*)の塊根を1，2又は3の加工法により製したものである．

1　高圧蒸気処理により加工する．

2　食塩，岩塩又は塩化カルシウムの水溶液に浸せきした後，加熱又は高圧蒸気処理により加工する．

3　食塩の水溶液に浸せきした後，水酸化カルシウムを塗布することにより加工する．

1，2及び3の加工法により製したものを，それぞれブシ1，ブシ2及びブシ3とする．

ブシ1，ブシ2及びブシ3は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，それぞれ総アルカロイド[ベンゾイルアコニン($C_{32}H_{45}NO_{10}$：603.70)として]0.7～1.5%，0.1～0.6%及び0.5～0.9%を含む．

本品はその加工法を表示する．

生薬の性状

ブシ1　本品は径10mm以下の不整な多角形に破砕されている．外面は暗灰褐色～黒褐色を呈する．質は堅く，切面は平らで，淡褐色～暗褐色を呈し，通常角質で光沢がある．

本品は弱い特異なにおいがある．

本品の横切片及び縦切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，道管は孔紋，階紋，網紋又はらせん紋道管である．柔細胞中のでんぷん粒は通例糊化しているが，ときにでんぷん粒が認められるものもある．でんぷん粒は円形若しくは楕円形の単粒で径2～25μm，又は2～10数個の複粒として認められる．でんぷん粒のへそは明らかである．

ブシ2　本品はほぼ倒円錐形で，長さ15～30mm，径12～16mm，又は縦ときに横に切断され，長さ20～60mm，幅15～40mm，厚さ200～700μm，又は径12mm以下の不整な多角形に破砕されている．外面は淡褐色～暗褐色又は黄褐色を呈する．質は堅く，通例，しわはなく，切面は平らで，淡褐色～暗褐色又は黄白色～淡黄褐色を呈し，通常角質，半透明で光沢がある．

本品は弱い特異なにおいがある．

本品の横切片及び縦切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，外側から擬上皮，一次皮層，内皮，二次皮層，形成層，木部が認められる．一次皮層には楕円形～楕円状四角形，短径30～75μm，長径60～150μmの厚壁細胞がある．内皮は接線方向に長い1層の細胞からなっている．形成層輪は星形又は不整の多角形～円形であり，木部の道管群はV字形を呈する．二次皮層及び髄中に独立した形成層輪が認められるものもある．道管は孔紋，階紋，網紋又はらせん紋道管である．柔細胞中のでんぷん粒は糊化している．

ブシ3　本品は径5mm以下の不整な多角形に破砕されている．外面は灰褐色を呈する．質は堅く，切面は平らで，淡灰褐色～灰白色を呈し，光沢がない．

本品は弱い特異なにおいがある．

本品の横切片及び縦切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，道管は孔紋，階紋，網紋又はらせん紋道管である．柔細胞中のでんぷん粒は円形若しくは楕円形の単粒で径2～25μm，又は2～10数個の複粒として認められる．でんぷん粒のへそは明らかである．

確認試験　本品の粉末3gを共栓遠心沈殿管に入れ，ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この上澄液を減圧で蒸発乾固し，残留物をジエチルエーテル1mLに溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩1mgをエタノール(99.5)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(40：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（3）　ブシジエステルアルカロイド(アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン)　本品の粉末約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，水3.0mLを加えてよく振り混ぜた後，アンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，40℃以下で溶媒を減圧留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)10mLを正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ，H_{TA}及びH_{SA}，H_{TJ}及びH_{SJ}，H_{TH}及びH_{SH}，H_{TM}及びH_{SM}を測定する．次式により換算した生薬の乾燥物1gに対し，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき，それぞれ60μg以下，60μg以下，280μg以下及び140μg以下で，更にこれら4成分の総量は450μg以下である．

アコニチン($C_{34}H_{47}NO_{11}$)の量(μg)

$= C_{SA} / M \times H_{TA} / H_{SA} \times 10$

ジェサコニチン($C_{35}H_{49}NO_{12}$)の量(μg)

$= C_{SJ} / M \times H_{TJ} / H_{SJ} \times 10$

ヒパコニチン($C_{33}H_{45}NO_{10}$)の量(μg)

$= C_{SH} / M \times H_{TH} / H_{SH} \times 10$

メサコニチン($C_{33}H_{45}NO_{11}$)の量(μg)

$= C_{SM} / M \times H_{TM} / H_{SM} \times 10$

C_{SA}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度(μg/mL)

C_{SJ}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度(μg/mL)

C_{SH}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度(μg/mL)

C_{SM}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度(μg/mL)

M：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは231nm，ジェサコニチンは254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)

流量：メサコニチンの保持時間が約31分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を254nmとし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1mLをとり，ブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて10mLとする．この液20μLにつき，検出器の測定波長を231nmとし，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈5.01〉　15.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉

ブシ1　4.0%以下.

ブシ2　12.0%以下.

ブシ3　19.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.9%以下.

定量法　本品の粉末約2gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液1.6mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，アンモニア試液0.8mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を3回行う．全抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物をエタノール(99.5)5mLに溶かし，新たに煮沸し冷却した水30mLを加え，0.01mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の緑色が青緑色を経て，灰青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/L塩酸1mL

＝6.037mg総アルカロイド[ベンゾイルアコニン($C_{32}H_{45}NO_{10}$)として]

貯法　容器　密閉容器.

ブシ末

Powdered Processed Aconite Root

PROCESSI ACONITI RADIX PULVERATA

加工ブシ末

本品は(1)1又は2の加工法により製した「ブシ」を粉末としたもの，又は(2)ハナトリカブト*Aconitum carmichaeli* Debeaux又はオクトリカブト*Aconitum japonicum* Thunberg（*Ranunculaceae*)の塊根を1の加工法で製した後粉末としたもの，又は(2)に「トウモロコシデンプン」又は「乳糖水和物」を加えたものである．

1　高圧蒸気処理により加工する．

2　食塩，岩塩又は塩化カルシウムの水溶液に浸せきした後，加熱又は高圧蒸気処理により加工する．

1及び2の加工法により製したものを，それぞれブシ末1及びブシ末2とする．

ブシ末1及びブシ末2は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，それぞれ総アルカロイド[ベンゾイルアコニン($C_{32}H_{45}NO_{10}$：603.70)として]0.4～1.2%及び0.1～0.3%を含む．

本品はその加工法を表示する．

生薬の性状

ブシ末1　本品は淡褐色を呈し，特異なにおいがある．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，糊化したでんぷん塊又はでんぷん粒及びこれらを含む柔組織片，赤褐色の擬上皮，孔紋，階紋，網紋及びらせん紋道管の破片を認める．また，四角形～楕円状四角形，径30～150μm，長さ100～250μm，細胞壁の厚さ6～12μmの厚壁細胞も認められる．ハナトリカブト又はオクトリカブト由来のでんぷん粒は円形又は楕円形で，径2～25μmの単粒又は2～10数個の複粒からなり，へそは明らかである．

ブシ末2　本品は淡黄白色を呈し，特異なにおいがある．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，糊化したでんぷん塊及びこれらを含む柔組織片，赤褐色の擬上皮，孔紋，階紋，網紋及びらせん紋道管の破片を認める．また，四角形～楕円状四角形，径30～150μm，長さ100～250μm，細胞壁の厚さ6～12μmの厚壁細胞も認められる．

確認試験　本品3gを共栓遠心沈殿管に入れ，ジエチルエーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この上澄液を減圧で蒸発乾固し，残留物をジエチルエーテル1mLに溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩1mgをエタノール(99.5)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)

／アンモニア水(28)混液(40：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） ブシジエステルアルカロイド(アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン) 本品約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，水3.0mLを加えてよく振り混ぜた後，アンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はアンモニア試液1.0mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ40℃以下で溶媒を減圧留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)10mLを正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ，H_{TA}及びH_{SA}，H_{TJ}及びH_{SJ}，H_{TH}及びH_{SH}，H_{TM}及びH_{SM}を測定する．次式により換算した生薬の乾燥物1gに対し，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき，それぞれ55μg以下，40μg以下，55μg以下及び120μg以下で，更にこれら4成分の総量は230μg以下である．

アコニチン($C_{34}H_{47}NO_{11}$)の量(μg)

$= C_{SA} / M \times H_{TA} / H_{SA} \times 10$

ジェサコニチン($C_{35}H_{49}NO_{12}$)の量(μg)

$= C_{SJ} / M \times H_{TJ} / H_{SJ} \times 10$

ヒパコニチン($C_{33}H_{45}NO_{10}$)の量(μg)

$= C_{SH} / M \times H_{TH} / H_{SH} \times 10$

メサコニチン($C_{33}H_{45}NO_{11}$)の量(μg)

$= C_{SM} / M \times H_{TM} / H_{SM} \times 10$

C_{SA}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度(μg/mL)

C_{SJ}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度(μg/mL)

C_{SH}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度(μg/mL)

C_{SM}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度(μg/mL)

M：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは231nm，ジェサコニチンは254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液／テトラヒドロフラン混液(183：17)

流量：メサコニチンの保持時間が約31分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液20μLにつき，検出器の測定波長を254nmとし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液1mLをとり，ブシ用リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)を加えて10mLとする．この液20μLにつき，検出器の測定波長を231nmとし，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈5.01〉 11.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉

ブシ末1 4.0%以下.

ブシ末2 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.7%以下.

定量法 本品約2gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液1.6mL及びジエチルエーテル20mLを加えて30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，アンモニア試液0.8mL及びジエチルエーテル20mLを用いて，更にこの操作を3回行う．全抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物をエタノール(99.5)5mLに溶かし，新たに煮沸し冷却した水30mLを加え，0.01mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の緑色が青緑色を経て，灰青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/L塩酸1mL

＝6.037mg総アルカロイド[ベンゾイルアコニン($C_{32}H_{45}NO_{10}$)として]

貯法 容器 密閉容器.

ベラドンナコン

Belladonna Root

BELLADONNAE RADIX

ベラドンナ根

本品は*Atropa belladonna* Linné (*Solanaceae*)の根である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$：289.37)0.4%以上を含む．

生薬の性状 本品は円柱形を呈し，通例，長さ10～30cm，径0.5～4cm，しばしば横切又は縦割されている．外面は灰褐

色～灰黄褐色を呈し，縦じわがある．周皮はしばしば除いてある．折面は淡黄色～淡黄褐色を呈し，粉性である．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦い．

確認試験　本品の粉末2.0gを共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液30mLを加え，5分間超音波を照射した後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗にとり，酢酸エチル40mLを加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水／アンモニア水(28)混液(90：7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で10分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは標準溶液から得た黄赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　茎及び根頭部　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，残茎及び根頭部10.0%以上を含まない．

（2）　異物〈5.01〉　本品は茎及び根頭部以外の異物2.0%以上を含まない．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　4.0%以下．

定量法　本品の粉末を60℃で8時間乾燥し，その約0.7gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて潤す．これにジエチルエーテル25mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．残留物はジエチルエーテル25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相5mLに溶かし，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとする．この液を孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に25mLとし，標準原液とする．標準原液5mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン(アトロピン)のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 0.8551$

M_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液(1→2500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水900mLに溶かし，トリエチルアミン10mLを加え，リン酸でpH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとした液／アセトニトリル混液(9：1)

流量：アトロピンの保持時間が約14分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アトロピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

貯法　容器　密閉容器．

ベラドンナエキス

Belladonna Extract

本品は定量するとき，ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$：289.37)0.85～1.05%を含む．

製法　「ベラドンナコン」の粗末1000gをとり，35vol%エタノール4000mLを加え，3日間冷浸後，圧搾し，その残留物に35vol%エタノール2000mLを注ぎ，更に2日間冷浸した後，前後の浸液を合わせ，2日間放置した後，ろ過し，以下エキス剤の製法により軟エキスとする．ただし，35vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状　本品は暗褐色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品0.5gにアンモニア試液30mLを加えてかき混ぜた後，分液漏斗に移し，酢酸エチル40mLを加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．以下「ベラドンナコン」の確認試験を準用する．

純度試験　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル25mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相5mLに溶かし，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に25mLとする．以下「ベラドンナコン」の定量法を準用する．

ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 0.8551$

M_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量

(mg)

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液(1→2500)

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

ヘンズ

Dolichos Seed

DOLICHI SEMEN

扁豆

本品はフジマメ*Dolichos lablab* Linné (*Leguminosae*)の種子である．

生薬の性状　本品は偏楕円形～偏卵円形を呈し，長さ9～14mm，幅6～10mm，厚さ4～7mmである．外面は淡黄白色～淡黄色を呈し，平滑でややつやがある．一辺に隆起する白色の半月形の種枕がある．質は堅い．

本品はにおいがほとんどなく，わずかに甘味と酸味がある．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，種皮の最外層はクチクラで覆われた1細胞層のさく状の表皮細胞からなる．表皮下は1細胞層の砂時計状の厚壁化した細胞からなり，その内側に柔組織があり，その最内部は退廃化する．種皮の内側には子葉がある．子葉の最外層は1細胞層の表皮細胞がとりまき，その内部は主として柔組織からなり，アリューロン粒，油滴を含み，でんぷん粒を認めることがある．

確認試験　本品の粉末3gにメタノール30mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．メタノールを留去し，残留物に水30mL及び酢酸エチル50mLを加えて振り混ぜる．上層をとり，無水硫酸ナトリウム10gを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，酢酸エチルを留去し，残留物に酢酸エチル1mLを加え，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(100：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値約0.4付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　4.5%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　9.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

ボウイ

Sinomenium Stem and Rhizome

SINOMENI CAULIS ET RHIZOMA

防巳

本品はオオツヅラフジ*Sinomenium acutum* Rehder et Wilson (*Menispermaceae*)のつる性の茎及び根茎を，通例，横切したものである．

生薬の性状　本品は円形又は楕円形の切片で，厚さ0.2～0.4cm，径1～4.5cmである．両切面の皮部は淡褐色～暗褐色を呈し，木部は灰褐色の道管部と暗褐色の放射組織とが交互に放射状に配列する．側面は暗灰色で，縦みぞといぼ状突起がある．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦い．

本品の横切面を鏡検〈*5.01*〉するとき，一次皮部及び内しょうには著しく膜の厚い石細胞が認められ，道管部では大小の道管がほぼ階段状に配列する．放射組織の細胞はおおむね木化せず，ところどころに著しく膜の厚い大きな石細胞が散在する．一次皮部にはシュウ酸カルシウムの針晶を含み，放射組織中にはでんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．でんぷん粒は単粒で，径は3～10μmである．

確認試験　本品の粉末0.5gに希酢酸10mLを加え，しばしば振り混ぜながら水浴上で2分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液5mLにドラーゲンドルフ試液2滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる．

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ボウコン

Imperata Rhizome

IMPERATAE RHIZOMA

茅根

本品はチガヤ*Imperata cylindrica* Beauvois (*Gramineae*)の細根及びりん片葉をほとんど除いた根茎である．

生薬の性状　本品は細長い円柱形を呈し，径0.3～0.5cm，ときに分枝している．外面は黄白色で，わずかな縦じわ及び2～3cmごとに節がある．折りにくく，折面は繊維性である．横切面は不規則な円形で，皮層の厚さは中心柱の径よりもわずかに薄く，髄の組織はしばしばうつろとなる．横切面をルーペ視するとき，皮層は黄白色で，ところどころに褐色の斑点を認め，中心柱は黄褐色である．

本品はにおいがなく，味は初めなく，後にわずかに甘い．

確認試験　本品の粉末1gにヘキサン20mLを加え，時々振り混ぜながら30分間放置した後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下でヘキサンを留去し，残留物を無水酢酸5mLに溶かし，その0.5mLを試験管にとり，硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈し，上層は青緑色～青紫色を呈する．

純度試験

（1）　細根及びりん片葉　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，細根及びりん片葉3.0%以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は細根及びりん片葉以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.
貯法　容器　密閉容器.

ボウフウ

Saposhnikovia Root and Rhizome
SAPOSHNIKOVIAE RADIX
防風

本品は*Saposhnikovia divaricata* Schischkin（*Umbelliferae*)の根及び根茎である.

生薬の性状　本品は細長い円錐形を呈し，長さ15～20cm，径0.7～1.5cmである．外面は淡褐色で，根茎には密に輪節状の横じわがあり，褐色の毛状になった葉しょうの残基を付けることがあり，根には多数の縦じわ及び細根の跡がある．横切面の皮部は灰褐色で，空げきが多く，木部は黄色である.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い.

確認試験　本品の粉末1gにメタノール5mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(10：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3）　異物〈5.01〉　本品は茎及びその他の異物2.0%以上を含まない.

灰分〈5.01〉　7.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　20.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

ボクソク

Quercus Bark
QUERCUS CORTEX
樸樕

本品はクヌギ*Quercus acutissima* Carruthers，コナラ*Quercus serrata* Murray，ミズナラ*Quercus mongolica* Fischer ex Ledebour var. *crispula* Ohashi又はアベマキ*Quercus variabilis* Blume (*Fagaceae*)の樹皮である.

生薬の性状　本品は板状又は半管状の皮片で，厚さ5～15mm，外面は灰褐色～暗褐色を呈し，内面は褐色～淡褐色を呈する．外面は厚い周皮を付け，縦に粗い裂け目があり，内面には縦の隆起線がある．横切面は褐色～淡褐色を呈し，ところどころに石細胞群による白色の細点を認める.

本品はにおい及び味はほとんどない.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層にはコルク石細胞が散在し，二次皮層には繊維群がほぼ階段状に並び，大きな石細胞群が不規則に配列する．柔組織中にシュウ酸カルシウムの集晶が散在する．石細胞や繊維細胞に隣接してシュウ酸カルシウムの単晶を含む細胞が認められ，縦切片では結晶細胞列となる.

確認試験　本品の粉末2gに酢酸エチル10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，酢酸エチルを除く．残留物にアセトン10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に異なる色の蛍光を発する連続した2個のスポットを認める．更に希硫酸を均等に噴霧し，105℃で加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，これらスポットのうち1個のスポットは蛍光を発する.

乾燥減量〈5.01〉　11.0%以下(6時間).
灰分〈5.01〉　8.5%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5%以下.
貯法　容器　密閉容器.

ボタンピ

Moutan Bark
MOUTAN CORTEX
牡丹皮

本品はボタン*Paeonia suffruticosa* Andrews（*Paeonia moutan* Sims) (*Paeoniaceae*)の根皮である.

本品は定量するとき，ペオノール1.0%以上を含む.

生薬の性状　本品は管状～半管状の皮片で，厚さ約0.5cm，長さ5～8cm，径0.8～1.5cmである．外面は暗褐色～帯紫褐色で，横に長い小楕円形の側根の跡と縦じわがあり，内面は淡灰褐色～帯紫褐色を呈し，平らである．折面はきめが粗い．内面及び折面にはしばしば白色の結晶を付着する.

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに辛くて苦い.

確認試験　本品の粉末2.0gにヘキサン10mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射

するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 木部　本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，木部5.0%以上を含まない．

（2） 重金属〈1.07〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（3） ヒ素〈1.11〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（4） 異物〈5.01〉　本品は木部以外の異物1.0%以上を含まない．

（5） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下．

定量法　本品の粉末約0.3gを精密に量り，メタノール40mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール40mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ペオノールをデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のペオノールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオノールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ペオノールの秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(65：35：2)

流量：ペオノールの保持時間が約14分になるように調整する．

カラムの選定：定量用ペオノール1mg，パラオキシ安息香酸ブチル5mgをメタノールに溶かして25mLとする．この液10μLにつき上記の条件で操作するとき，ペオノール，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度が2以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ペオノールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ボタンピ末

Powdered Moutan Bark

MOUTAN CORTEX PULVERATUS

牡丹皮末

本品は「ボタンピ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，ペオノール0.7%以上を含む．

生薬の性状　本品は淡灰黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに辛くて苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔組織の破片，タンニンを含むコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，放射組織の破片，師部柔組織の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む柔組織の破片を認める．でんぷん粒は単粒及び2～10数個の複粒で，単粒の径は10～25μm，シュウ酸カルシウムの集晶は径20～30μmである．

確認試験

（1） 本品2.0gにヘキサン10mLを加え，3分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい．

（2） (1)の試料溶液1mLをとり，ヘキサンを留去し，残留物をエタノール(95)50mLに溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228nm，274nm及び313nm付近に吸収の極大を示す．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈1.11〉　本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） 異物　本品を鏡検〈5.01〉するとき，通例，道管その他の厚膜細胞を認めない．

（4） 総BHCの量及び総DDTの量〈5.01〉　各々0.2ppm以下．

灰分〈5.01〉　6.0%以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0%以下．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，メタノール40mLを加え，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール40mLを加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ペオノールをデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で1時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mL

とする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のペオノールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ペオノールの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ペオノールの秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(65：35：2)

流量：ペオノールの保持時間が約14分になるように調整する．

カラムの選定：定量用ペオノール1mg，パラオキシ安息香酸ブチル5mgをメタノールに溶かして25mLとする．この液10μLにつき上記の条件で操作するとき，ペオノール，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度が2以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，ペオノールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

補中益気湯エキス

Hochuekkito Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ヘスペリジン16～64mg，サイコサポニンb_2 0.3～1.2mg(サイコ1gの処方)，0.6～2.4mg(サイコ2gの処方)及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)12～36mgを含む．

製法

	1)	2)	3)	4)	5)	6)
ニンジン	4g	4g	4g	4g	4g	4g
ビャクジュツ	4g	―	4g	―	4g	4g
ソウジュツ	―	4g	―	4g	―	―
オウギ	4g	4g	4g	4g	3g	4g
トウキ	3g	3g	3g	3g	3g	3g
チンピ	2g	2g	2g	2g	2g	2g
タイソウ	2g	2g	2g	2g	2g	2g
サイコ	2g	2g	1g	1g	2g	1g
カンゾウ	1.5g	1.5g	1.5g	1.5g	1.5g	1.5g
ショウキョウ	0.5g	0.5g	0.5g	0.5g	0.5g	―
カンキョウ	―	―	―	―	―	0.5g
ショウマ	1g	1g	0.5g	0.5g	1g	0.5g

1)～6)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，わずかにおいがあり，味は甘く，苦い．

確認試験

（1）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール50mLを加えて振り混ぜる．1－ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール3mLを加えて試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン)．

（2）（ビャクジュツ配合処方）　乾燥エキス3.0g(軟エキスは9.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル50mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1－ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ)．

（3）（ソウジュツ配合処方）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加え振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とし，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ)．

（4）　乾燥エキス3.0g(軟エキスは9.0g)をとり，水酸化カリウム・メタノール溶液(1→50)40mLを加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取し，減圧で溶媒を留去する．残留物に水30mL及びジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後，水層を分取し，1－ブタノール20mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール層を分取する．1－ブタノール層に水20mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィ

ー用アストラガロシドⅣ 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(60：30：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(オウギ).

（５） 乾燥エキス3.0g(軟エキスは9.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル50mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*Z*)－リグスチリド1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(トウキ).

（６） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール50mLを加えて振り混ぜる．1－ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール3mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液2μL及び標準溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／酢酸(100)混液(10：6：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい(チンピ).

（７） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール50mLを加えて振り混ぜる．1－ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール3mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2 1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい(サイコ).

（８） 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール50mLを加えて振り混ぜる．1－ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール3mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをとり，メタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（９） (ショウキョウ配合処方) 乾燥エキス3.0g(軟エキスは9.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル50mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル1mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

(10) (カンキョウ配合処方) 乾燥エキス10g(軟エキスは30g)をとり，300mLの硬質ガラスフラスコに入れ，水100mL及びシリコーン樹脂1mLを加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，ヘキサン2mLを加える．1時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ショーガオール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液60μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンキョウ).

(11) 乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水30mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール50mLを加えて振り混ぜる．1－ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール3mLを加えて試料溶液とする．薄層クロマトグラフィー用3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液を

標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水混液(20：12：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウマ).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　11.5％以下(1g，105℃，5時間).

軟エキス　66.7％以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対し9.0％以下.

定量法

（1）　ヘスペリジン　乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたテトラヒドロフラン(1→4)50mLを正確に加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ヘスペリジンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたテトラヒドロフラン(1→4)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ヘスペリジンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(82：18：1)

流量：毎分1.0mL(ヘスペリジンの保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能：定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン1mgを薄めたメタノール(1→2)に溶かして100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナリンギン，ヘスペリジンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5％以下である．

（2）　サイコサポニンb_2　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用サイコサポニンb_2をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノール50mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のサイコサポニンb_2のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

サイコサポニンb_2の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サイコサポニンb_2の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(5：3)

流量：毎分1.0mL(サイコサポニンb_2の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニンb_2のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サイコサポニンb_2のピーク面積の相対標準偏差は1.5％以下である．

（3）　グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法 容器 気密容器．

ホミカ

Nux Vomica

STRYCHNI SEMEN

本品は*Strychnos nux-vomica* Linné (*Loganiaceae*)の種子である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41)1.07%以上を含む．

生薬の性状 本品は円板状で，しばしばわずかに屈曲し，径1～3cm，厚さ0.3～0.5cmである．外面は淡灰黄緑色～淡灰褐色を呈し，中央部から周辺に向かう光沢のある伏毛で密に覆われる．両面の周辺及び中央部はやや隆起し，周辺の一点には点状の珠孔があり，片面の中心点との間に，しばしば隆起した線を現す．質は極めて堅い．水に浸して割ると，種皮は薄く，内部は淡灰黄色で角質の内乳2枚からなり，中央部は狭い空間となっている．内乳の内面の一端に，長さ約0.7cmの白色の胚がある．

本品はにおいがなく，味は極めて苦く，残留性である．

確認試験

（1） 本品の粉末3gにアンモニア試液3mL及びクロロホルム20mLを加え，時々振り混ぜながら30分間冷浸した後，ろ過し，ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する．これに薄めた硫酸(1→10)5mLを加え，よく振り混ぜながら，クロロホルムのにおいがなくなるまで水浴上で加温した後に放冷し，脱脂綿を用いてろ過し，ろ液1mLに硝酸2mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） (1)の残りのろ液に二クロム酸カリウム試液1mLを加え，1時間放置するとき，黄赤色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水1mLで洗い，その一部をとり小試験管に入れ，水1mLを加え，加温して溶かし，冷後，硫酸5滴を器壁に沿って注意して滴加するとき，硫酸層は紫色となり，直ちに赤色～赤褐色に変わる．

灰分 〈5.01〉 3.0%以下．

定量法 本品の粉末を60℃で8時間乾燥し，その約1gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア水(28)1mLを加えて潤す．これにジエチルエーテル20mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はジエチルエーテル20mLずつを用いて，更にこの操作を3回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相10mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に100mLとする．この液を孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ストリキニーネ硝酸塩(別途乾燥減量を測定しておく)約75mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するストリキニーネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを測定する．

ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 0.8415$

M_S：乾燥物に換算した定量用ストリキニーネ硝酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 バルビタールナトリウムの移動相溶液(1→500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水に溶かし1000mLとした液／アセトニトリル／トリエチルアミン混液(45：5：1)をリン酸でpH3.0に調整する．

流量：ストリキニーネの保持時間が約17分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ストリキニーネの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法 容器 密閉容器．

ホミカエキス

Nux Vomica Extract

本品は定量するとき，ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41)6.15～6.81%を含む．

製法 「ホミカ」の粗末1000gをとり，ヘキサンで脱脂した後，「エタノール」750mL，「酢酸」10mL，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」240mLの混液を第1浸出剤とし，70vol%エタノールを第2浸出剤として，パーコレーション法により浸出し，全浸液を合わせ，以下エキス剤の製法により乾燥エキスとして製する．ただし，70vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状 本品は黄褐色～褐色の粉末で，弱いにおいがあり，味は極めて苦い．

確認試験 本品約0.5gにアンモニア試液0.5mL及びクロロホルム10mLを加え，時々振り混ぜて抽出し，クロロホルム抽出

液をろ過し，ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する．以下「ホミカ」の確認試験を準用する．

純度試験　重金属〈1.07〉　本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

定量法　本品約0.2gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル20mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル20mLずつを用いて，更にこの操作を3回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテル層を留去する．残留物を移動相10mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に100mLとする．以下「ホミカ」の定量法を準用する．

ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 0.8415$

M_S：乾燥物に換算した定量用ストリキニーネ硝酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　バルビタールナトリウムの移動相溶液(1→500)

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器.

ホミカエキス散

Nux Vomica Extract Powder

本品は定量するとき，ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41)0.61～0.68%を含む.

製法

ホミカエキス	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

「ホミカエキス」をとり，「精製水」又は「精製水(容器入り)」100mLを加え，加温しながらかき混ぜて軟化し，冷後，デンプン，「乳糖水和物」又はこれらの混合物800gを少量ずつ加えてよく混和し，なるべく低温で乾燥し，更にその適量を加えて均質とし，粉末として製する．

性状　本品は黄褐色～灰褐色の粉末で，わずかに弱いにおいがあり，味は苦い.

確認試験

（1）　本品3gをとり，アンモニア試液3mL及びクロロホルム20mLを加え，時々振り混ぜながら30分間冷浸した後，ろ過し，ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する．これに薄めた硫酸(1→10)5mLを加え，よく振り混ぜながら，クロロホルムのにおいがなくなるまで水浴上で加温した後に放冷し，脱脂綿を用いてろ過し，ろ液1mLに硝酸2mLを加えるとき，液は赤色を呈する.

（2）　(1)の残りのろ液に二クロム酸カリウム試液1mLを加え，1時間放置するとき，黄赤色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水1mLで洗い，その一部をとり小試験管に入れ，水1mLを加え，加温して溶かし，冷後，硫酸5滴を器壁に沿って注意して滴加するとき，硫酸層は紫色となり，直ちに赤色～赤褐色に変わる.

定量法　本品約2gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル20mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル20mLずつを用いて，更にこの操作を3回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相10mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に100mLとする．この液を孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ストリキニーネ硝酸塩(別途乾燥減量を測定しておく)約75mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するストリキニーネのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを測定する.

ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 0.8415$

M_S：乾燥物に換算した定量用ストリキニーネ硝酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　バルビタールナトリウムの移動相溶液(1→500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：室温

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水に溶かし1000mLとした液／アセトニトリル／トリエチルアミン混液(45：5：1)をリン酸でpH3.0に調整する.

流量：ストリキニーネの保持時間が約17分になるように調整する.

カラムの選定：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ストリキニーネの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる.

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器.

ホミカチンキ

Nux Vomica Tincture

本品は定量するとき，ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41)0.097～0.116w/v%を含む.

製法

ホミカ，粗末	100g
70vol%エタノール	適量
全量	1000mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，70vol%エタノールの代わりに「エタノール」，及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

性状 本品は黄褐色の液で，味は極めて苦い．

比重 d_{20}^{20}：約0.90

確認試験 本品20mLを水浴上で加温してエタノールを除き，冷後，分液漏斗に入れ，アンモニア試液2mL及びクロロホルム20mLを加え，2～3分間よく振り混ぜた後，クロロホルム層を脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を水浴上で加温し，クロロホルムの大部分を留去する．以下「ホミカ」の確認試験を準用する．

アルコール数〈*1.01*〉 6.7以上(第2法).

定量法 本品3mLを正確に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液10mL及びジエチルエーテル20mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル20mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相10mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に50mLとする．この液を孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めの液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ストリキニーネ硝酸塩(別途乾燥減量を測定しておく)約75mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「ホミカ」の定量法を準用する．

ストリキニーネ($C_{21}H_{22}N_2O_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/20 \times 0.8415$

M_S：乾燥物に換算した定量用ストリキニーネ硝酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 バルビタールナトリウムの移動相溶液(1→500)

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器.

ボレイ

Oyster Shell

OSTREAE TESTA

牡蛎

本品はカキ*Ostrea gigas* Thunberg (*Ostreidae*)の貝がらである．

生薬の性状 本品は不整に曲がった葉状又は薄い小片に砕いた貝がらで，完全な形のものは長さ6～10cm，幅2～5cm，上下2片からなり，上片は平たん，下片はややくぼんで，その辺縁は共に不整に屈曲して互いにかみ合っている．外面は淡緑灰褐色，内面は乳白色である．

本品はほとんどにおい及び味がない．

確認試験

（1） 本品の小片1gに希塩酸10mLを加え，加熱して溶かすとき，ガスを発生してわずかに淡赤色を帯びる混濁した液となり，透明な薄片状の浮遊物を残す．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） (1)の液はわずかに特異なにおいがあり，これをろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品の粉末1gを赤熱するとき，初めは黒褐色に変わり，特異なにおいを発し，更に赤熱を続けるとき，ほとんど白色となる．

純度試験 バリウム 本品の粉末1gを希塩酸10mLに溶かした液はバリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈しない．

貯法 容器 密閉容器.

ボレイ末

Powdered Oyster Shell

OSTREAE TESTA PULVERATA

牡蛎末

本品は「ボレイ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は帯灰白色を呈し，ほとんどにおい及び味がない．

確認試験

（1） 本品1gに希塩酸10mLを加え，加熱して溶かすとき，ガスを発生してわずかに淡赤色を帯びる混濁した液となる．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） (1)の液はわずかに特異なにおいがあり，これをろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品1gを赤熱するとき，初めは黒褐色に変わり，特異なにおいを発し，更に赤熱を続けるとき，ほとんど白色となる．

純度試験

（1） 水可溶物 本品3.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25mLを蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥後，放冷するとき，残留物の量は15mg以下である．

（2） 酸不溶物 本品5.0gに水100mLを加え，かき混ぜながら酸性を呈するまで塩酸を少量ずつ加え，更に塩酸1mLを追加して煮沸し，冷後，不溶物をろ取し，熱湯で塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉がなくなるまで洗った後，赤熱するとき，残留物の量は25mg以下である．

（3） バリウム 本品1gを希塩酸10mLに溶かした液はバリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0%以下(1g，180℃，4時間).

貯法 容器 気密容器.

マオウ

Ephedra Herb

EPHEDRAE HERBA

麻黄

本品は*Ephedra sinica* Stapf，*Ephedra intermedia* Schrenk et C. A. Meyer又は*Ephedra equisetina* Bunge (*Ephedraceae*)の地上茎である．

本品を乾燥したものは定量するとき，総アルカロイド[エフェドリン($C_{10}H_{15}NO$：165.23)及びプソイドエフェドリン($C_{10}H_{15}NO$：165.23)]0.7%以上を含む．

生薬の性状　本品は細い円柱状～楕円柱状を呈し，径0.1～0.2cm，節間の長さ3～5cm，淡緑色～黄緑色である．外面に多数の平行する縦みぞがあり，節部にはりん片状の葉がある．葉は長さ0.2～0.4cm，淡褐色～褐色で，通例，対生し，その基部は合着して，筒状になっている．茎の横切面をルーペ視するとき，円形～楕円形で，周辺部は灰緑色～黄緑色を呈し，中心部は赤紫色の物質を充満するか又は中空である．節間部を折るとき，折面の周辺部は繊維性で，縦に裂けやすい．

本品はわずかににおいがあり，味は渋くてわずかに苦く，やや麻痺性である．

確認試験　本品の粉末約0.5gにメタノール10mLを加え，2分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(7：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール(95)溶液(1→50)を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するときR_f値0.35付近に赤紫色のスポットを認める．

純度試験

（1）　木質茎　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，本植物の木質茎5.0%以上を含まない．

（2）　異物〈*5.01*〉　本品はトクサ科(*Equisetaceae*)又はイネ科(*Gramineae*)植物の茎又はその他の異物を含まない．

灰分〈*5.01*〉　11.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0%以下．

定量法　本品の中末をデシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥し，その約0.5gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール(1→2)20mLを加え，30分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(1→2)20mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用エフェドリン塩酸塩を105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のエフェドリン及びプソイドエフェドリン(エフェドリンに対する相対保持時間約0.9)のピーク面積A_{TE}及びA_{TP}並びに標準溶液のエフェドリンのピーク面積A_Sを測定する．

総アルカロイド(エフェドリン及びプソイドエフェドリン)の量(mg)

$= M_S \times (A_{TE} + A_{TP}) / A_S \times 1/10 \times 0.819$

M_S：定量用エフェドリン塩酸塩の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4～6mm，長さ15～25cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→128)／アセトニトリル／リン酸混液(640：360：1)

流量：エフェドリンの保持時間が約14分になるように調整する．

カラムの選定：定量用エフェドリン塩酸塩1mg及びアトロピン硫酸塩水和物4mgを薄めたメタノール(1→2)に溶かして100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エフェドリン，アトロピンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

マクリ

Digenea

DIGENEA

海人草

本品はマクリ*Digenea simplex* C. Agardh (*Rhodomelaceae*)の全藻である．

生薬の性状　本品は丸いひも状を呈し，径2～3mm，暗赤紫色～暗灰赤色又は灰褐色である．不規則な二股状に数回分枝し，短い毛のような小枝で覆われる．しばしば石灰藻類や小形の海藻類を付けている．

本品は海藻臭があり，味はわずかに塩辛く不快である．

確認試験　本品5gに水50mLを加え，50～60℃で1時間浸出した後，温時ろ過する．残留物に水50mLを加え，再び50～60℃で1時間浸出した後，温時ろ過する．全ろ液を合わせ，水浴上で蒸発して約25mLとし，試料溶液とする．別にカイニン酸水和物0.05gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの水飽和1－ブタノール溶液(1→500)を均等に噴霧し，90℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは淡黄色を呈し，それらの

R_f値は等しい.

純度試験 異物〈5.01〉 本品は他の藻類など20.0%以上を含まない.

乾燥減量〈5.01〉 22.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 8.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

マシニン

Hemp Fruit

CANNABIS FRUCTUS

火麻仁

麻子仁

本品はアサ*Cannabis sativa* Linné (*Moraceae*)の果実である.

生薬の性状 本品はわずかに偏平な卵球形を呈し，長さ4～5mm，径3～4mm，外面は灰緑色～灰褐色を呈する．一端はややとがり，他の一端には果柄の跡があり，両側には稜線がある．外面はつやがあり，白色の網脈模様がある．果皮はやや堅い．種子はやや緑色を帯び，内部には灰白色の胚乳がある．本品100粒の質量は1.6～2.7gである.

本品はほとんどにおいはないが，かめば香ばしく，味は緩和で油様である.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外果皮は1層の表皮からなり，中果皮は柔組織，色素細胞層，及び短小細胞列からなり，内果皮は1層の放射方向に長い石細胞層からなる．種皮は管状細胞層と海綿状組織からなる．種子の内側には1層の柔細胞からなる周乳と1層～数層の柔細胞からなる内乳がある．胚の大部分は柔組織からなり胚軸の中央及び子葉の各部に維管束が認められる．胚の柔組織にはアリューロン粒及び油滴を含む.

確認試験 本品の粉末0.3gにメタノール3mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル混液(9：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，R_f値0.6付近に濃青紫色のスポットを認める.

純度試験 ほう葉 本品は，異物〈5.01〉に従い試験を行うとき，ほう葉を含まない.

乾燥減量〈5.01〉 9.0%以下(6時間).

灰分〈5.01〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

モクツウ

Akebia Stem

AKEBIAE CAULIS

木通

本品はアケビ*Akebia quinata* Decaisne又はミツバアケビ*Akebia trifoliata* Koidzumi (*Lardizabalaceae*)のつる性の茎を，通例，横切したものである.

生薬の性状 本品は円形又は楕円形の切片で厚さ0.2～0.3cm，径1～3cmである．両切面の皮部は暗灰褐色を呈し，木部は淡褐色の道管部と灰白色の放射組織とが交互に放射状に配列する．髄は淡灰黄色で，明らかである．側面は灰褐色で，円形又は横に長い楕円形の皮目がある.

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかにえぐい.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，主として結晶細胞列を伴う繊維束と石細胞群とからなる輪層が師部の外辺を弧状に囲んでいる．皮部の放射組織は単晶を含む厚膜細胞からなる．形成層付近は明らかで，髄周辺の細胞は極めて厚膜である．木部放射組織及び髄周辺の柔細胞にはシュウ酸カルシウムの単晶及びでんぷん粒を含む．でんぷん粒の径は8μm以下である.

確認試験 本品の粉末0.5gに水10mLを加え，煮沸した後，放冷し，強く振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる.

灰分〈5.01〉 10.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

モッコウ

Saussurea Root

SAUSSUREAE RADIX

木香

本品は*Saussurea lappa* Clarke (*Compositae*)の根である.

生薬の性状 本品はほぼ円柱形を呈し，長さ5～20cm，径1～6cmである．わずかに湾曲するものがあり，ときに縦割されている．根頭のあるものでは上端部は茎の跡がくぼんでいる．外面は黄褐色～灰褐色で，粗い縦じわと細かい網目のしわ及び側根の残基がある．ときに周皮を除いたものもある．質は堅くて充実し，折りにくい．横切面は黄褐色～暗褐色で，形成層付近は暗色を呈する．ルーペ視するとき，放射組織は明らかで，ところどころに大きな裂け目があり，褐色の油室が散在している．老根では中央に髄があり，しばしばうつろになっている.

本品は特異なにおいがあり，味は苦い.

確認試験 本品の粉末0.5gにエタノール(95)10mLを加えて1分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液1mLに塩酸0.5mLを加え，振り混ぜるとき，液は紫色を呈する.

純度試験

（1） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（2） 異物 本品の横断面にヨウ素試液を滴加するとき，青紫色を呈しない.

灰分〈5.01〉 4.0%以下.

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　17.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

ヤクチ

Bitter Cardamon
ALPINIAE FRUCTUS
益智

本品は*Alpinia oxyphylla* Miquel (*Zingiberaceae*)の果実である.

生薬の性状　本品は球形～紡錘形を呈し，長さ1～2cm，径0.7～1cmである．外面は褐色～暗褐色で，多数の縦に連なる小こぶ状の隆起線がある．果皮は厚さ0.3～0.5mmで，種子塊と密着し，はぎにくい．内部は薄い膜によって縦に3室に分かれ，各室には仮種皮によって接合する5～8個の種子がある．種子は不整多角形を呈し，径約3.5mmで褐色～暗褐色である．質は堅い.

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

灰分〈5.01〉　10.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　2.5%以下.
精油含量〈5.01〉　本品の粉末50.0gをとり，試験を行うとき，その量は0.4mL以上である.
貯法　容器　密閉容器.

ヤクモソウ

Leonurus Herb
LEONURI HERBA
益母草

本品はメハジキ*Leonurus japonicus* Houttuyn又は*Leonurus sibiricus* Linné (*Labiatae*)の花期の地上部である.

生薬の性状　本品は茎，葉及び花からなり，通例，横切したもの．茎は方柱形で，径0.2～3cm，黄緑色～緑褐色を呈し，白色の短毛を密生する．髄は白色で断面中央部の多くを占める．質は軽い．葉は対生し，有柄で3全裂～3深裂し，裂片は羽状に裂け，終裂片は線状ひ針形で鋭頭，又は鋭尖頭，上面は淡緑色を呈し，下面は白色の短毛を密生し，灰緑色を呈する．花は輪生し，がくは筒状で上端は針状に5裂し，淡緑色～淡緑褐色，花冠は唇形で淡赤紫色～淡褐色を呈する.

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに苦く，収れん性である.

本品の茎の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，四稜を認め，*Leonurus sibiricus* Linnéの稜は一部がこぶ状に突出する．表皮には，1～3細胞からなる非腺毛，頭部が1～4細胞からなる腺毛及び8細胞からなる腺りんが認められる．稜部では表皮下に厚角組織が発達し，木部繊維の発達が著しい．皮層は数層の柔細胞からなる．維管束は並立維管束で，ほぼ環状に配列する．師部の外側には師部繊維を認める．皮層及び髄中の柔細胞にシュウ酸カルシウムの針晶又は板状晶が認められる.

確認試験　本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水／メタノール混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，直ちに亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f値0.5付近に灰褐色のスポットを認める．このスポットは，風乾するとき，直ちに退色し，後に消失する.

乾燥減量〈5.01〉　12.0%以下.
灰分〈5.01〉　10.0%以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0%以下.
エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　12.0%以上.
貯法　容器　密閉容器.

ユウタン

Bear Bile
FEL URSI
熊胆

本品は*Ursus arctos* Linné 又はその他近縁動物(*Ursidae*)の胆汁を乾燥したものである.

生薬の性状　本品は不定形の小塊からなり，外面は黄褐色～暗黄褐色で，破砕しやすく，破砕面はガラス様のつやがあり，湿潤していない.

本品は胆のう中に入っているが，ときには取り出されている．胆のうは繊維性の強じんな膜質からなり，長さ9～15cm，幅7～9cm，外面は暗褐色を呈し，半透明である.

本品は弱い特異なにおいがあり，味は極めて苦い.

確認試験　本品の粉末0.1gをとり，メタノール5mLを加え水浴中で10分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム10mgをメタノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸(100)／トルエン／水混液(10：10：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及びR_f値が等しい.

純度試験　他の動物胆　確認試験で得た試料溶液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム10mg及び薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末20mgをそれぞれメタノール5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得たスポットは標準溶液(1)から得たグリココール酸のスポットに対応する位置にスポットを認めない．また，標準溶液(2)から得たブタ胆汁末のR_f値0.3付近のスポットに対応する位置に灰褐色～黒色のスポットを認めない.

貯法　容器　密閉容器.

ヨクイニン

Coix Seed

COICIS SEMEN

薏苡仁

本品はハトムギ*Coix lacryma-jobi* Linné var. *mayuen* Stapf (*Gramineae*)の種皮を除いた種子である.

生薬の性状　本品は卵形～広卵形を呈し，長さ約6mm，幅約5mm，両端はややくぼみ，背面は丸くふくれ，腹面の中央には縦に深いみぞがある．背面はほぼ白色，粉質で，腹面のみぞに褐色膜質の果皮及び種皮が付いている．横切面をルーペ視するとき，腹面のくぼみには淡黄色の胚盤がある．質は堅い.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘く，歯間に粘着する.

確認試験　本品の横断面にヨウ素試液を滴加するとき，内乳は暗赤褐色，胚盤は暗灰色を呈する.

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　3.0%以下.

貯法　容器　密閉容器.

ヨクイニン末

Powdered Coix Seed

COICIS SEMEN PULVERATUM

薏苡仁末

本品は「ヨクイニン」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は帯褐灰白色～灰黄白色を呈し，弱いにおいがあり，味はわずかに甘い.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む内乳組織の破片，黄色を帯びた長方形の細胞からなる果皮の表皮細胞を伴った組織の破片，脂肪油並びにアリューロン粒及びでんぷん粒を共存する柔組織の破片を認め，極めて少数のらせん紋道管の破片を認める．でんぷん粒は単粒及び2個の複粒で，単粒はほぼ等径性で鈍多角形，径10～20μm，中央に星形裂隙状のへそがある．アリューロン粒と共存するでんぷん粒は単粒で，球形，径3～7μmである.

確認試験　本品の少量をスライドガラス上にとり，ヨウ素試液を滴加して鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，径10～15μm，ほぼ等径性で鈍多角形の単でんぷん粒及び複でんぷん粒は帯赤褐色を呈し，脂肪油，アリューロン粒と共存して柔細胞中に含まれる小球形のでんぷん粒は青紫色を呈する.

純度試験　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，ケイ酸化した細胞壁を持つ組織の破片，石細胞その他厚膜木化した細胞，網紋道管，階紋道管，孔紋道管，繊維及び毛の破片，ヨウ素試液で青紫色を呈する径10μm以上の大型でんぷん粒を認めない.

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉　3.0%以下.

貯法　容器　気密容器.

六君子湯エキス

Rikkunshito Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29)2.4mg以上，ヘスペリジン16～48mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)8～24mgを含む.

製法

	1)	2)
ニンジン	4g	4g
ビャクジュツ	4g	－
ソウジュツ	－	4g
ブクリョウ	4g	4g
ハンゲ	4g	4g
チンピ	2g	2g
タイソウ	2g	2g
カンゾウ	1g	1g
ショウキョウ	0.5g	0.5g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする.

性状　本品は淡褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，においがあり，味は甘く，苦い.

確認試験

（１）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール5mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液10μL及び標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(7：5：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ニンジン).

（２）　(ビャクジュツ配合処方)　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青

白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ).

（３）（ソウジュツ配合処方）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ).

（４）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液20μL及び標準溶液10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトン／水／酢酸(100)混液(10：6：3：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに，2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR_f値が等しい(チンピ).

（５）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

（６）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液30μL及び標準溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ショウキョウ).

純度試験

（１）　重金属〈1.07〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈1.11〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈2.41〉　乾燥エキス　10.0％以下(1g，105℃，5時間).

軟エキス　66.7％以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈5.01〉　換算した乾燥物に対して9.0％以下.

定量法

（１）　ギンセノシドRb_1　乾燥エキス約2g(軟エキスは乾燥物として約2gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(3→5)30mLを加えて15分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール(3→5)15mLを加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール(3→5)を加えて正確に50mLとする．この液10mLを正確にとり，水酸化ナトリウム試液3mLを加えて30分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加え，水を加えて正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約10mmのクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノールを流し，次に薄めたメタノール(3→10)を流して調整したもの)に入れて流出させる．薄めたメタノール(3→10)2mL，炭酸ナトリウム試液1mL，更に薄めたメタノール(3→10)10mLの順でカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に5mLとし，試料溶液とする．別にギンセノシドRb_1標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシドRb_1のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ギンセノシドRb_1($C_{54}H_{92}O_{23}$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算したギンセノシドRb_1標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：203nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型シリカゲルを充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(4：1)

流量：毎分1.0mL(ギンセノシドRb_1の保持時間約16分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で

操作するとき，ギンセノシドRb_1のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ギンセノシドRb_1のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（2） ヘスペリジン　乾燥エキス約0.1g(軟エキスは乾燥物として約0.1gに対応する量)を精密に量り，薄めたテトラヒドロフラン(1→4)50mLを正確に加えて30分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ヘスペリジンをデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたテトラヒドロフラン(1→4)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ヘスペリジンの量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用ヘスペリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(82：18：1)

流量：毎分1.0mL(ヘスペリジンの保持時間約15分)

システム適合性

システムの性能：定量用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン1mgずつを薄めたメタノール(1→2)に溶かし，100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナリンギン，ヘスペリジンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（3） グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

リュウガンニク

Longan Aril

LONGAN ARILLUS

竜眼肉

本品はリュウガン *Euphoria longana* Lamarck (*Sapindaceae*)の仮種皮である．

生薬の性状　本品は偏圧された楕円体で，長さ1～2cm，幅約1cmである．黄赤褐色～黒褐色を呈し，質は柔らかくて粘性である．本品を水に浸して放置するとき，鐘状を呈し，先端は数裂する．

本品は特異なにおいがあり，味は甘い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，仮種皮の最外層は1層の表皮からなり，その内側には偏圧された柔細胞からなる柔組織があり，最内層はやや厚壁化した表皮からなる．柔組織中には，赤褐色～褐色の内容物及びシュウ酸カルシウムの単晶，不定形の結晶及び砂晶を含む．

確認試験　本品の粗切1gに水10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液3mLにフェーリング試液3mLを加え，水浴中で加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

灰分〈5.01〉　5.0%以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス75.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

リュウコツ

Longgu

FOSSILIA OSSIS MASTODI

竜骨

本品は大型ほ乳動物の化石化した骨で，主として炭酸カルシウムからなる．

本品のうち，エキス剤又は浸剤・煎剤に用いるものについ

ては，その旨を表示する．

生薬の性状　本品は不定形の塊又は破片で，ときには円柱状の塊である．外面は淡灰白色を呈し，ところどころに灰黒色又は黄褐色の斑点を付けるものがある．外側部は質のち密な2～10mmの層からなり，淡褐色を呈する多孔質部を包囲する．質は重くて堅いがややもろく，破砕すると小片及び粉末となる．

本品はにおい及び味がない．なめるとき，舌に強く吸着する．

確認試験

（1）　本品の粉末0.5gを希塩酸10mLに溶かすとき，ガスを発生し，わずかに淡褐色を帯びるやや混濁した液となる．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　(1)で得た混濁液は特異なにおいを発する．この液をろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(3)を呈する．

（3）　本品の粉末0.1gに硝酸5mLを加え，加温して溶かし，七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末2.0gに水5mLを加えて振り混ぜた後，徐々に塩酸6mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水50mLに溶かし，ろ過する．ろ液25mLに希酢酸2mL，アンモニア試液1滴及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸3mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

なお，エキス剤又は浸剤・煎剤に用いる旨を表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする．

本品の粉末20.0gに水80mLを加えて，水浴中で時々振り混ぜながら，液量が約40mLになるまで加熱し，冷後，ろ過する．この液につき，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(0.5ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.20gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(10ppm以下)．

なお，エキス剤又は浸剤・煎剤に用いる旨を表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする．

本品の粉末4.0gを遠心沈殿管にとり，水30mLを加えて，水浴中で時々振り混ぜながら，液量が約15mLになるまで加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液を検液とし，試験を行う(0.5ppm以下)．

貯法　容器　密閉容器．

リュウコツ末

Powdered Longgu

FOSSILIA OSSIS MASTODI PULVERATUM

竜骨末

本品は「リュウコツ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡灰白色～淡灰褐色を呈し，におい及び味はない．

確認試験

（1）　本品0.1gに硝酸5mLを加え，加温して溶かし，七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.5gを希塩酸10mLに溶かすとき，ガスを発生し，わずかに淡褐色を帯びるやや混濁した液となる．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　(2)で得た混濁液は特異なにおいを発する．この液をろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(3)を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gに水5mLを加えて振り混ぜた後，徐々に塩酸6mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水50mLに溶かし，ろ過する．ろ液25mLに希酢酸2mL，アンモニア試液1滴及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸3mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(10ppm以下)．

貯法　容器　密閉容器．

リュウタン

Japanese Gentian

GENTIANAE SCABRAE RADIX

竜胆

本品はトウリンドウ*Gentiana scabra* Bunge，*Gentiana manshurica* Kitagawa又は*Gentiana triflora* Pallas (*Gentianaceae*)の根及び根茎である．

生薬の性状　本品は不整円柱状の短い根茎の周囲に多くの細長い根を付けたものである．外面は黄褐色～灰黄褐色を呈する．根は長さ10～15cm，径約0.3cmで，外面に粗い縦じわがあり，その質は柔軟である．折面は平らで，黄褐色を呈する．根茎は長さ約2cm，径約0.7cmで，上端に芽又は短い茎の残基を付ける．

本品は弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，根では幼若なものには表皮，外皮及び数層の一次皮部を残すが，通例，その最外層は数個の娘細胞に分割した特異な細胞からなる内皮で，しばしばこれに内接して1～2層の厚角組織がある．二次皮部はところどころに裂け目があり，不規則に師管を分布し，木部には道管がやや放射状に配列し，木部内師管がある．根茎には大きい髄があり，髄には師管を認めることがある．柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの小さい針晶，板晶若しくは砂晶又は油滴を含み，でんぷん粒は，通例，認めない．

確認試験　本品の粉末0.5gにメタノール10mLを加え，20分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ

ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

灰分〈*5.01*〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

リュウタン末

Powdered Japanese Gentian

GENTIANAE SCABRAE RADIX PULVERATA

竜胆末

本品は「リュウタン」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は灰黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，油滴及び微細な結晶を含む柔細胞の破片，膜がコルク化して娘細胞に分かれた内皮及び外皮の破片，道管の破片を認める．道管は主として網紋道管と階紋道管で，径は20～30μmである．

確認試験 本品0.5gにメタノール10mLを加え，20分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／水混液(8：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

（3） 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，石細胞又は繊維を認めない．また，でんぷん粒は認めないか，又は認めることがあっても，極めてわずかである．

灰分〈*5.01*〉 7.0%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0%以下.

貯法 容器 密閉容器.

リョウキョウ

Alpinia Officinarum Rhizome

ALPINIAE OFFICINARI RHIZOMA

良姜

本品は*Alpinia officinarum* Hance (*Zingiberaceae*)の根茎である．

生薬の性状 本品はやや湾曲した円柱形を呈し，しばしば分枝する．長さ2～8cm，径6～15mmである．外面は赤褐色～暗褐色を呈し，細かい縦じわ及び灰白色の輪節があり，ところどころに細根の跡がある．質は堅くて折りにくい．折面は淡褐色を呈し，繊維性で，皮層部の厚さは中心柱の径とほぼ等しい．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は表皮からなり，表皮細胞にはしばしば樹脂様物質を含む．表皮につづき，皮層，内皮，中心柱が認められる．皮層と中心柱は1層の内皮によって区分される．皮層及び中心柱は柔組織からなり，繊維で囲まれた維管束が散在する．柔組織中には褐色の油様物質を含む油細胞が散在し，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を含み，単粒のでんぷん粒は，卵円形，楕円形，又は長卵形でへそは偏在し，径10～40μmである．2～8粒からなる複粒も含まれる．

確認試験 本品の粉末0.5gにアセトン5mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルで調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(12：8：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f値0.4～0.5付近に黄褐色の2つのスポットを認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以下).

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下).

乾燥減量〈*5.01*〉 15.0%以下(6時間).

灰分〈*5.01*〉 7.5%以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5%以下.

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 14.0%以上.

貯法 容器 密閉容器.

苓桂朮甘湯エキス

Ryokeijutsukanto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，(*E*)－ケイ皮酸1～4mg及びグリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93)21～63mgを含む．

製法

	1)	2)
ブクリョウ	6g	6g
ケイヒ	4g	4g
ビャクジュツ	3g	―
ソウジュツ	―	3g
カンゾウ	2g	2g

1)又は2)の処方に従い生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキス又は軟エキスとする．

性状　本品は褐色～黒褐色の粉末又は軟エキスで，においがあり，味は甘く，後に苦い．

確認試験

（１）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(*E*)－ケイ皮酸1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル／ギ酸／水混液(60：40：4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい(ケイヒ).

（２）（ビャクジュツ配合処方）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル25mLを加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル2mLを加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及びR_f値が等しい(ビャクジュツ).

（３）（ソウジュツ配合処方）　乾燥エキス2.0g(軟エキスは6.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，ヘキサン25mLを加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン2mLを加えて試料溶液とし，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液20μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／アセトン混液(7：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，R_f値0.4付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する(ソウジュツ).

（４）　乾燥エキス1.0g(軟エキスは3.0g)をとり，水10mLを加えて振り混ぜた後，1－ブタノール10mLを加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン1mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／水混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及びR_f値が等しい(カンゾウ).

純度試験

（１）　重金属〈*1.07*〉　乾燥エキス1.0g(軟エキスは乾燥物として1.0gに対応する量)をとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下).

（２）　ヒ素〈*1.11*〉　乾燥エキス0.67g(軟エキスは乾燥物として0.67gに対応する量)をとり，第3法に従い検液を調製し，試験を行う(3ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　乾燥エキス　8.5%以下(1g，105℃，5時間).
軟エキス　66.7%以下(1g，105℃，5時間).

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対し8.0%以下.

定量法

（１）　(*E*)－ケイ皮酸　本操作は，遮光した容器を用いて行う．乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用(*E*)－ケイ皮酸をデシケーター(シリカゲル)で24時間以上乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

(*E*)－ケイ皮酸の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用(*E*)－ケイ皮酸の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／リン酸混液(750：250：1)

流量：毎分1.0mL[(*E*)－ケイ皮酸の保持時間約12分]

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，(*E*)－ケイ皮酸のピークの理論段数及

びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，(*E*)－ケイ皮酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（２） グリチルリチン酸　乾燥エキス約0.5g(軟エキスは乾燥物として約0.5gに対応する量)を精密に量り，薄めたメタノール(1→2)50mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約10mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

グリチルリチン酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(31)(1→15)／アセトニトリル混液(13：7)

流量：毎分1.0mL(グリチルリチン酸の保持時間約12分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　気密容器．

レンギョウ

Forsythia Fruit

FORSYTHIAE FRUCTUS

連翹

本品はレンギョウ*Forsythia suspensa* Vahl又はシナレンギョウ*Forsythia viridissima* Lindley (*Oleaceae*)の果実である．

生薬の性状　本品はさく果で，卵円形～長卵円形を呈し，長さ1.5～2.5cm，幅0.5～1cmである．先端はとがり，基部に果柄を残存するものがある．外面は淡褐色～暗褐色で淡灰色の小隆起点が散在し，2本の縦みぞがある．縦みぞに沿って裂開したものは先端がそり返る．裂開した果皮の内面は黄褐色で，中央に隔壁がある．種子は細長い長楕円形で，長さ0.5～0.7cm，通例，翼がある．

本品は弱いにおいがあり，味はない．

確認試験

（１） 本品の粉末0.2gに無水酢酸2mLを加えてよく振り混ぜ，2分間放置した後，ろ過する．ろ液1mLに硫酸0.5mLを穏やかに加えるとき，境界面は赤紫色を呈する．

（２） 本品の粉末1gにメタノール10mLを加え，水浴上で2分間加温した後，ろ過する．ろ液5mLにリボン状のマグネシウム0.1g及び塩酸1mLを加えて放置するとき，液は淡赤色～黄赤色を呈する．

純度試験

（１） 小枝　本品は，異物〈*5.01*〉に従い試験を行うとき，小枝5.0%以上を含まない．

（２） 異物〈*5.01*〉　本品は小枝以外の異物1.0%以上を含まない．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　10.0%以上．

貯法　容器　密閉容器．

レンニク

Nelumbo Seed

NELUMBIS SEMEN

蓮肉

本品はハス*Nelumbo nucifera* Gaertner (*Nymphaeaceae*)の通例，内果皮の付いた種子でときに胚を除いたものである．

生薬の性状　本品は卵形体～楕円体で，一端には乳頭状の突起があり，その周辺はへこんでいる．長さ1.0～1.7cm，幅0.5～1.2cm，外面は淡赤褐色～淡黄褐色を呈し，突起部は暗赤褐色を呈する．内果皮はつやがなく，剥離しにくい．内部は黄白色の胚乳からなり，中央部にある胚は緑色である．

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに甘く，やや油様で，胚は極めて苦い．

本品中央部の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，内果皮は柔組織からなり，ときに脱落して見られないことがある．種皮は表皮と圧縮された柔細胞からなる柔組織で形成され，柔組織中に維管束が散在する．内乳は表皮と柔組織で形成される．残存する内果皮中には，シュウ酸カルシウムの集晶及びタンニン様物質を含み，種皮の柔細胞中にはタンニン様物質を含み，内乳の柔組織中にはでんぷん粒を含む．

確認試験　本品の粉末0.5gに水5mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液0.5mLに1－ナフトールのエタノール(99.5)溶液(1→5)1滴を加え，振り混ぜた後，硫酸1mLを穏やかに加えるとき，液は紫色を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0%以下(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　5.0%以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　14.5%以上．

貯法　容器　密閉容器．

ロジン

Rosin

RESINA PINI

コロホニウム

本品は*Pinus*属諸種植物(*Pinaceae*)の分泌物から精油を除いて得た樹脂である．

生薬の性状　本品は淡黄色～淡褐色，ガラス様透明の砕きやすい塊で，その外面はしばしば黄色の粉末で覆われ，破砕面は貝がら状でつやがある．

本品は弱いにおいがある．

本品は融解しやすく，黄褐色の炎を発して燃える．

本品はエタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品のエタノール(95)溶液は酸性である．

酸価〈*1.13*〉　150～177

灰分〈*5.01*〉　0.1%以下．

貯法　容器　密閉容器．

ロートコン

Scopolia Rhizome

SCOPOLIAE RHIZOMA

本品はハシリドコロ*Scopolia japonica* Maximowicz, *Scopolia carniolica* Jacquin又は*Scopolia parviflora* Nakai (*Solanaceae*)の根茎及び根である．

本品を乾燥したものは定量するとき，総アルカロイド[ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$：289.37)及びスコポラミン($C_{17}H_{21}NO_4$：303.35)]0.29%以上を含む．

生薬の性状　本品は主として不規則に分枝する多少曲がった根茎からなり，長さ約15cm，径3cmに達し，ときには縦割されている．外面は灰褐色でしわがあり，ところどころくびれて分節し，先端にはまれに残茎がある．各節の上面には茎の跡があり，側面及び下面には根又はその残基がある．折面は粒状で灰白色～淡褐色を呈し皮部の色はややうすい．

本品は特異なにおいがあり，味は甘く，後にわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，木部には放射組織間に木部内師管を伴う道管群が階段状に配列する．柔細胞中にはでんぷん粒，ときにシュウ酸カルシウムの砂晶を含む．

確認試験

（1）　本品の粉末1gにジエチルエーテル10mL及びアンモニア試液0.5mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過する．残留物をジエチルエーテル10mLで洗い，ろ液及び洗液を分液漏斗に入れ，薄めた硫酸(1→50)20mLを加え，よく振り混ぜた後，酸抽出液を別の分液漏斗中に分取する．これにアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし，ジエチルエーテル10mLを加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取する．ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ，水浴上で蒸発した後，残留物に発煙硝酸5滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えるとき，液は赤紫色～紫色を呈する．

（2）　本品の粉末2.0gを共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液30mLを加え，5分間超音波を照射した後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗にとり，酢酸エチル40mLを加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品2mg及びスコポラミン臭化水素酸塩標準品1mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水／アンモニア水(28)混液(90：7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で10分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た2個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれの黄赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末3.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.5mLを加える(15ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末0.40gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

灰分〈*5.01*〉　7.0%以下．

定量法　本品の粉末を60℃で8時間乾燥し，その約0.7gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて潤す．これにジエチルエーテル25mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．残留物はジエチルエーテル25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相5mLに溶かし，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとする．この液を孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に25mLとし，標準原液Aとする．また，スコポラミン臭化水素酸塩標準品(別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に25mLとし，標準原液Bとする．標準原液A 5mL及び標準原液B 1mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン(アトロピン)のピーク面積の比Q_{TA}及びQ_{SA}並びにスコポラミンのピーク面積の比Q_{TS}及びQ_{SS}を求め，次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し，それらの合計を総アルカロイドの量とする．

ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$)の量(mg)

$$= M_{SA} \times Q_{TA} / Q_{SA} \times 1/5 \times 0.8551$$

スコポラミン($C_{17}H_{21}NO_4$)の量(mg)
$= M_{SS} \times Q_{TS} / Q_{SS} \times 1/25 \times 0.7894$

M_{SA}：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)
M_{SS}：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液(1→2500)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)
カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水900mLに溶かし，トリエチルアミン10mLを加え，リン酸でpH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとした液／アセトニトリル混液(9：1)
流量：スコポラミンの保持時間が約8分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，アトロピン，内標準物質の順に溶出し，スコポラミンとアトロピンとの分離度は11以上，また，アトロピンと内標準物質との分離度は4以上である．

貯法　容器　密閉容器．

ロートエキス

Scopolia Extract

本品は定量するとき，総アルカロイド[ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$：289.37)及びスコポラミン($C_{17}H_{21}NO_4$：303.35)]0.90～1.09%を含む．

製法　「ロートコン」の粗末をとり，35vol%エタノール，「常水」，「精製水」又は「精製水(容器入り)」を浸出剤として，エキス剤の製法により軟エキスとする．

性状　本品は褐色～暗褐色で，特異なにおいがあり，味は苦い．
本品は水にわずかに混濁して溶ける．

確認試験

（1）　本品4gを水10mLに溶かし，アンモニア試液8mL及びジエチルエーテル80mLを加え，密栓して1時間振り混ぜた後，トラガント末2.5gを加え，再び強く振り混ぜ，5分間放置し，澄明に分離したジエチルエーテル層を分取する．ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ，水浴上で蒸発した後，残留物に発煙硝酸5滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を*N,N*－ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えるとき，液は赤紫色～紫色を呈する．

（2）　本品0.5gにアンモニア試液30mLを加えてかき混ぜた後，分液漏斗に移す．酢酸エチル40mLを加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．以下「ロートコン」の確認試験(2)を準用する．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，エキス剤(4)に従い検液を調製し，試験を行う(30ppm以下)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル25mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相5mLに溶かし，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて25mLとする．以下「ロートコン」の定量法を準用する．

ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$)の量(mg)
$= M_{SA} \times Q_{TA} / Q_{SA} \times 1/5 \times 0.8551$
スコポラミン($C_{17}H_{21}NO_4$)の量(mg)
$= M_{SS} \times Q_{TS} / Q_{SS} \times 1/25 \times 0.7894$

M_{SA}：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)
M_{SS}：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液(1→2500)

貯法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容器　気密容器．

ロートエキス散

Scopolia Extract Powder

本品は定量するとき，総アルカロイド[ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$：289.37)及びスコポラミン($C_{17}H_{21}NO_4$：303.35)]0.085～0.110%を含む．

製法

ロートエキス	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

「ロートエキス」をとり，「精製水」又は「精製水(容器入り)」100mLを加え，加温しながらかき混ぜて軟化し，冷後，デンプン，「乳糖水和物」又はこれらの混合物800gを少量ずつ加えてよく混和し，なるべく低温で乾燥し，更にその適量を追加して均質とし，粉末として製する．

性状　本品は帯褐黄色～灰黄褐色の粉末で，わずかに弱いにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験

（1）　本品20gに水15mL及びアンモニア試液8mLを加え，均等に混和し，ジエチルエーテル100mL及び塩化ナトリウム7gを加え，密栓して1時間振り混ぜた後，トラガント末5gを加えて強く振り混ぜる．5分間放置し，澄明に分離したジ

エチルエーテル液を分取しろ過する．以下「ロートエキス」の確認試験(1)を準用する．

（２）　本品5.0gを共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液30mLを加え，5分間超音波を照射した後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗にとり，酢酸エチル40mLを加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール(95)1mLに溶かし，試料溶液とする．以下「ロートコン」の確認試験(2)を準用する．

定量法　本品約4gを精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液15mLを加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル25mLを加え，密栓して15分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル25mLずつを用いて，更にこの操作を3回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相5mLに溶かし，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に25mLとする．この液を孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液2mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に25mLとし，標準原液Aとする．また，スコポラミン臭化水素酸塩標準品(別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に25mLとし，標準原液Bとする．標準原液A 5mL及び標準原液B 1mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に移動相を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン(アトロピン)のピーク面積の比Q_{TA}及びQ_{SA}並びにスコポラミンのピーク面積の比Q_{TS}及びQ_{SS}を求め，次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し，それらの合計を総アルカロイドの量とする．

ヒヨスチアミン($C_{17}H_{23}NO_3$)の量(mg)

$= M_{SA} \times Q_{TA} / Q_{SA} \times 1/5 \times 0.8551$

スコポラミン($C_{17}H_{21}NO_4$)の量(mg)

$= M_{SS} \times Q_{TS} / Q_{SS} \times 1/25 \times 0.7894$

M_{SA}：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

M_{SS}：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ブルシンの二水和物移動相溶液(1→2500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水900mLに溶かし，トリエチルアミン10mLを加え，リン酸でpH3.5に調整した後，水を加えて1000mLとした液／アセトニトリル混液(9：1)

流量：スコポラミンの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，アトロピン，内標準物質の順に溶出し，スコポラミンとアトロピンとの分離度が11以上，また，アトロピンと内標準物質との分離度が4以上のものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

ロートエキス・アネスタミン散

Scopolia Extract and Ethyl Aminobenzoate Powder

本品は定量するとき，アミノ安息香酸エチル($C_9H_{11}NO_2$：165.19)22.5～27.5%を含む．

製法

ロートエキス	10g
アミノ安息香酸エチル	250g
酸化マグネシウム	150g
炭酸水素ナトリウム	500g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性状　本品はわずかに褐色を帯びた白色の粉末で，味はわずかに苦く，舌を麻痺する．

確認試験

（１）　本品2gにジエチルエーテル20mLを加え，振り混ぜてガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物はジエチルエーテル10mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，蒸発乾固し，残留物につき，次の試験を行う(アミノ安息香酸エチル)．

（ⅰ）　残留物0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（ⅱ）　残留物0.1gに水5mLを加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる．

（ⅲ）　残留物0.05gに酢酸(31)2滴及び硫酸5滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（２）　(1)のジエチルエーテル不溶の残留物に水30mLを加え，静かに振り混ぜ，ろ過して得た液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（３）　(2)の水に不溶の残留物に希塩酸10mLを加えて振り混ぜ，ろ過して得た液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（４）　本品30gを共栓三角フラスコにとり，水100mLを加え，30分間振り混ぜ，直ちにガラスろ過器(G3)を用いて吸引ろ過する．フラスコ中の残留物はろ液を用いてろ過器に移し，ろ過器上の残留物を強く押し付けながら吸引ろ過する．ろ液75mLを300mLのビーカーに入れ，薄めた硫酸(1→3)10mLを注意して加える．この液にブロモクレゾールグリン試液0.2mLを加え，液が緑色から黄緑色に変わるまでよくかき混

ぜながら希硫酸を滴加する．冷後，この液を分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル／ヘキサン混液(1：1)25mLずつで2回よく振り混ぜて洗い，水層を別の分液漏斗にとり，アンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし，直ちにジエチルエーテル30mLを加えてよく振り混ぜる．ジエチルエーテル層は塩化ナトリウム飽和溶液10mLずつで2回洗い，ジエチルエーテル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をエタノール(95)0.2mLに溶かし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品2mg及びスコポラミン臭化水素酸塩標準品1mgをエタノール(95)1mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン／水／アンモニア水(28)混液(90：7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で10分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た2個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれの黄赤色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，ソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテル100mLを加えて1時間抽出する．ジエチルエーテルを水浴上で留去し，残留物を1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，試料溶液とする．別にアミノ安息香酸エチル標準品をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約75mgを精密に量り，1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれに1mol/L塩酸試液10mLを加え，新たに製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→200)1mLを加え，時々振り混ぜながら，5分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液5mLを加え，よく振り混ぜ，10分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液2mLを加え，直ちに混和し，水を加えて正確に50mLとする．この液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，2時間後に紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

アミノ安息香酸エチル($C_9H_{11}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：アミノ安息香酸エチル標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

ロートエキス・カーボン散

Scopolia Extract and Carbon Powder

製法

ロートエキス	5g
薬用炭	550g
天然ケイ酸アルミニウム	345g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性状　本品は黒色の飛散しやすい粉末で，味はない．

貯法　容器　密閉容器．

複方ロートエキス・ジアスターゼ散

Compound Scopolia Extract and Diastase Powder

製法

ロートエキス	8g
ジアスターゼ	200g
沈降炭酸カルシウム	300g
炭酸水素ナトリウム	250g
酸化マグネシウム	100g
ゲンチアナ末	50g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．ただし「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性状　本品は淡黄色の粉末で，味は苦い．

貯法　容器　密閉容器．

ロートエキス・タンニン坐剤

Scopolia Extract and Tannic Acid Suppositories

製法

ロートエキス	0.5g
タンニン酸	1g
カカオ脂又は適当な基剤	適量

以上をとり，坐剤の製法により製し，10個とする．

性状　本品は淡褐色の坐剤である．

確認試験

（１）　本品2個をとり，ジエチルエーテル20mLを加えて10分間振り混ぜて基剤を溶かした後，これに水15mLを加えてよく振り混ぜ，水層を分取し，ろ過する．ろ液にクロロホルム10mLを加えてよく振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，その5mLにアンモニア試液5mLを加えて振り混ぜた後，放置するとき，アンモニア層は青緑色の蛍光を発する．

（２）　(1)のジエチルエーテル抽出後の水層1mLに塩化鉄

(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる(タンニン酸).

貯法　容器　密閉容器.

ロートエキス・パパベリン・アネスタミン散

Scopolia Extract, Papaverine and Ethyl Aminobenzoate Powder

本品は定量するとき，アミノ安息香酸エチル($C_9H_{11}NO_2$：165.19)10.8～13.2%を含む.

製法

ロートエキス	15g
パパベリン塩酸塩	15g
アミノ安息香酸エチル	120g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる.

性状　本品は褐色を帯びた黄色～灰黄褐色の粉末で，味はわずかに苦く，舌を麻痺する.

確認試験

（1）　本品4gにジエチルエーテル20mLを加え，振り混ぜ，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．残留物はジエチルエーテル10mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，蒸発乾固し，残留物につき，次の試験を行う(アミノ安息香酸エチル).

（i）　残留物0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（ii）　残留物0.1gに水5mLを加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる.

（iii）　残留物0.05gに酢酸2滴及び硫酸5滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する.

（2）　(1)のジエチルエーテル不溶の残留物にクロロホルム20mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，残留物は更にクロロホルム10mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，分液漏斗に入れ，0.1mol/L塩酸試液10mLを加え，振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，無水硫酸ナトリウム2gを加えて振り混ぜ，脱脂綿でろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥し，次の試験を行う(パパベリン塩酸塩).

（i）　残留物1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液1滴を加えるとき，液は無色～淡黄緑色を経て赤紫色を呈する.

（ii）　残留物1mgに無水酢酸3mL及び硫酸5滴を加えて溶かし，水浴中で1分間加熱し，紫外線を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する.

（3）　本品20gを共栓三角フラスコにとり，水80mLを加え，15分間振り混ぜ，ガラスろ過器(G3)を用いて吸引ろ過する．ろ液60mLを分液漏斗にとり，1mol/L塩酸試液0.5mLを加え，クロロホルム20mLずつで3回振り混ぜて抽出する．水層にアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし，直ちにジエチルエーテル30mLを加えてよく振り混ぜる．ジエチルエーテル層を塩化ナトリウム飽和溶液10mLずつで2回洗い，ジエチルエーテル層を分取し，無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜ，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をエタノール(95)0.2mLに溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトロピン硫酸塩水和物20mg，スコポラミン臭化水素酸塩水和物10mg及びパパベリン塩酸塩20mgをそれぞれ，エタノール(95)10mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アセトン／アンモニア水(28)混液(73：15：10：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で20分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た3個の黄赤色の主スポットのR_f値は，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい.

定量法　本品約0.6gを精密に量り，ソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテル100mLを加えて1時間抽出する．ジエチルエーテルを水浴上で留去し，残留物を1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，試料溶液とする．別にアミノ安息香酸エチル標準品をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約75mgを精密に量り，1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に250mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれに1mol/L塩酸試液10mLを加え，新たに製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→200)1mLを加え，時々振り混ぜながら，5分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液5mLを加え，よく振り混ぜ，10分間放置した後，*N*,*N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液2mLを加え，直ちに混和し，水を加えて正確に50mLとする．この液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，2時間後に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

アミノ安息香酸エチル($C_9H_{11}NO_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：アミノ安息香酸エチル標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

ローヤルゼリー

Royal Jelly

APILAC

本品はヨーロッパミツバチ*Apis mellifera* Linné又はトウヨウミツバチ*Apis cerana* Fabricius (*Apidae*)の頭部にある

分泌腺から分泌される粘稠性のある液又はそれを乾燥したものである．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸4.0～8.0%を含む．

生薬の性状　本品は乳白色～淡黄色のやや粘稠な液又は粉末で，特異なにおいがあり，収れん性の酸味がある．

確認試験　本品の乾燥物0.2gに対応する量をとり，水5mL，希塩酸1mL及びジエチルエーテル10mLを加えて，15分間振り混ぜ，遠心分離する．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物をメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸2mgをメタノール1mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／アンモニア水(28)混液(7：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及びR_f値が等しい．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の乾燥物1.0gに対応する量をとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の乾燥物0.40gに対応する量をとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*5.01*〉　やや粘稠な液のもの　57.0～77.0%(6時間)，粉末のもの　7.0～13.0%(6時間)．

灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対し，4.0%以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　換算した乾燥物に対し，0.5%以下．

定量法　本品の乾燥物0.2gに対応する量を精密に量り，メタノール20mLを加え，30分間超音波処理して分散させた後，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，水25mL及びメタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，水25mL及びメタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3/4$

M_S：定量用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／液体クロマトグラフィー用メタノール／リン酸混液(550：450：1)

流量：10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸の保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

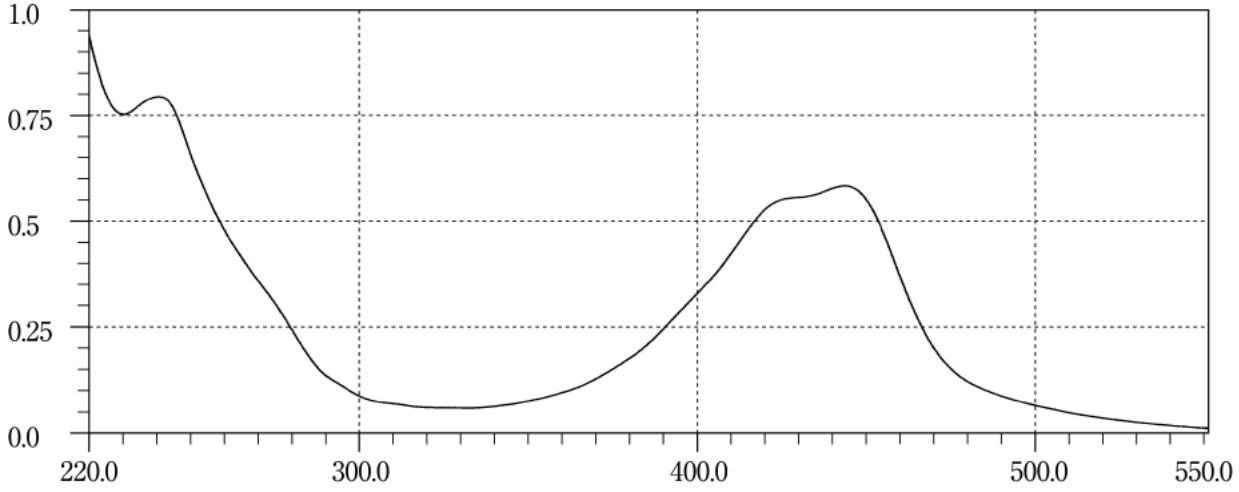
保存条件　10℃以下で保存する．

容器　気密容器．

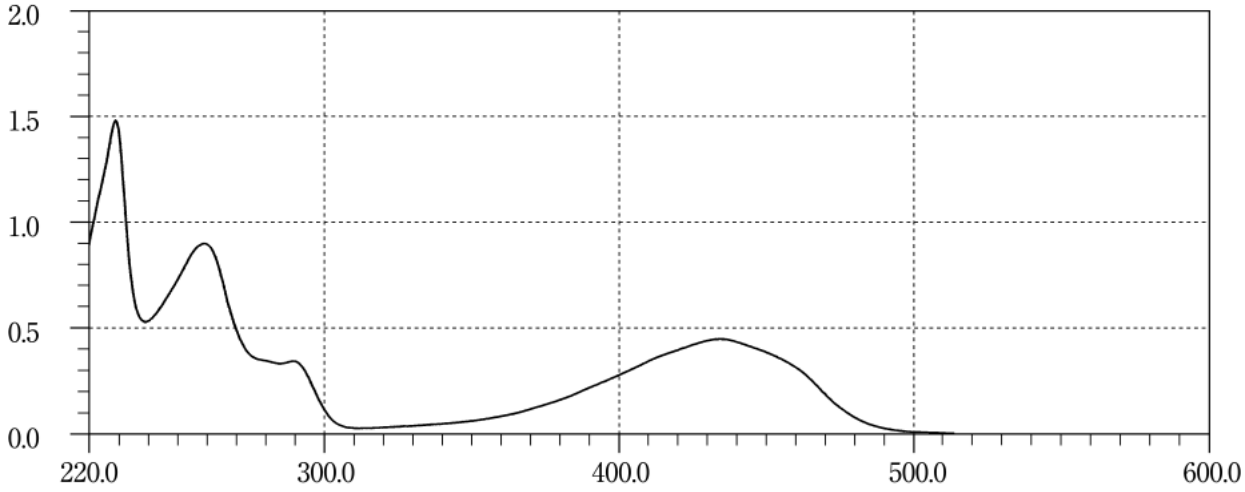
参照紫外可視吸収スペクトル

ここに掲げる参照スペクトルは，複光束方式の分光光度計を用い，医薬品各条に規定する方法により測定を行ったものである．横軸に波長（nm），縦軸に吸光度をとり図示する．

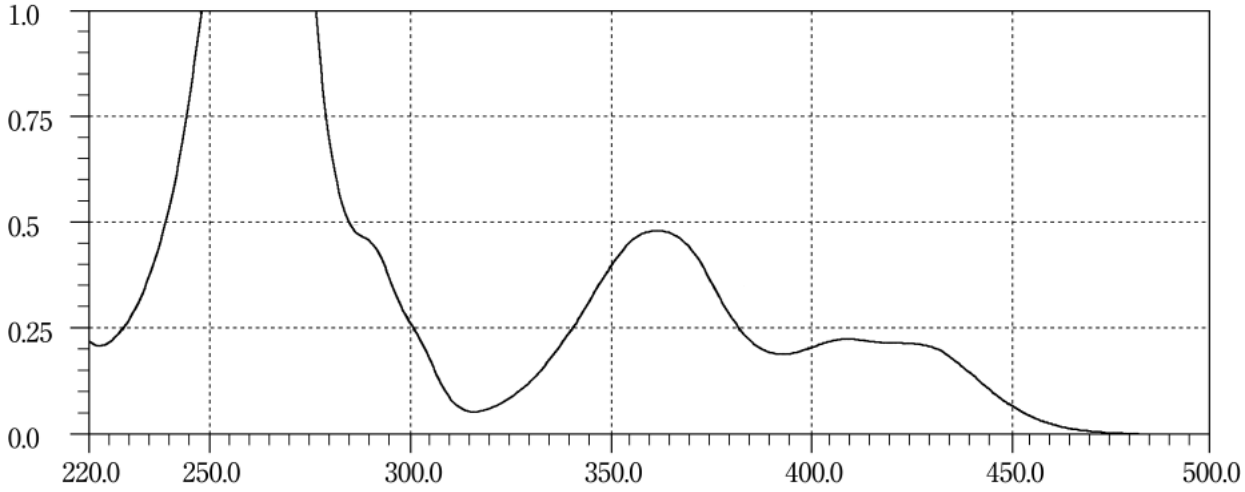
アクチノマイシンD



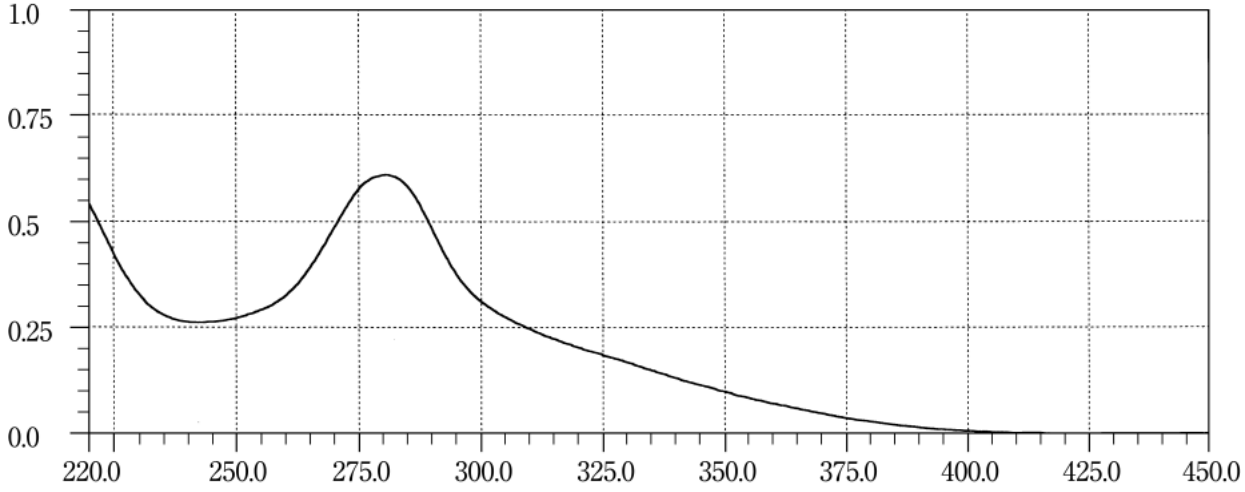
アクラルビシン塩酸塩



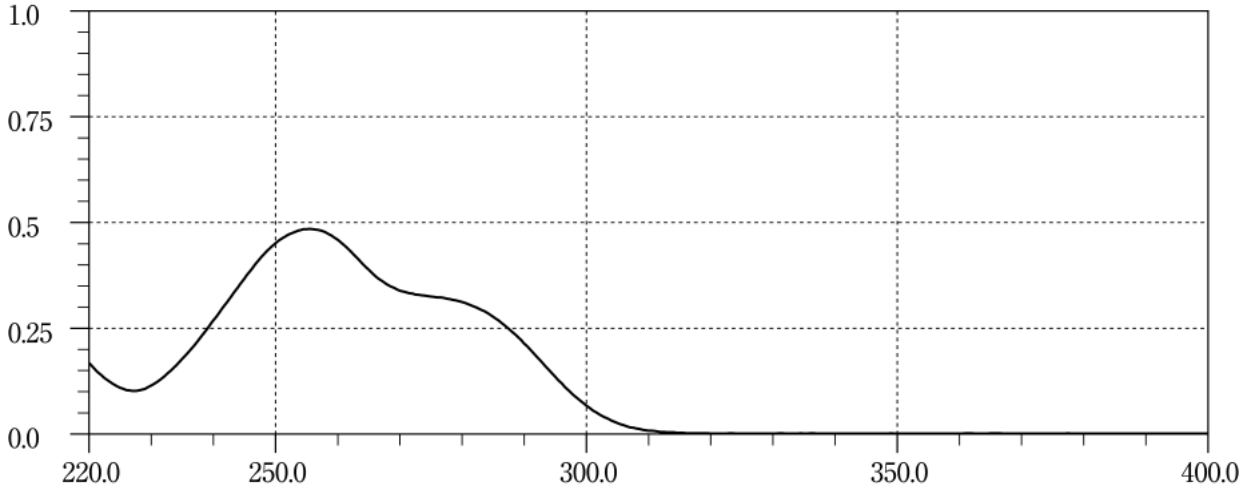
アクリノール水和物



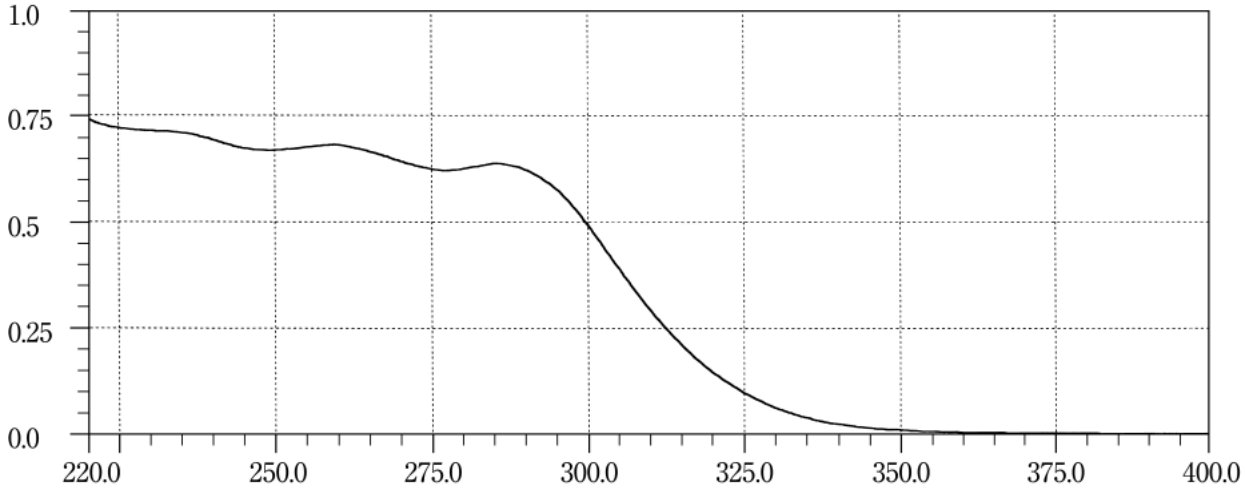
アザチオプリン



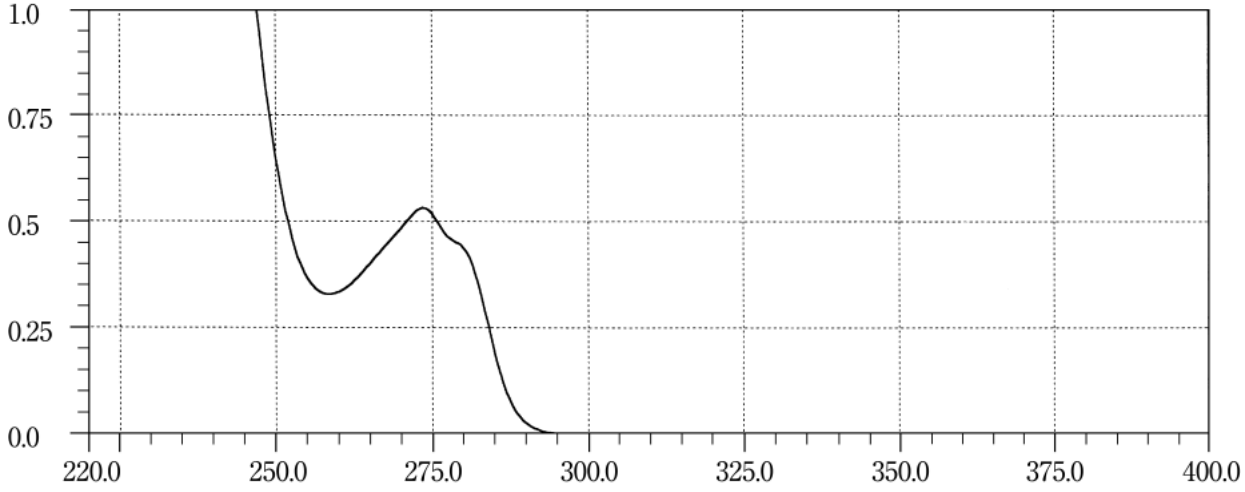
アシクロビル



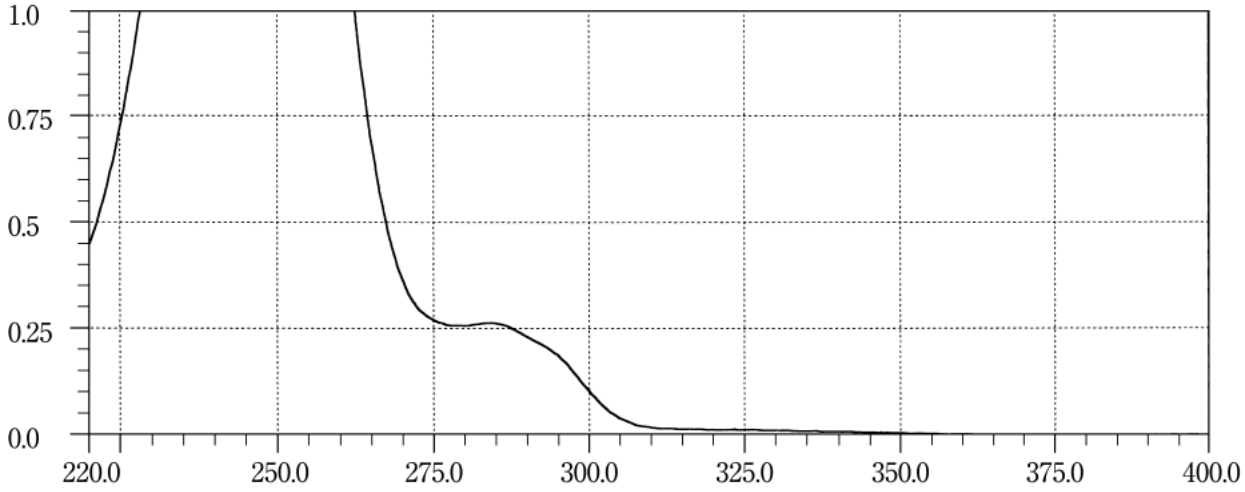
アズトレオナム



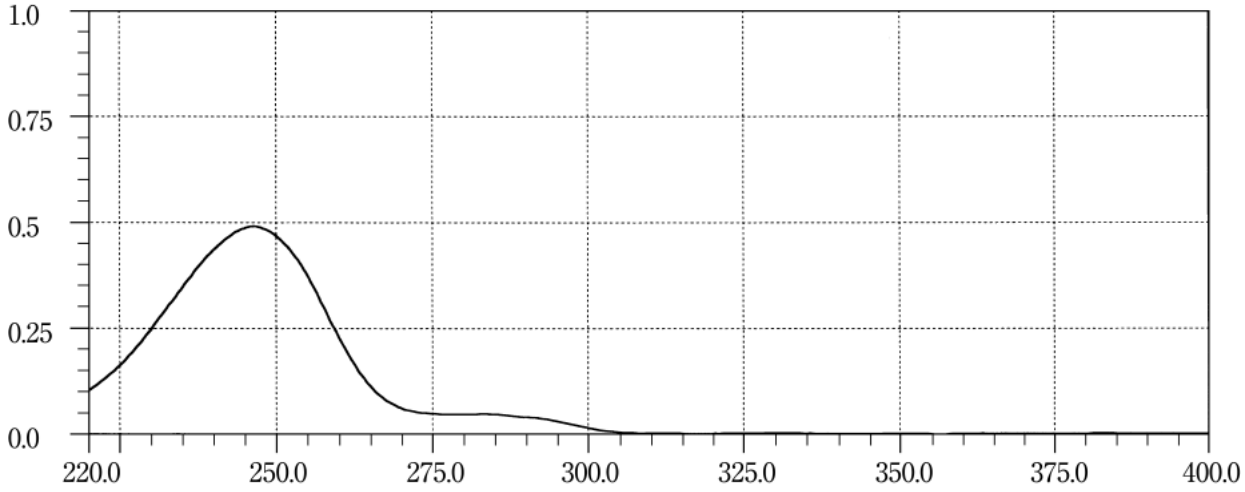
アスポキシシリン水和物



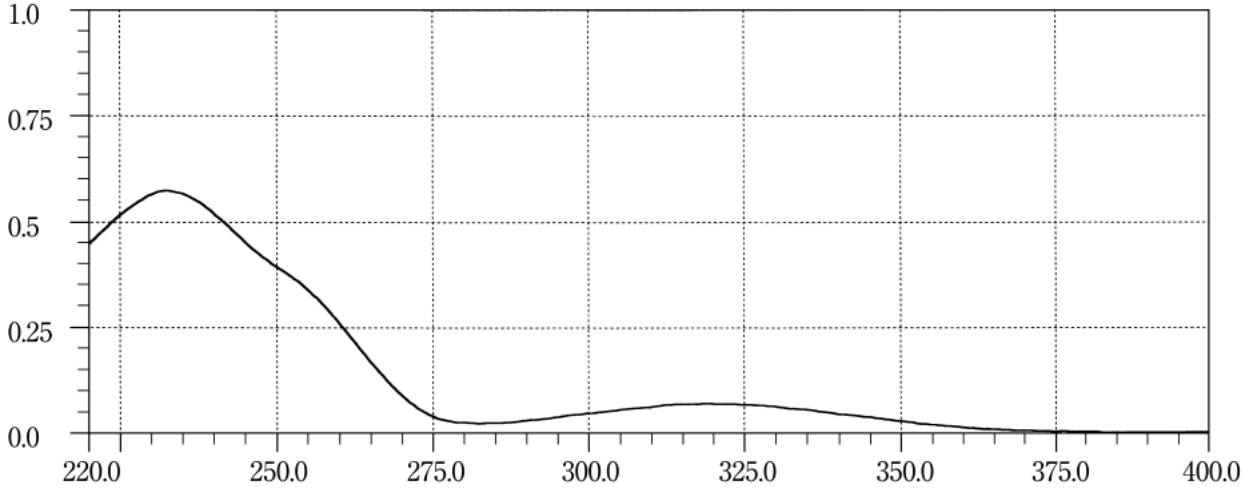
アセトヘキサミド 1



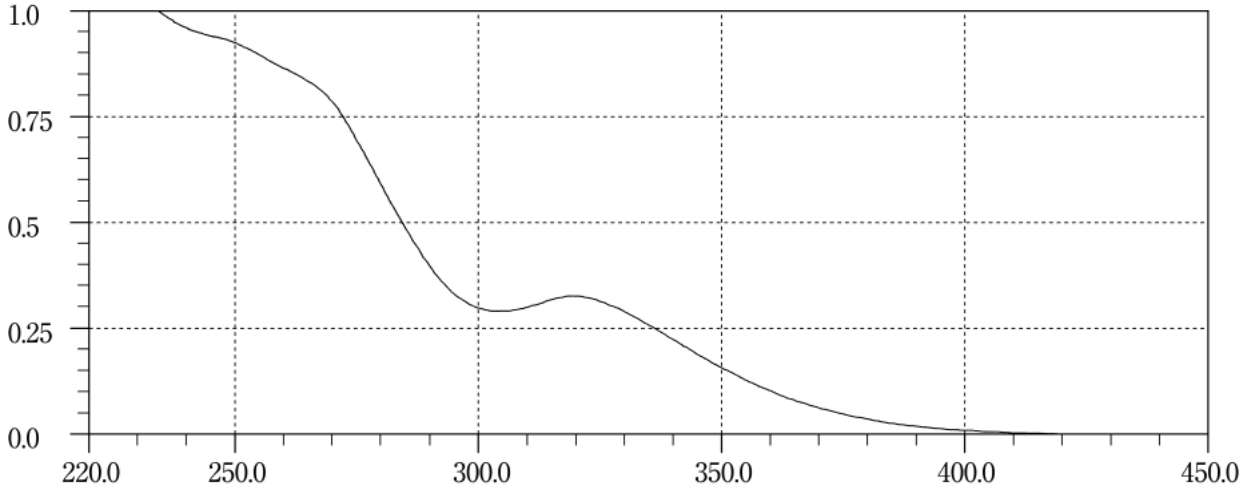
アセトヘキサミド 2



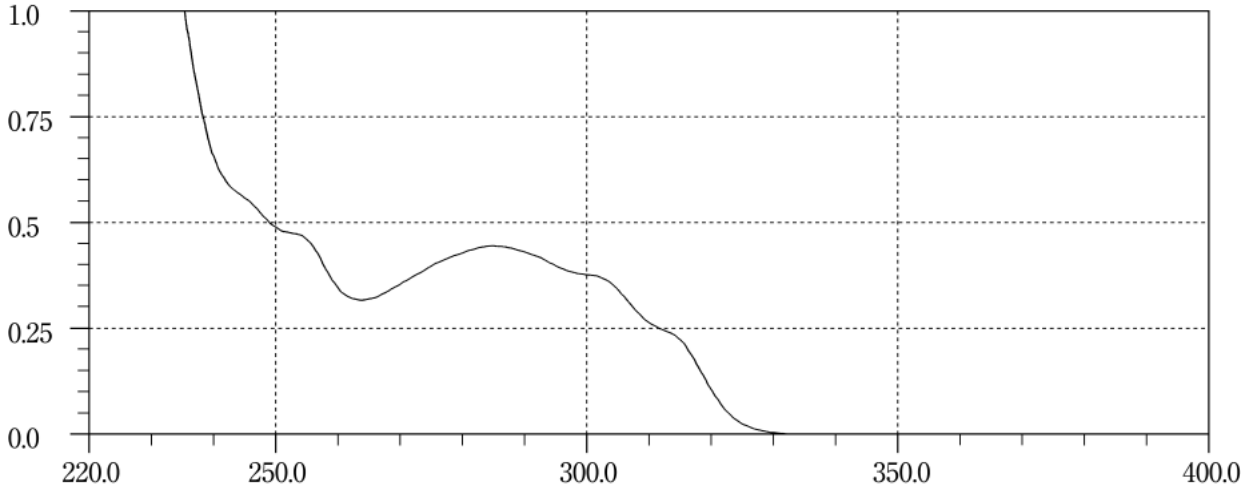
アセブトロール塩酸塩



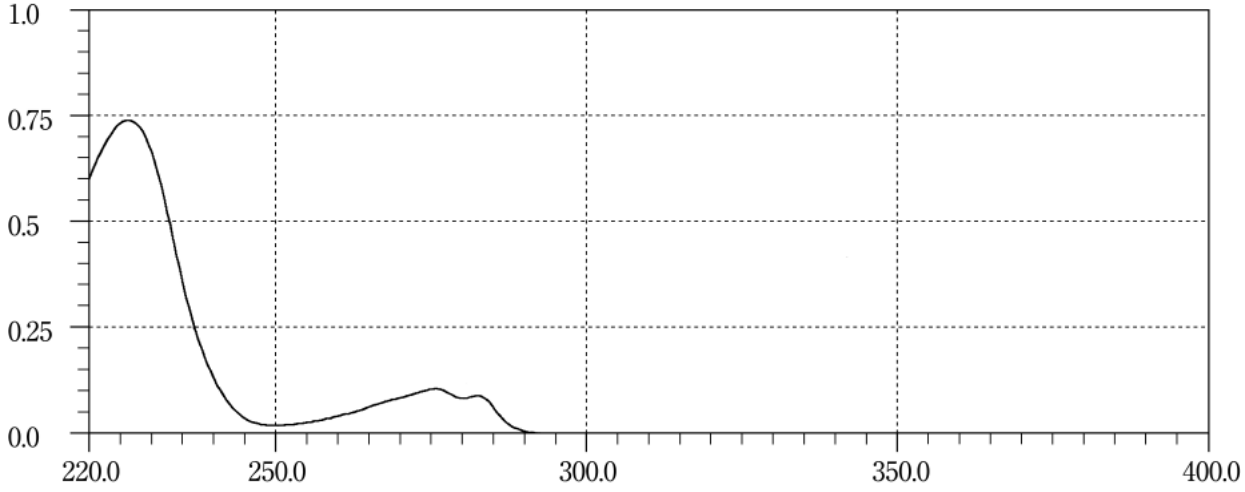
アセメタシン



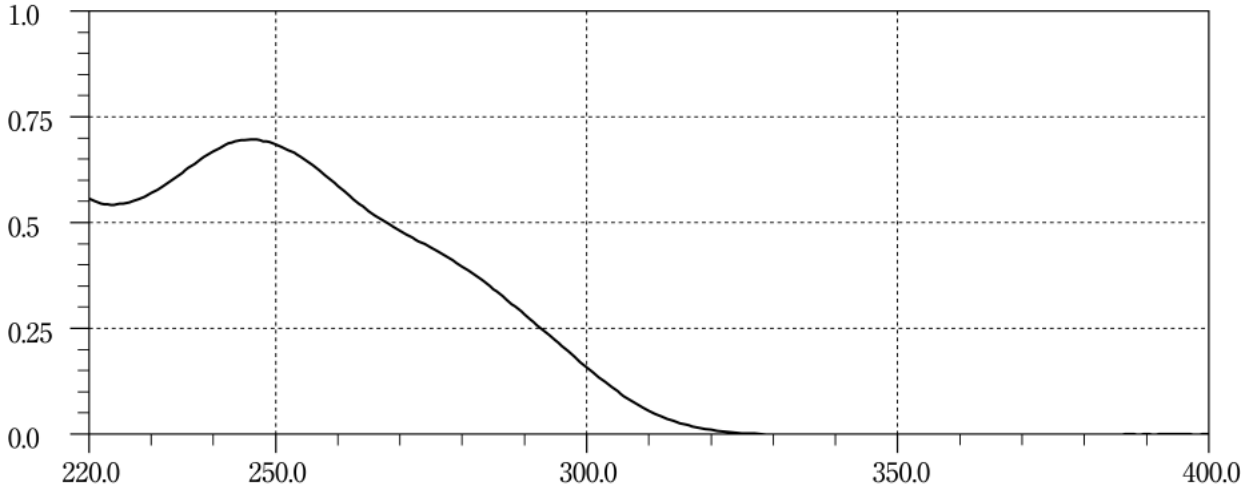
アゼラスチン塩酸塩



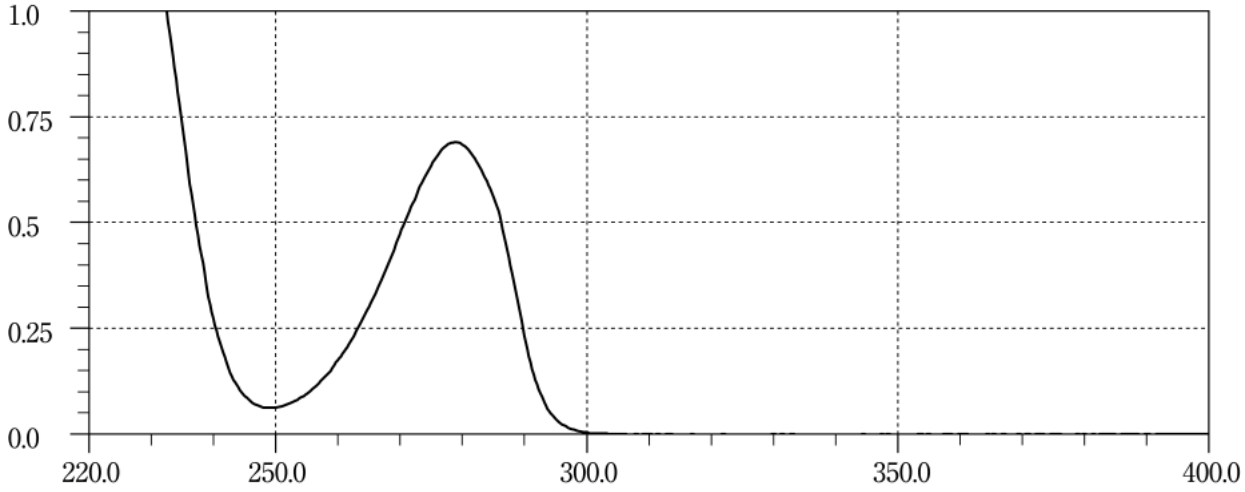
アテノロール



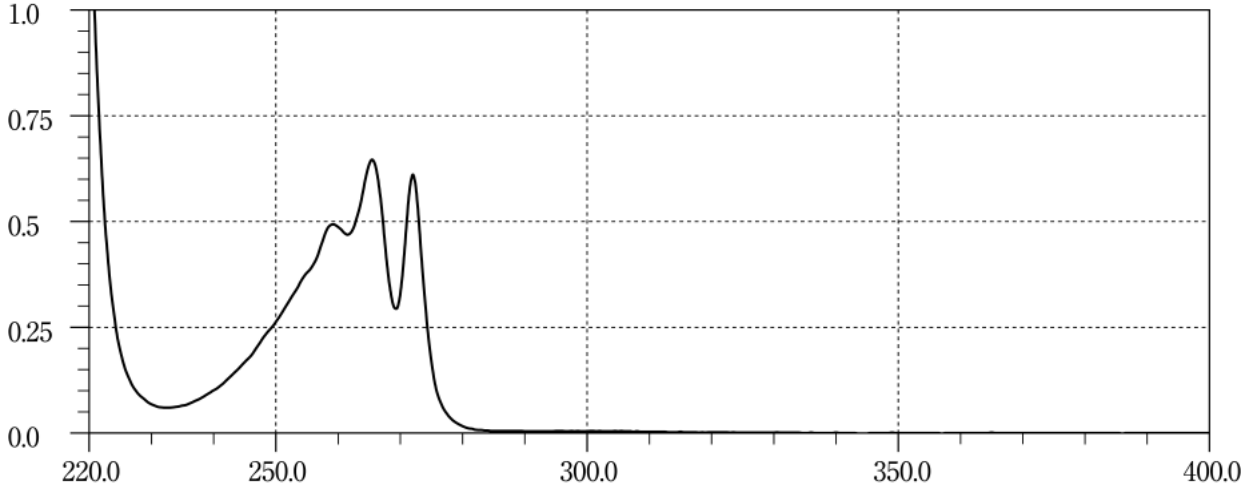
アトルバスタチンカルシウム水和物



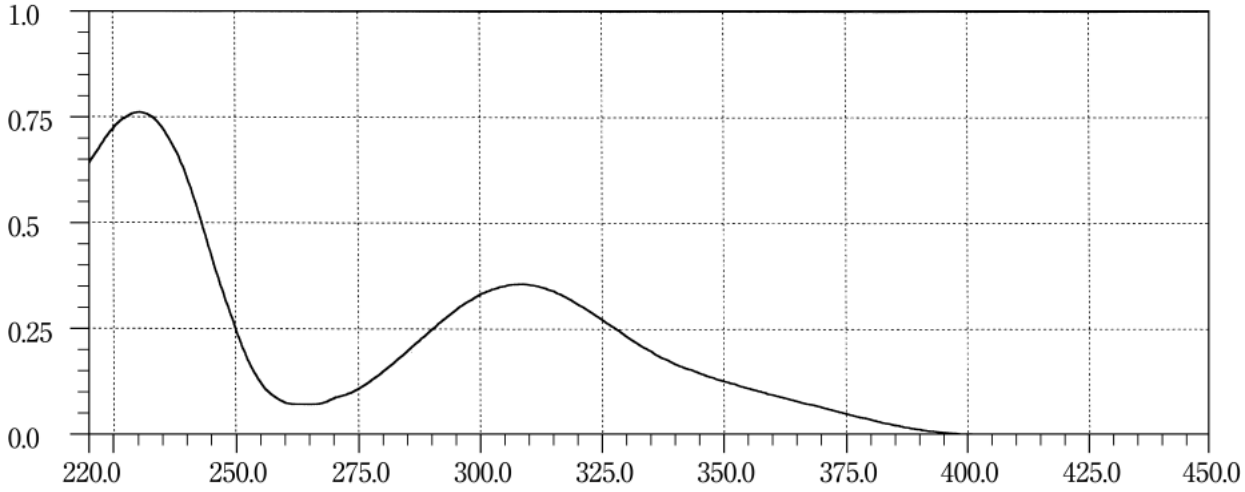
アドレナリン



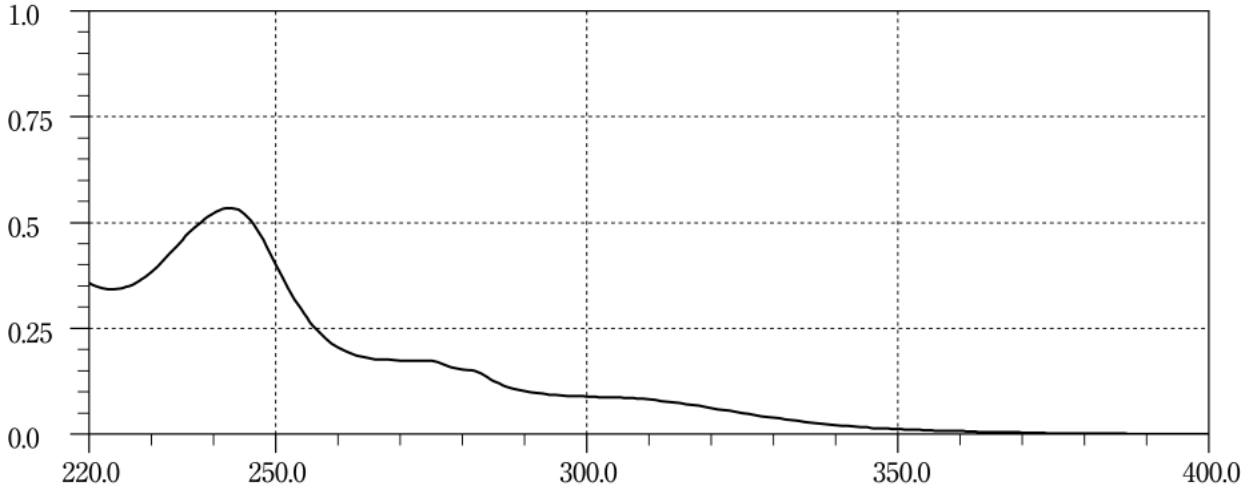
アプリンジン塩酸塩



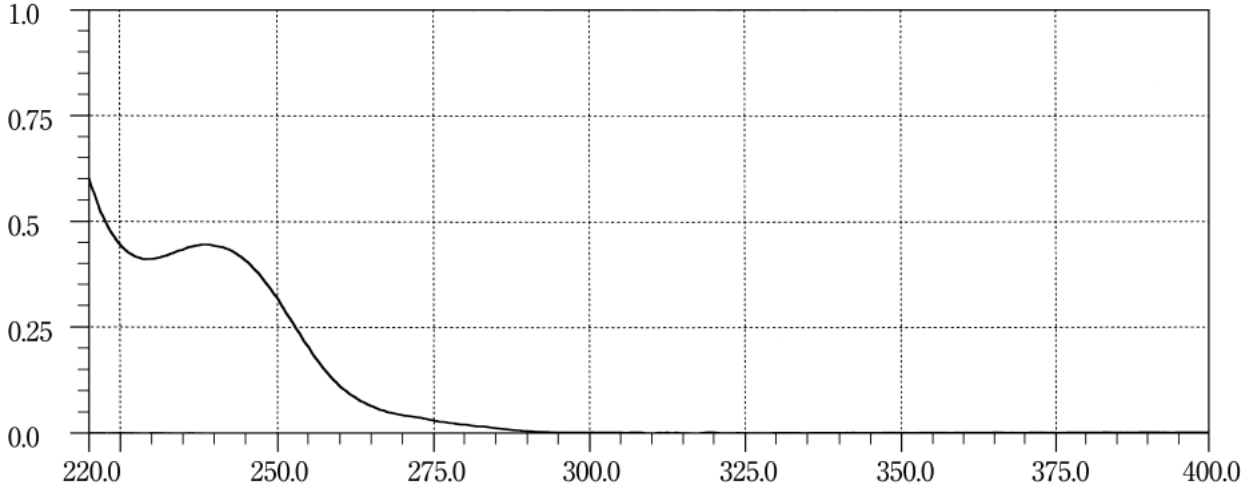
アフロクアロン



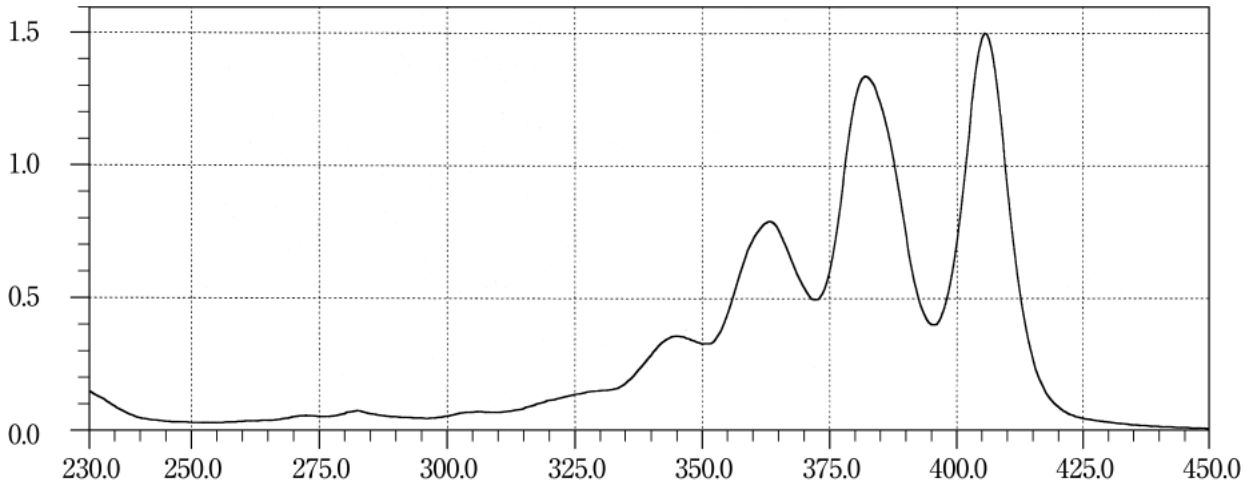
アミオダロン塩酸塩



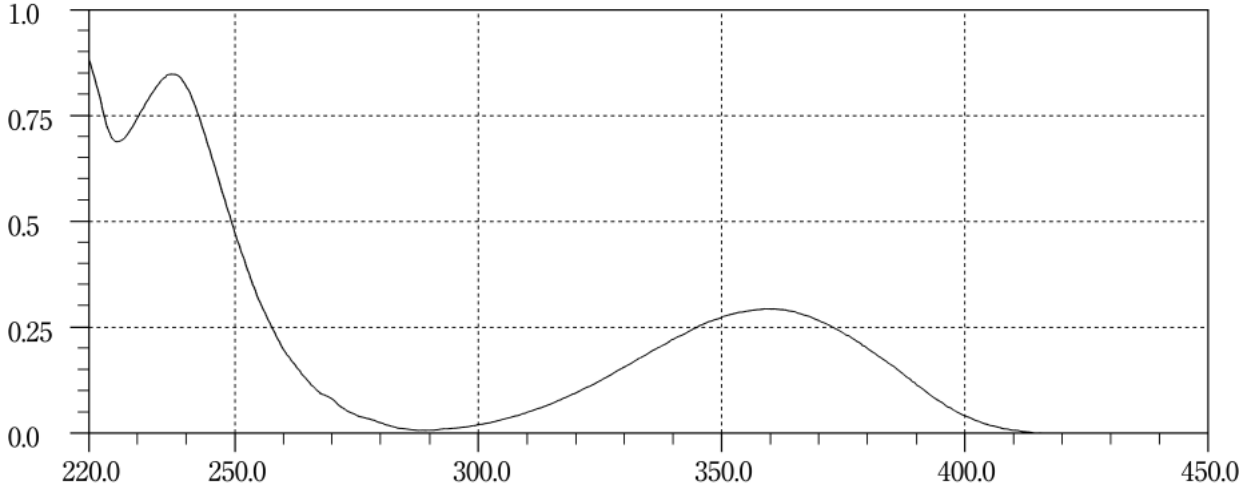
アミトリプチリン塩酸塩



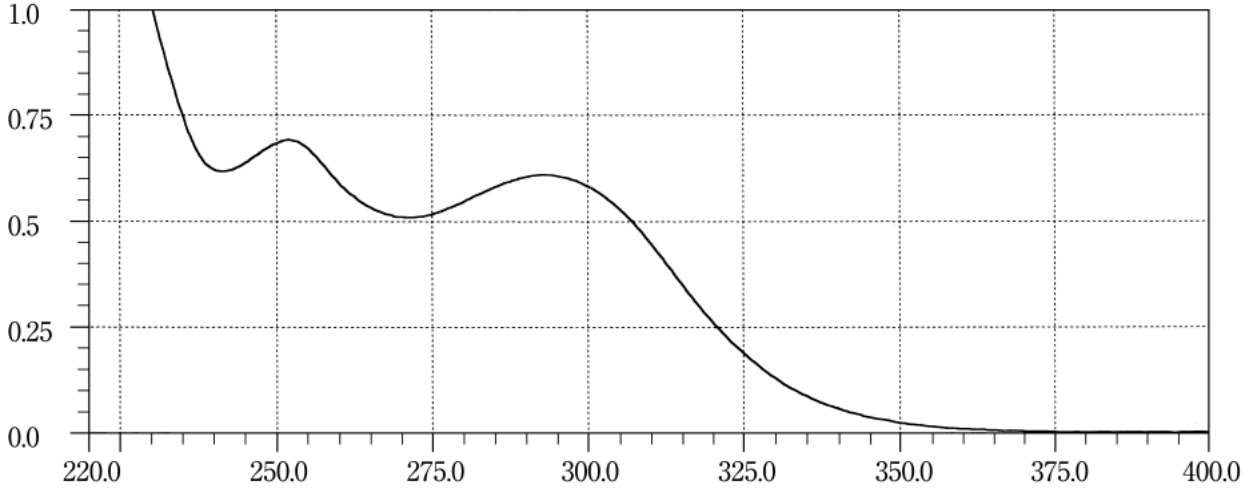
アムホテリシンB



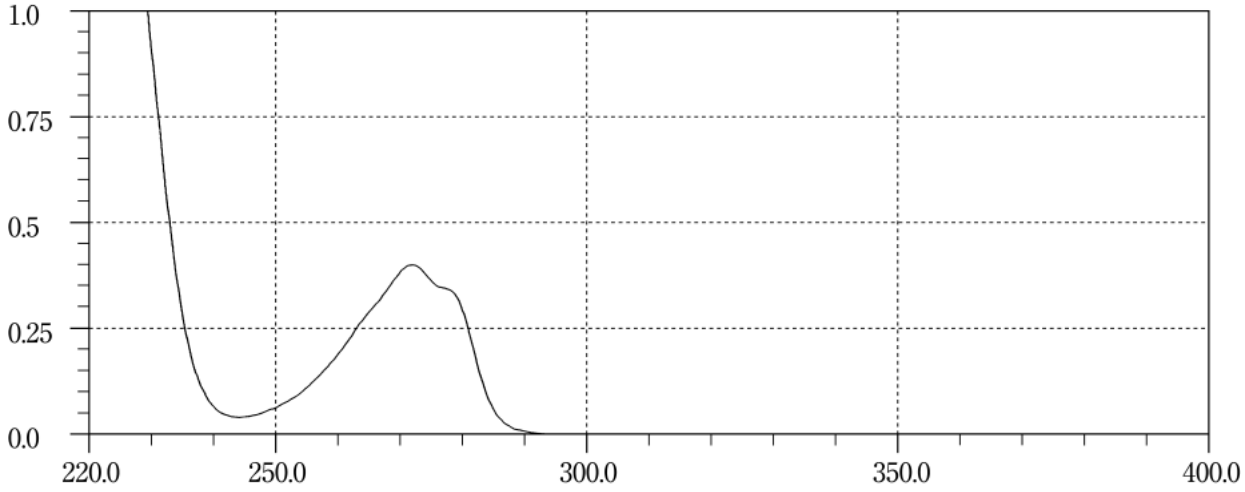
アムロジピンベシル酸塩



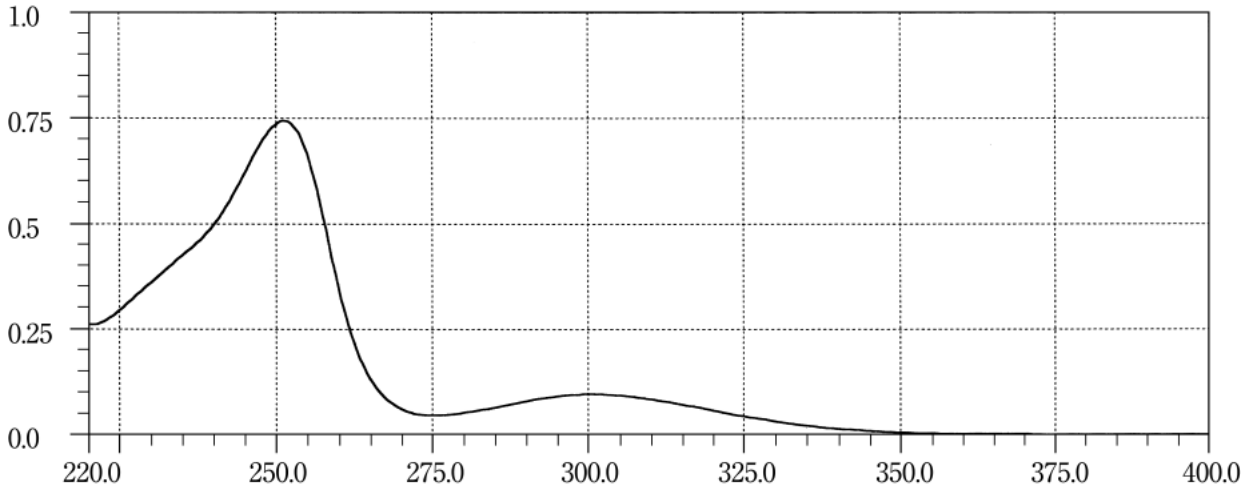
アモキサピン



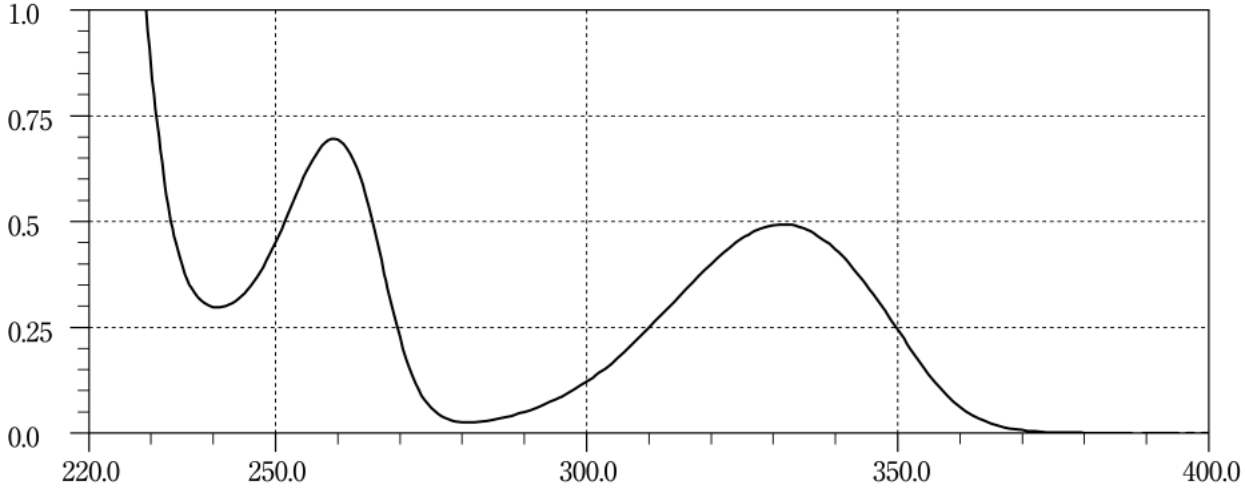
アモスラロール塩酸塩



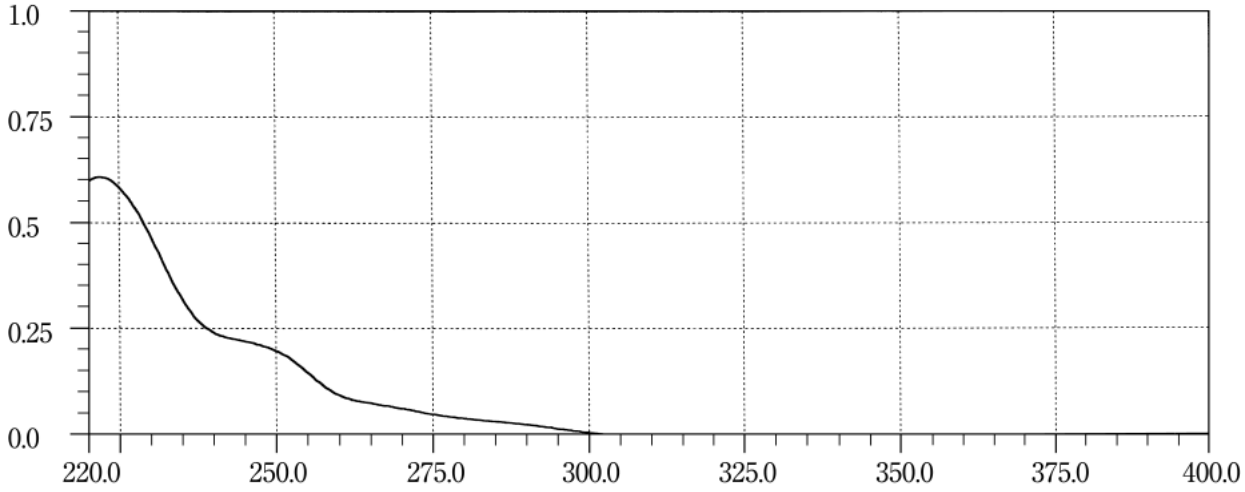
アリメマジン酒石酸塩



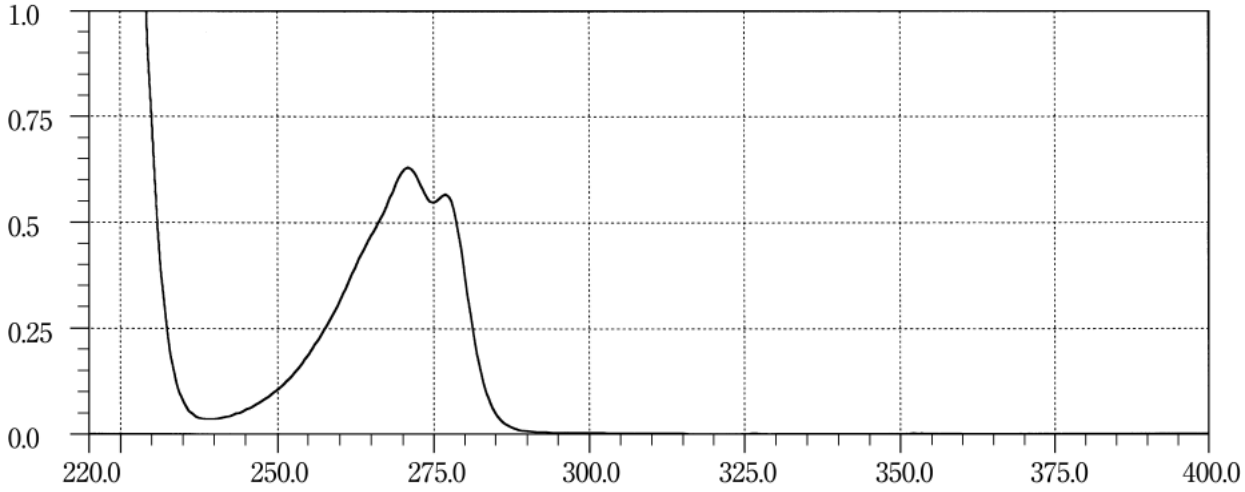
アルガトロバン水和物



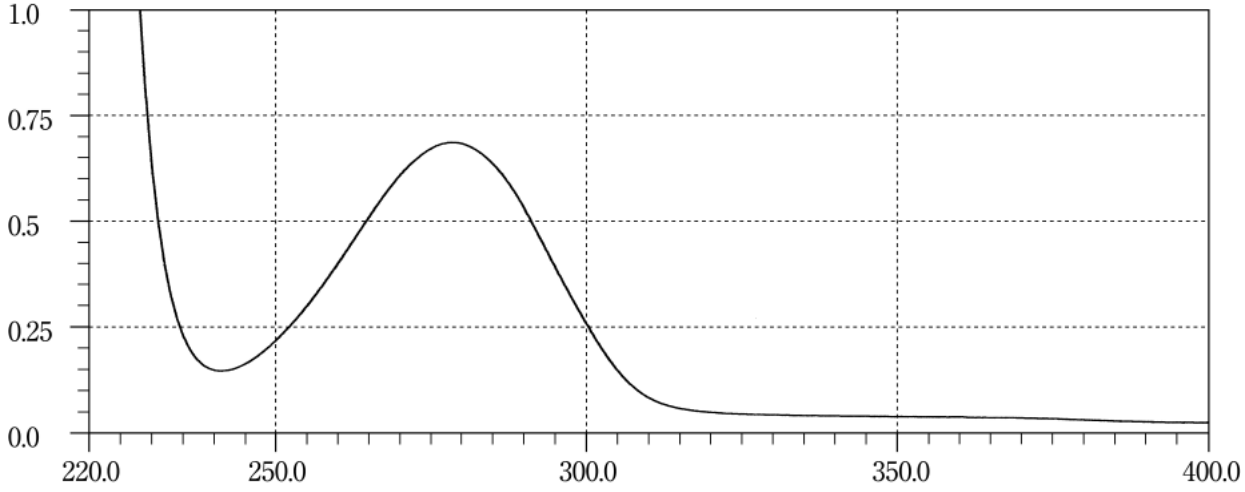
アルプラゾラム



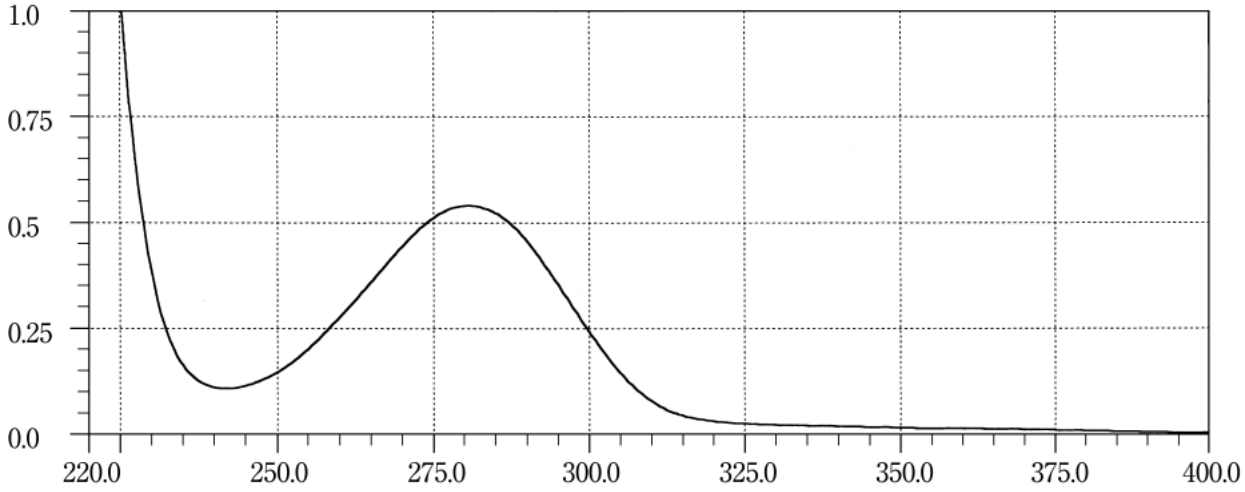
アルプレノロール塩酸塩



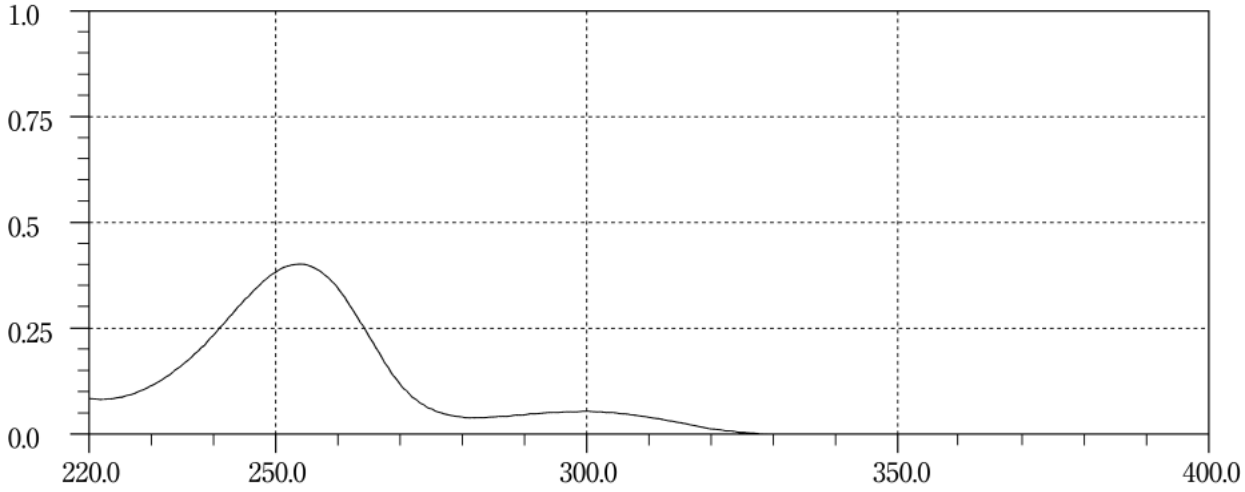
アルプロスタジル



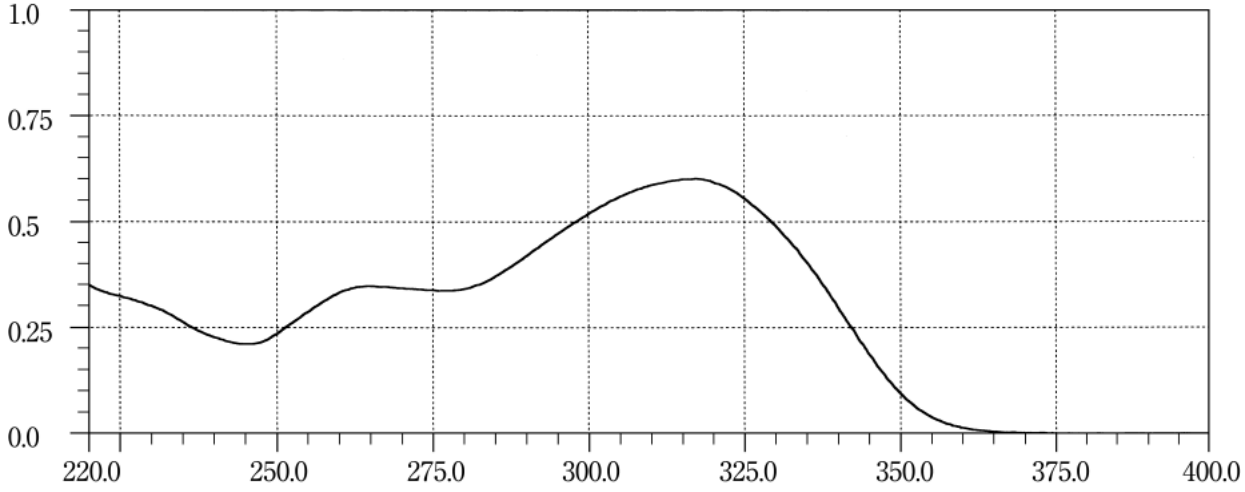
アルプロスタジル　アルファデクス



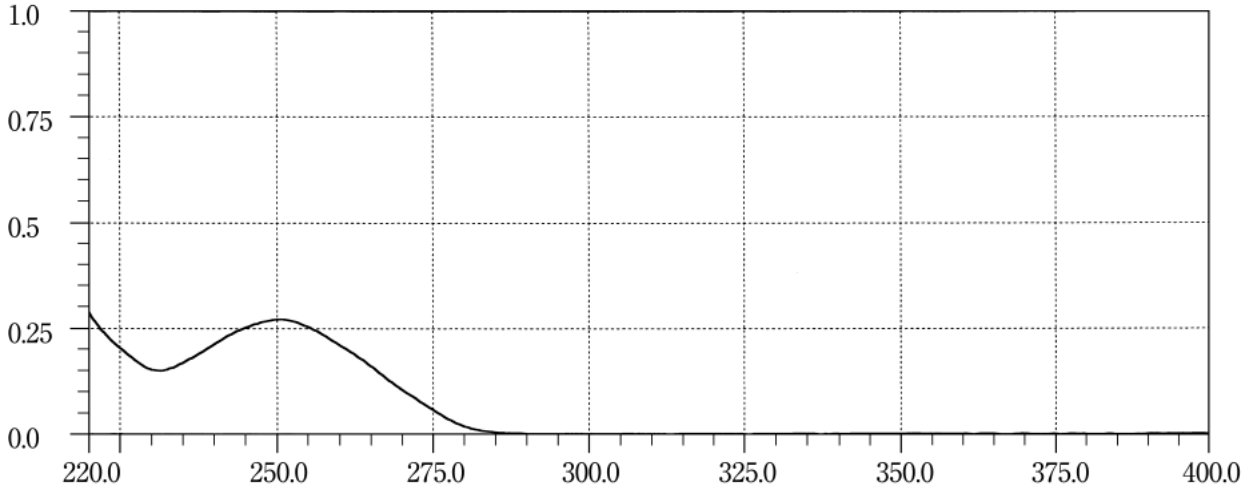
アルミノプロフェン



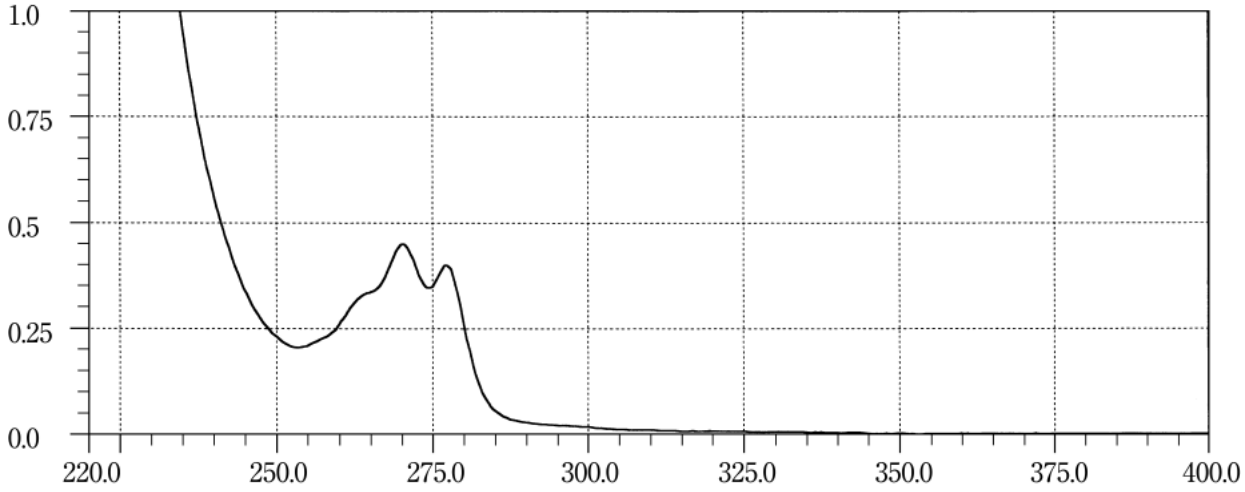
アロチノロール塩酸塩



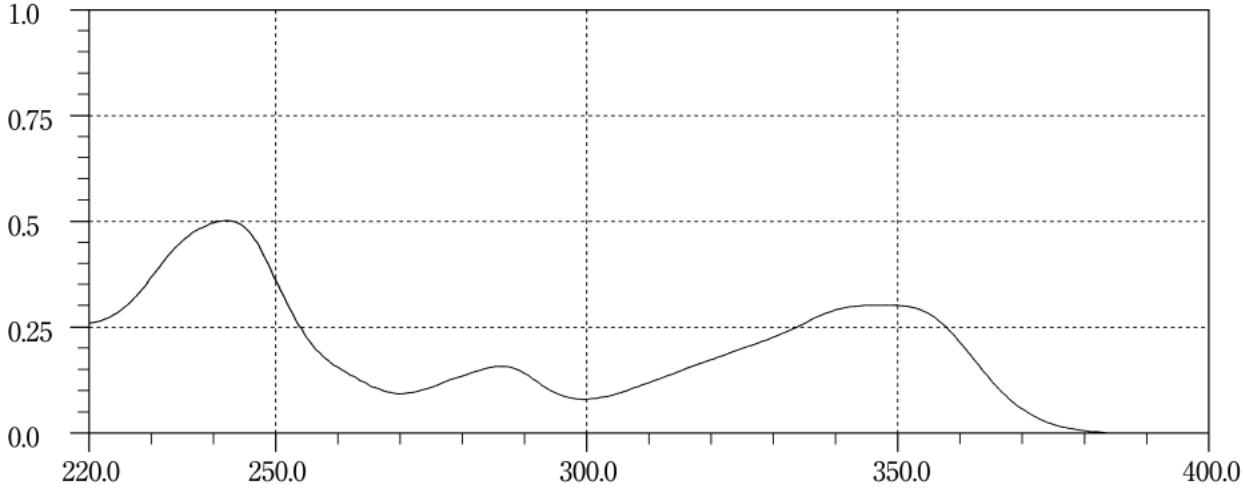
アロプリノール



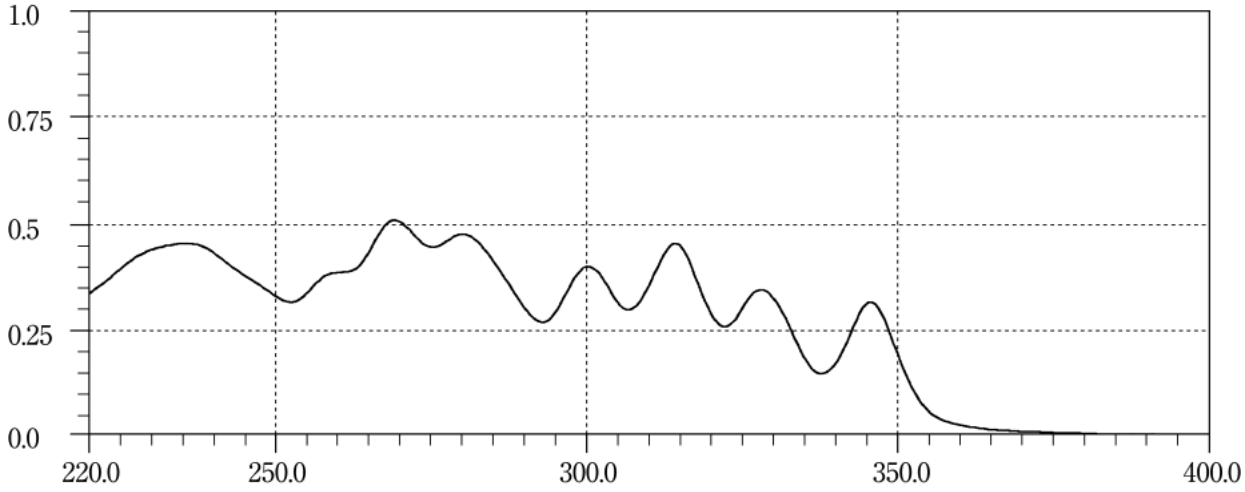
アンベノニウム塩化物



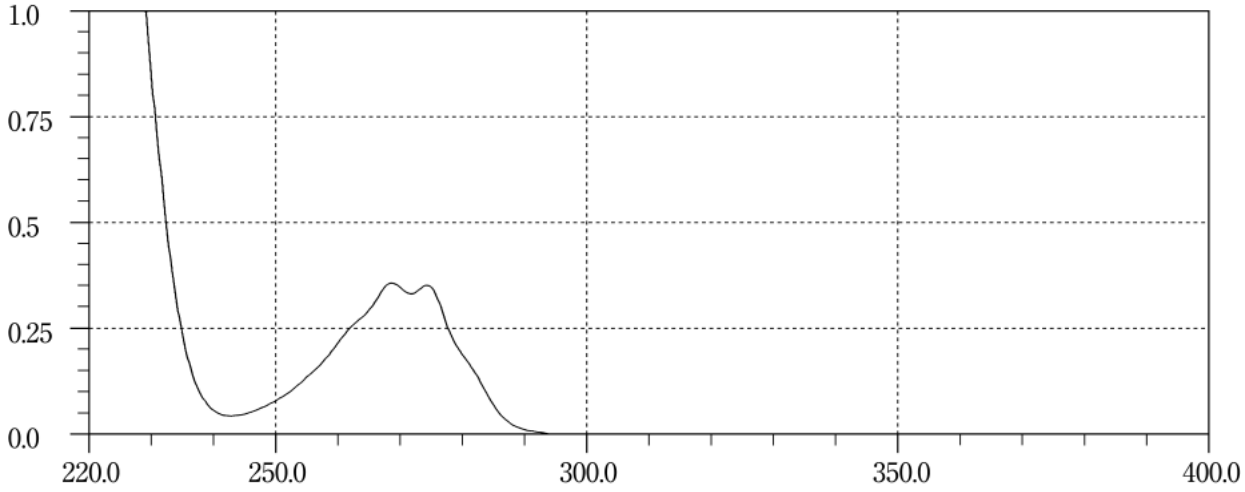
アンレキサノクス



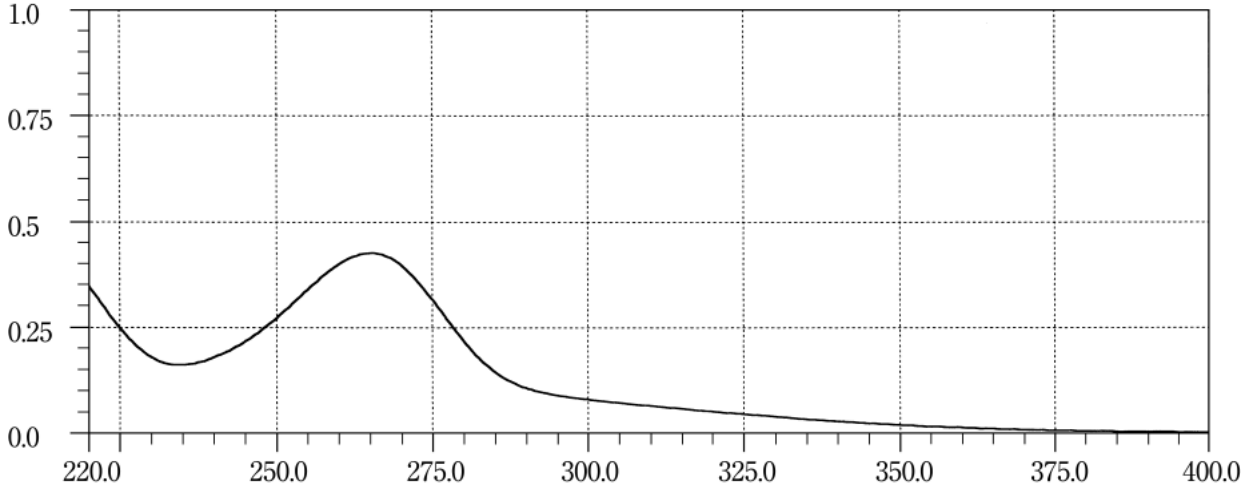
イコサペント酸エチル



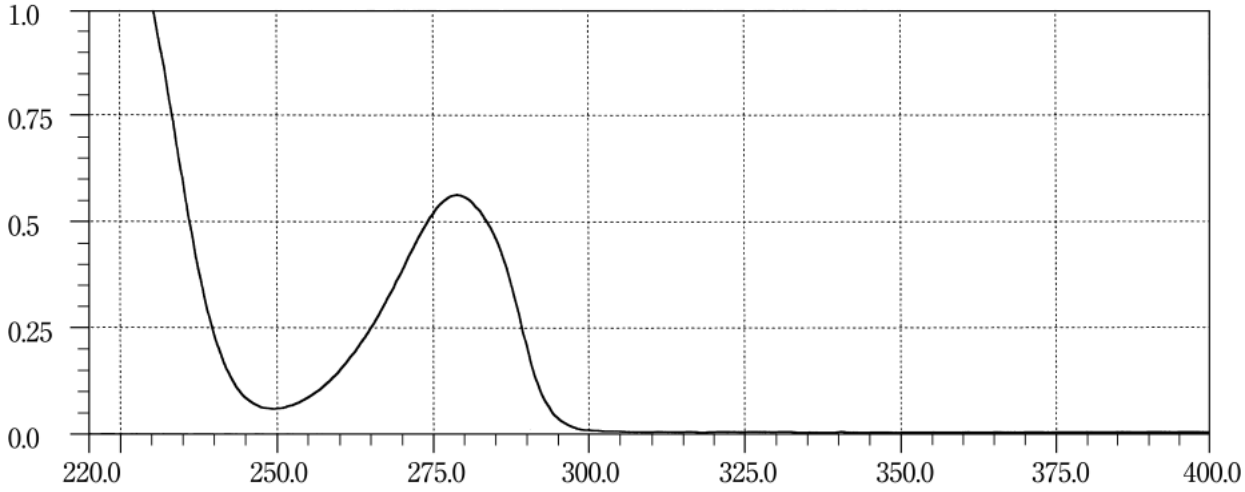
イソクスプリン塩酸塩



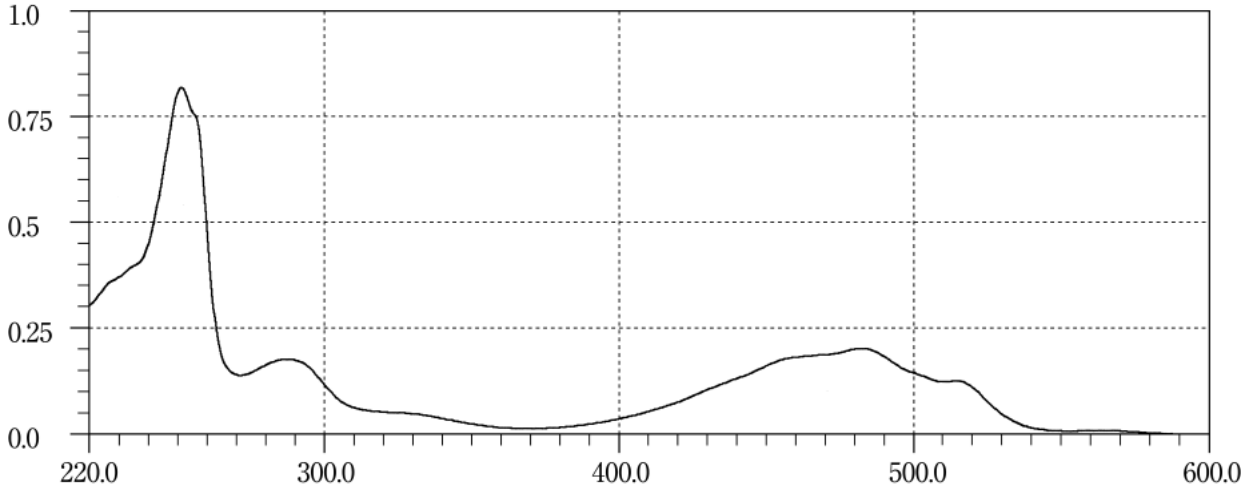
イソニアジド



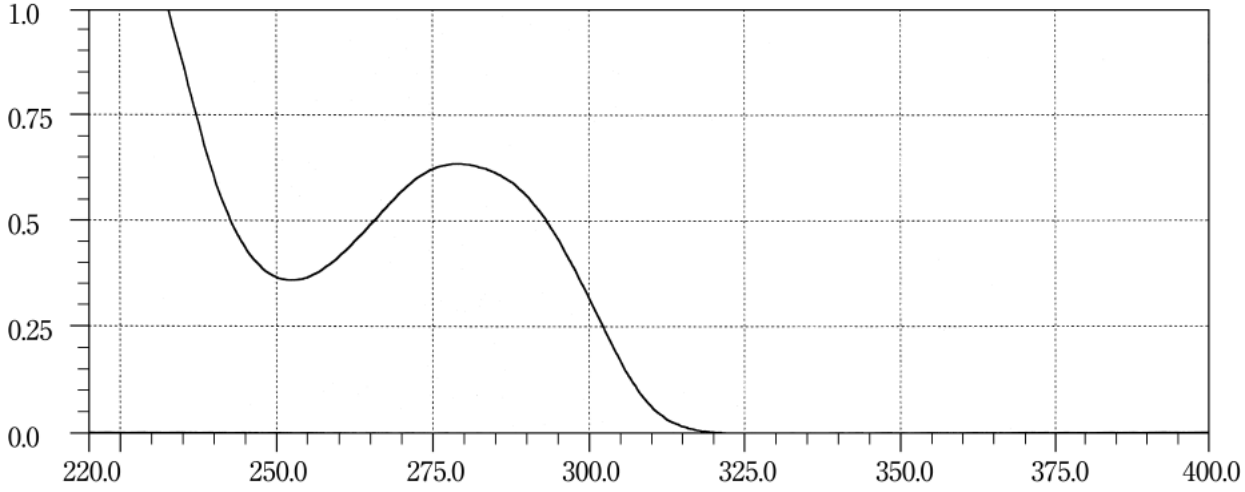
l−イソプレナリン塩酸塩



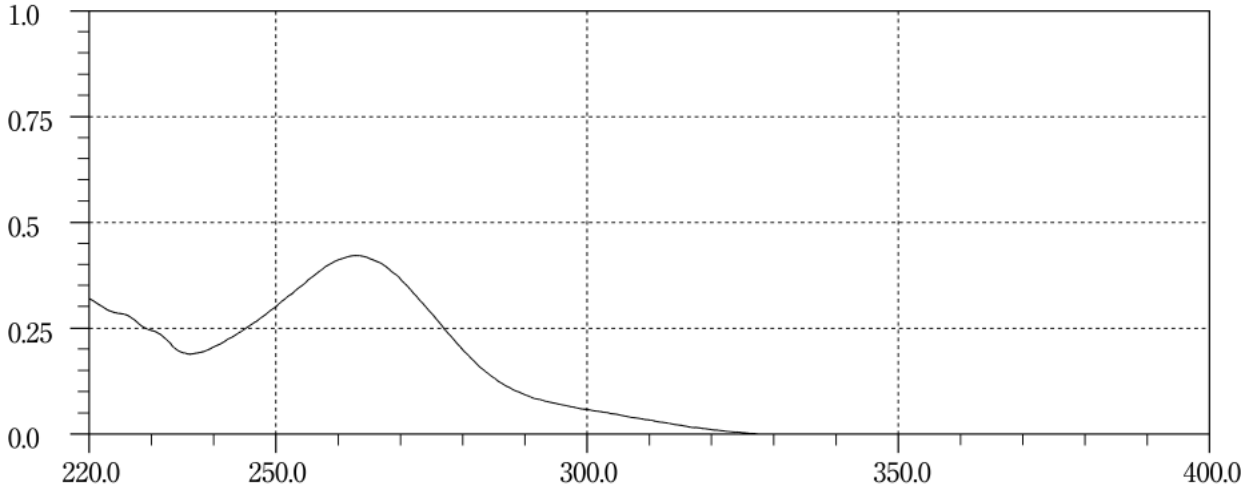
イダルビシン塩酸塩



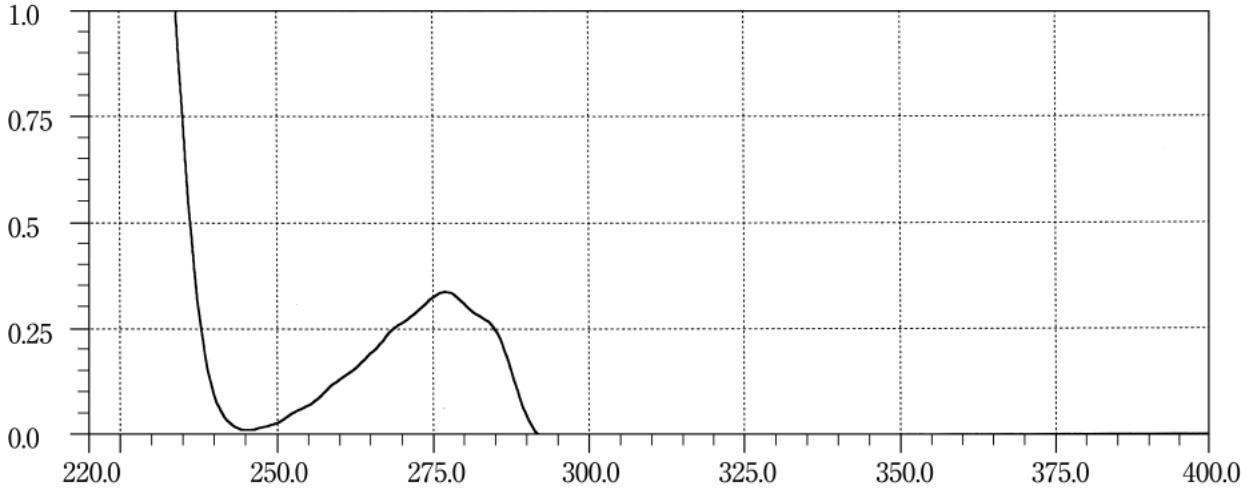
イドクスウリジン



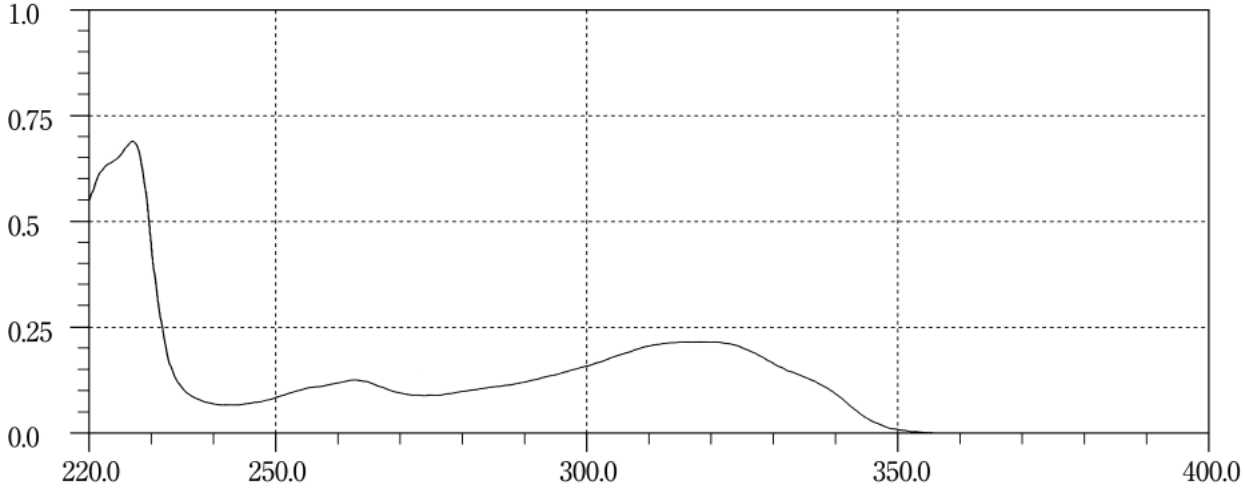
イトラコナゾール



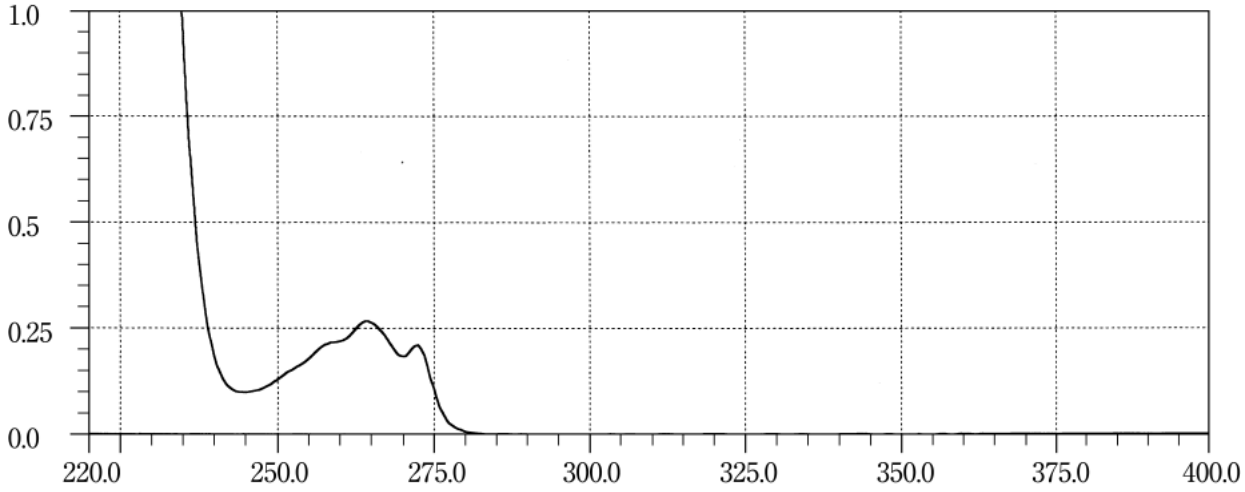
イフェンプロジル酒石酸塩



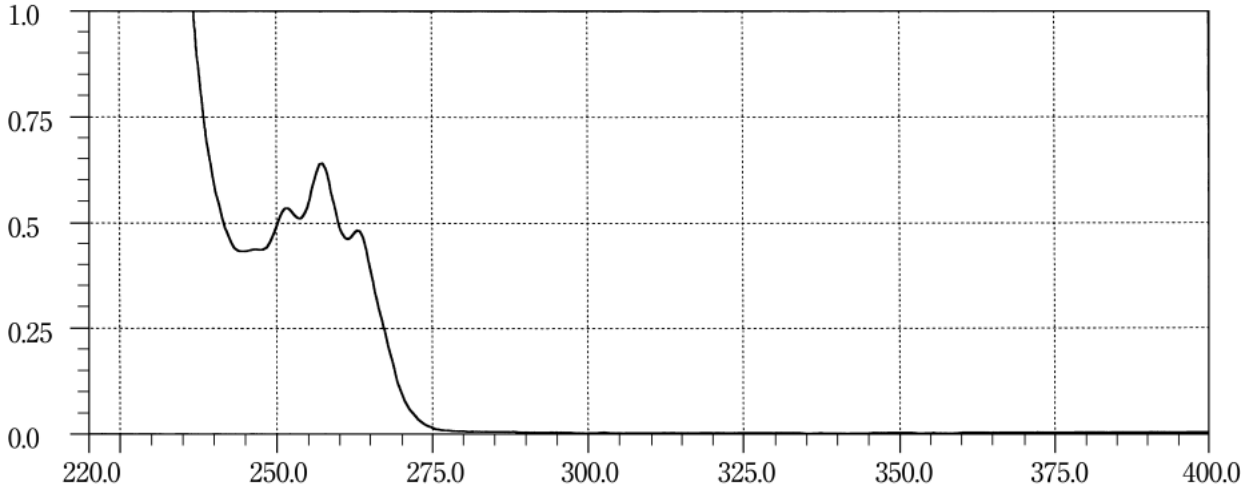
イブジラスト



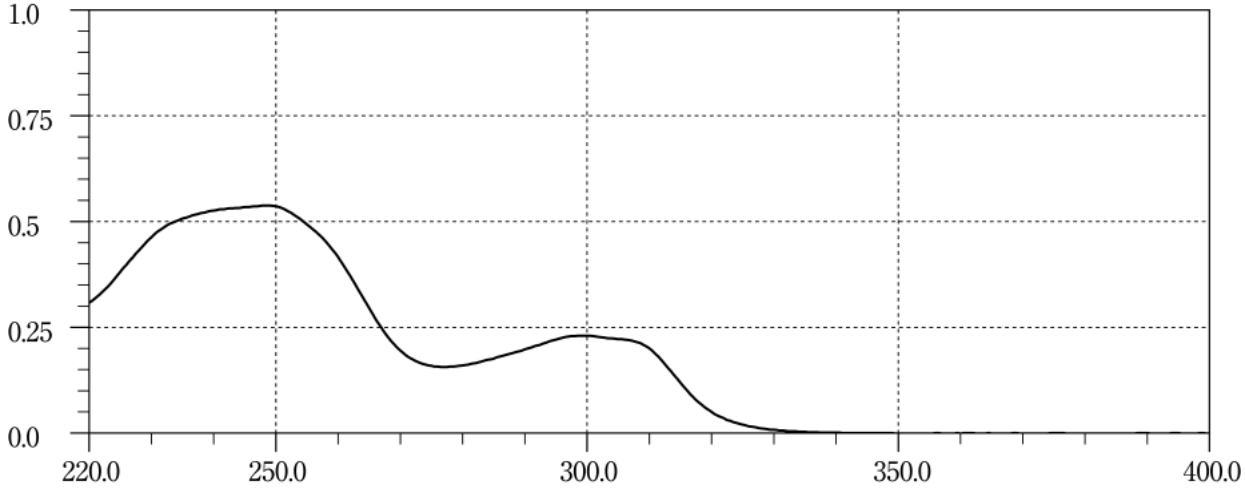
イブプロフェン



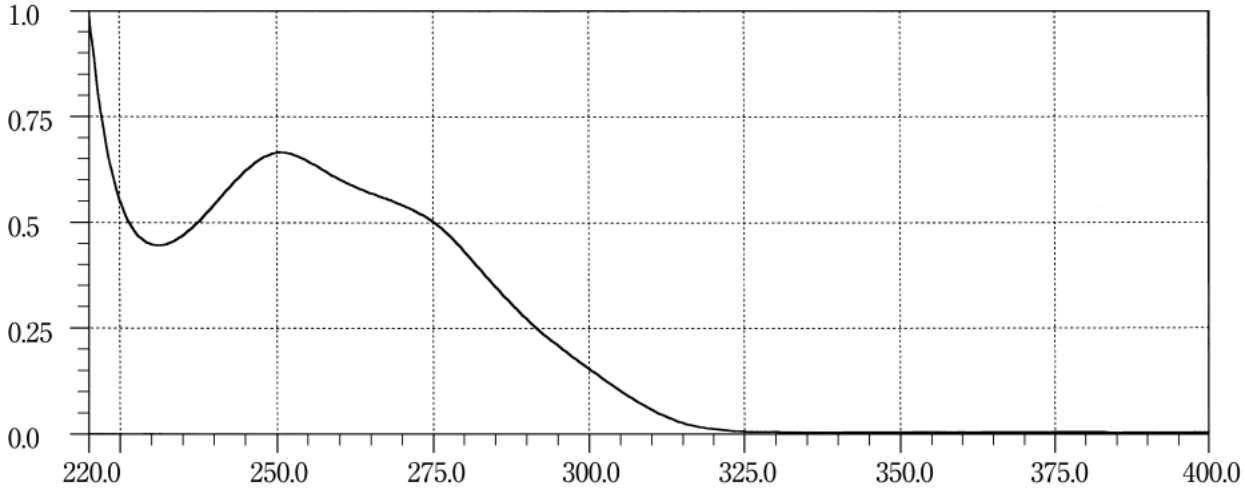
イプラトロピウム臭化物水和物



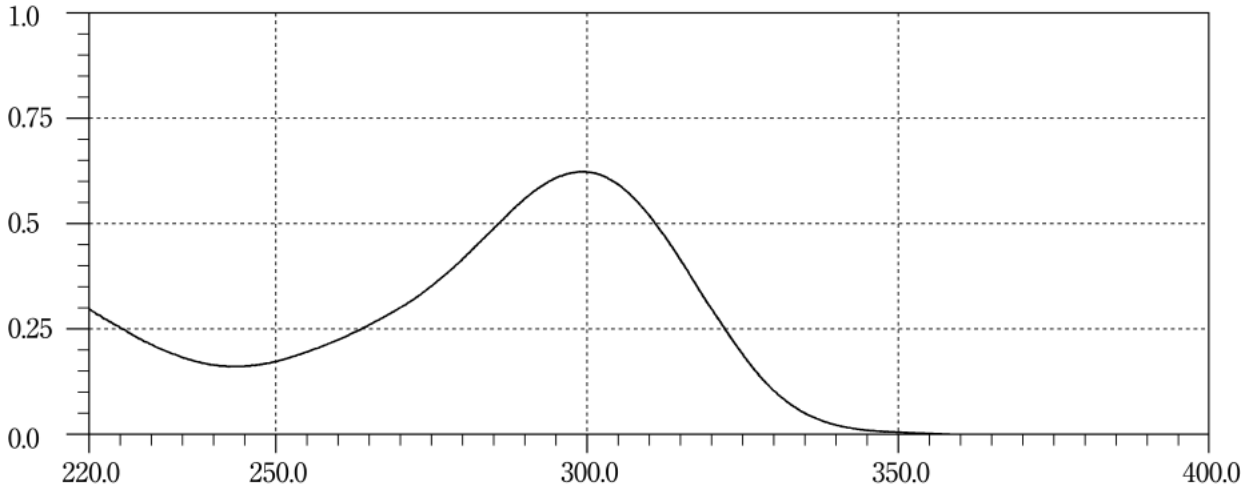
イプリフラボン



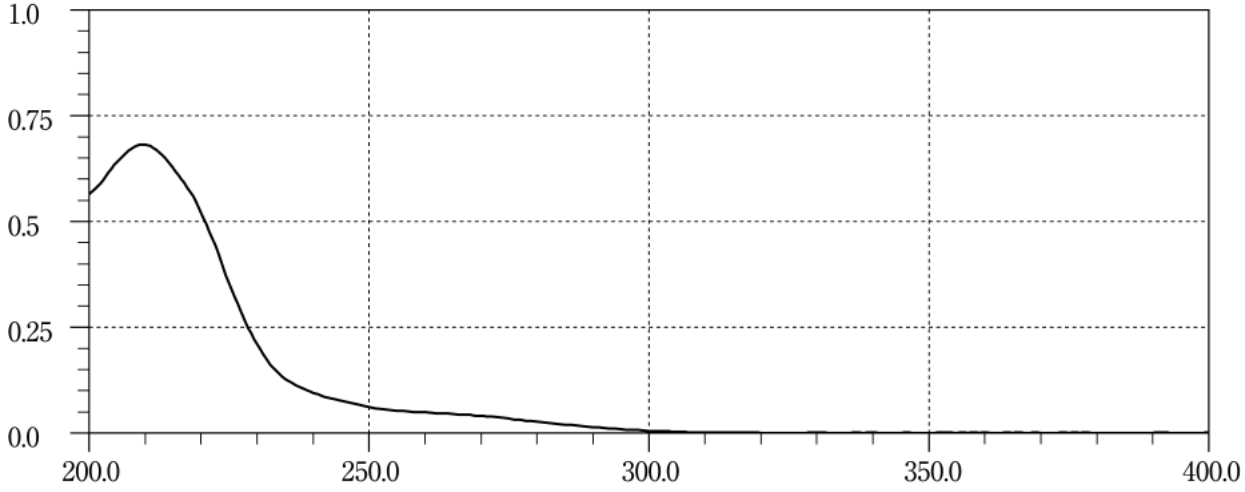
イミプラミン塩酸塩



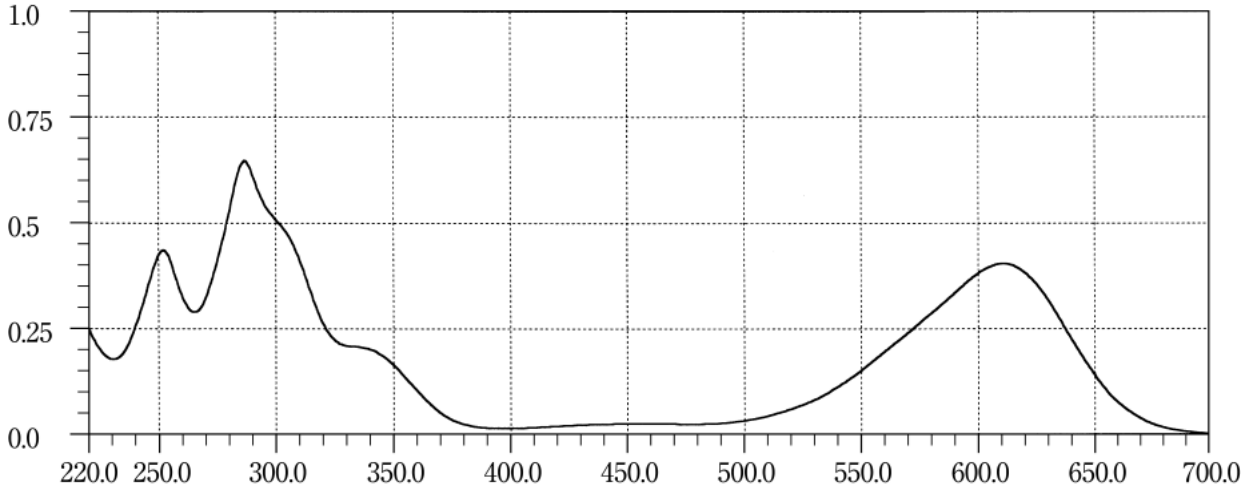
イミペネム水和物



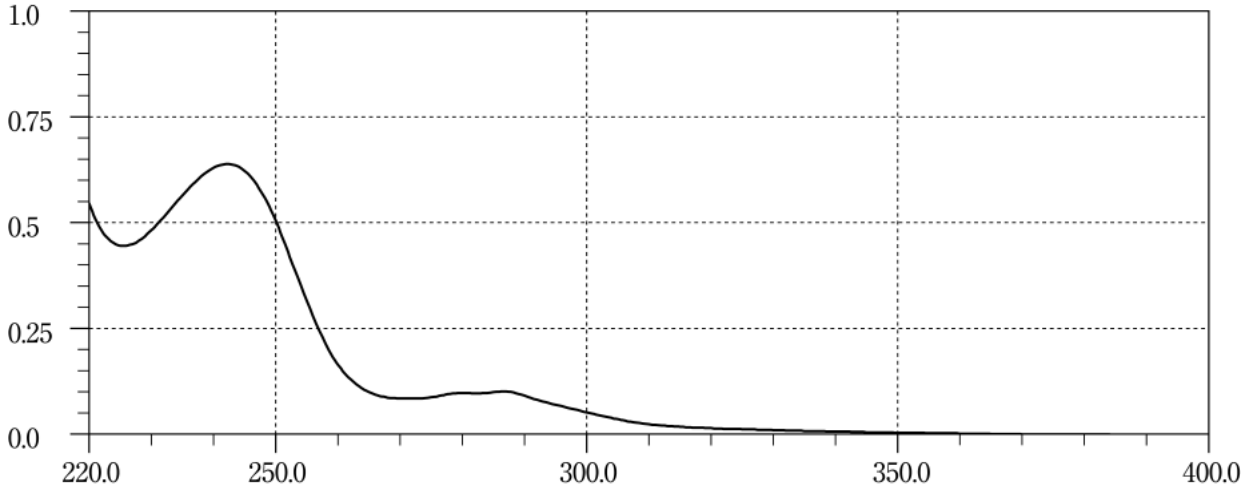
イルソグラジンマレイン酸塩



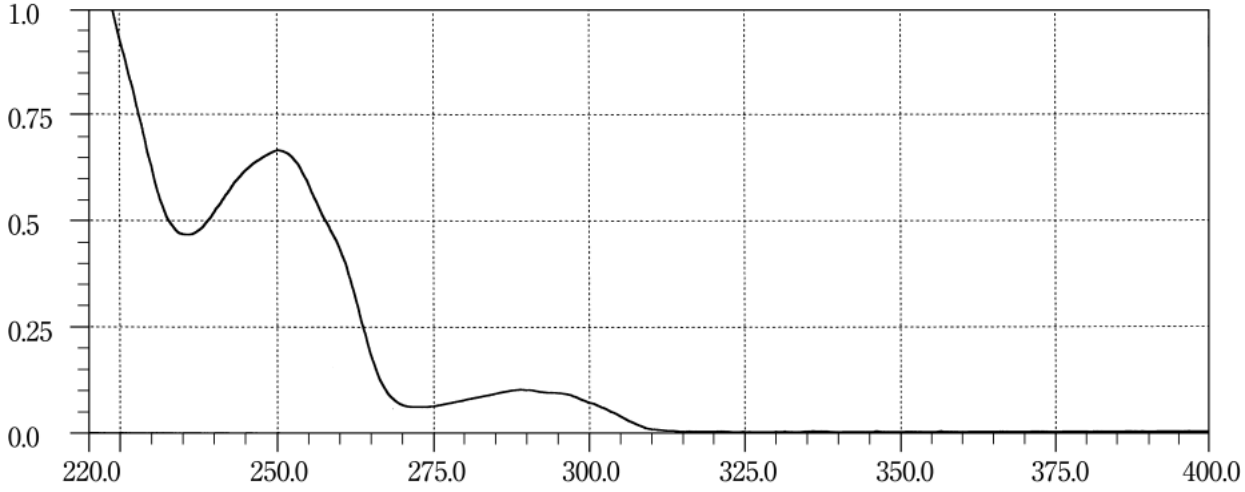
インジゴカルミン



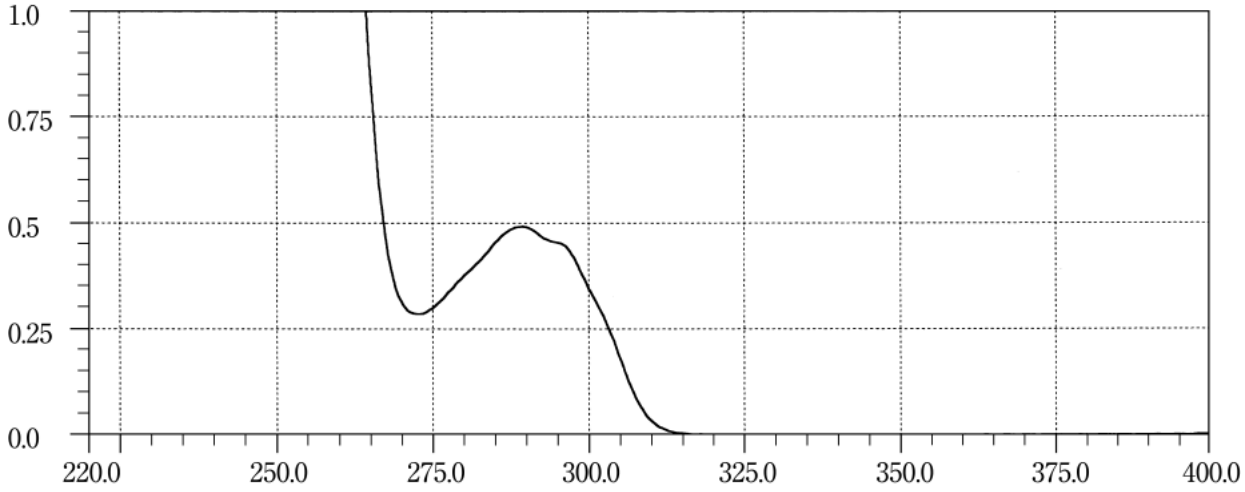
インダパミド



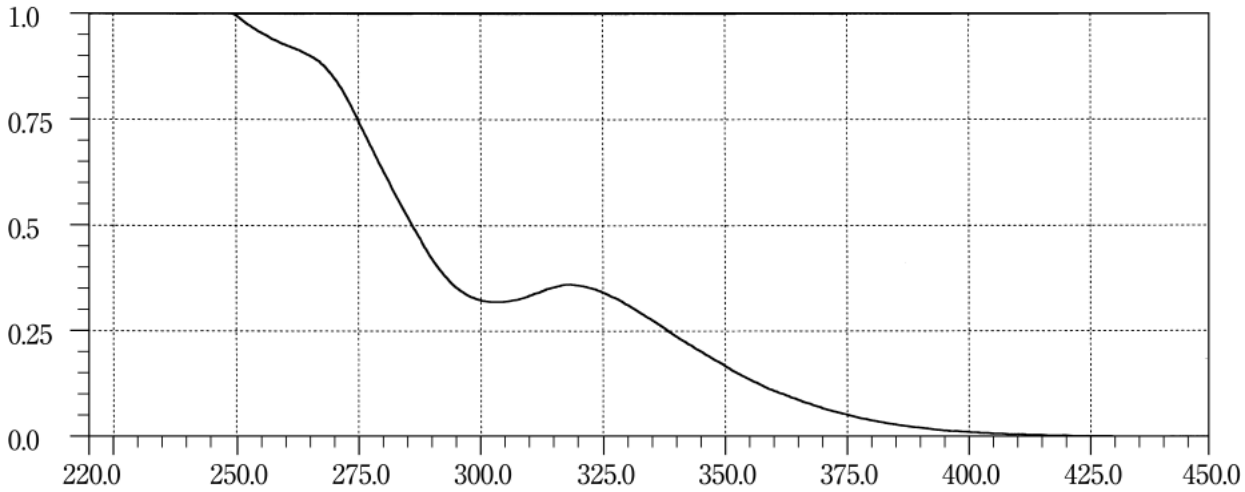
インデノロール塩酸塩 1



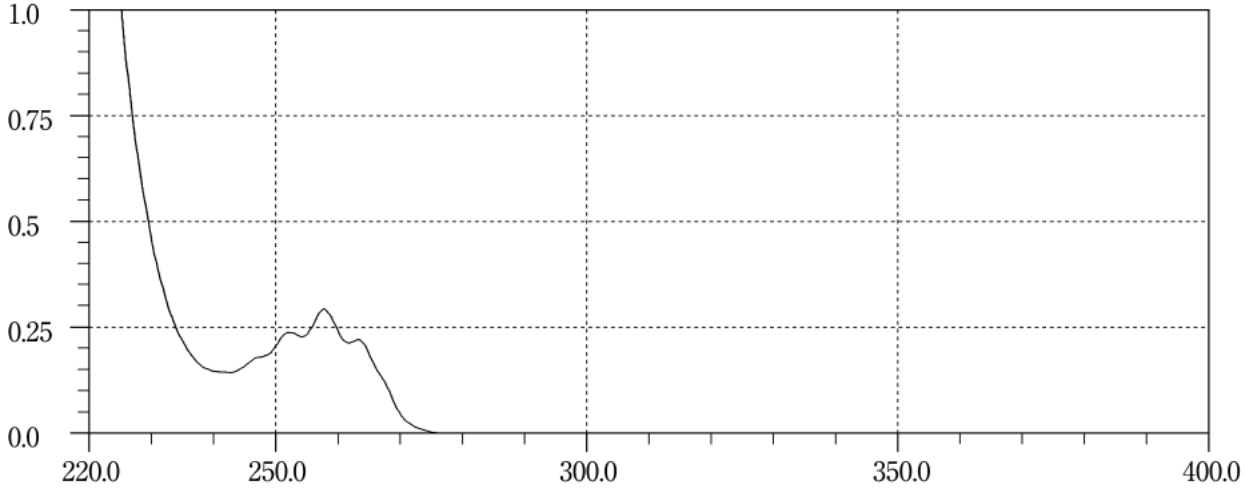
インデノロール塩酸塩 2



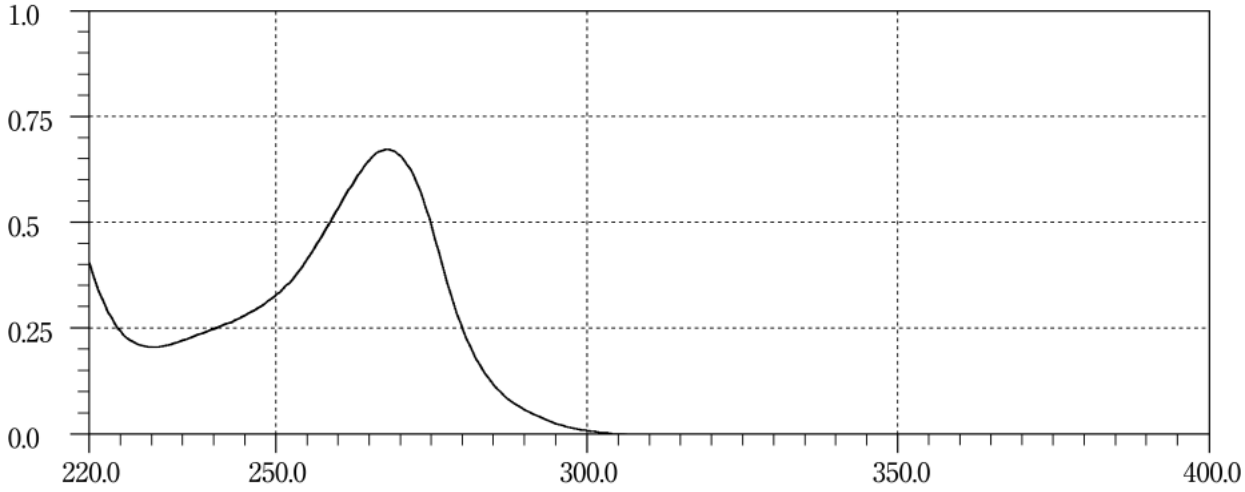
インドメタシン



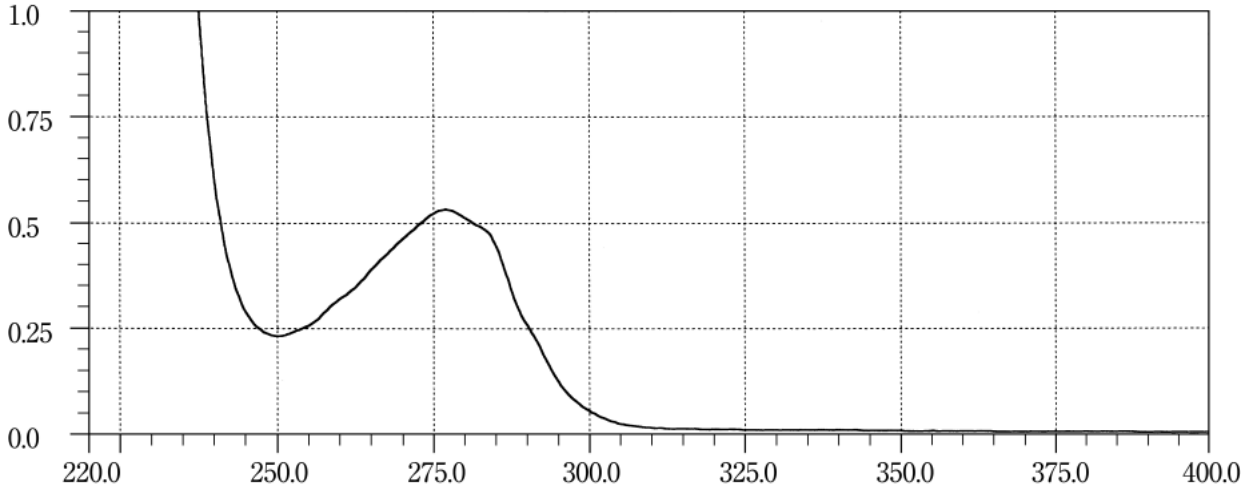
ウベニメクス



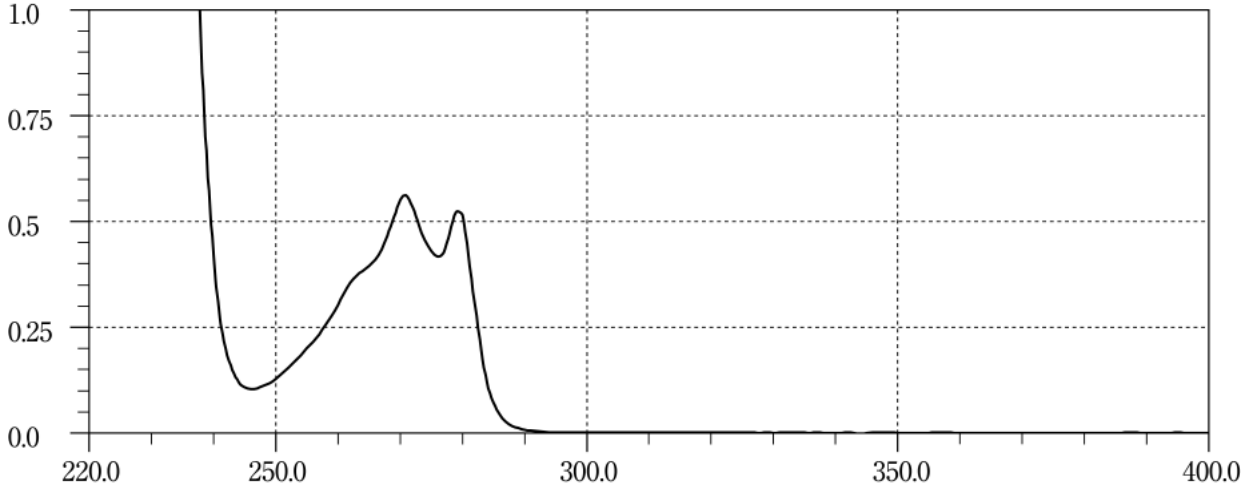
ウラピジル



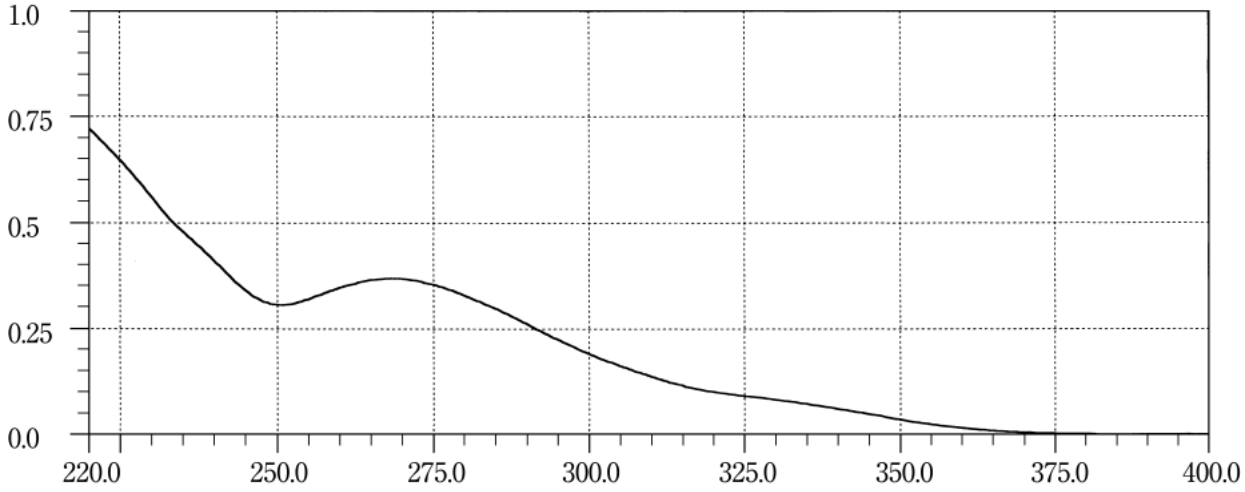
ウリナスタチン



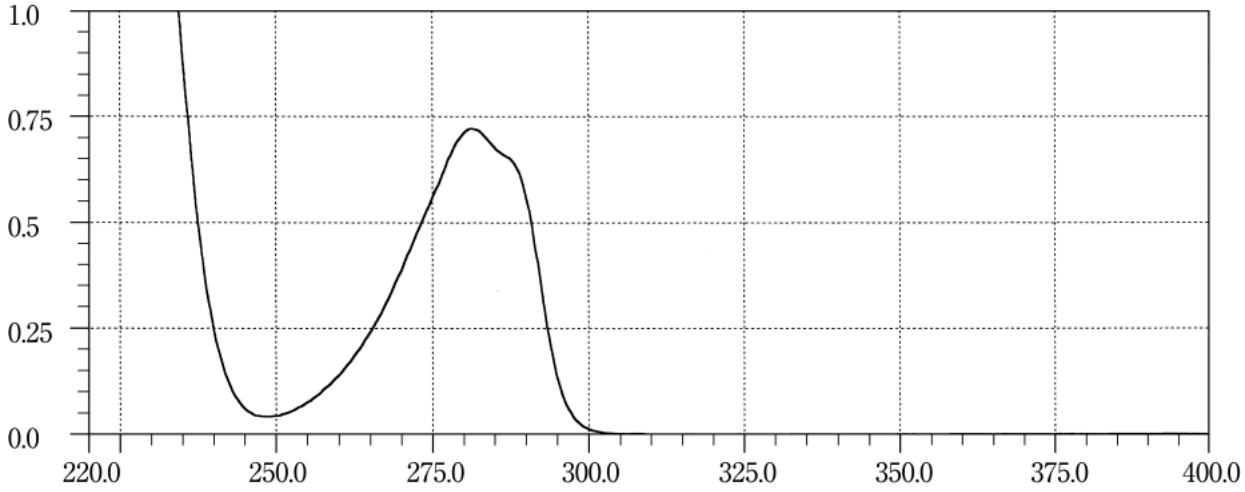
エカベトナトリウム水和物



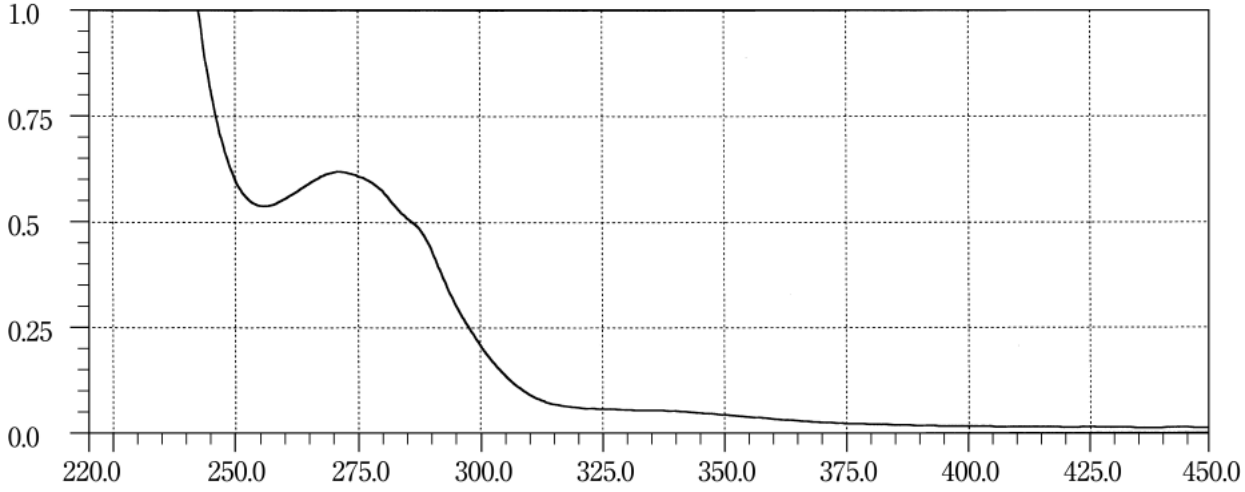
エスタゾラム



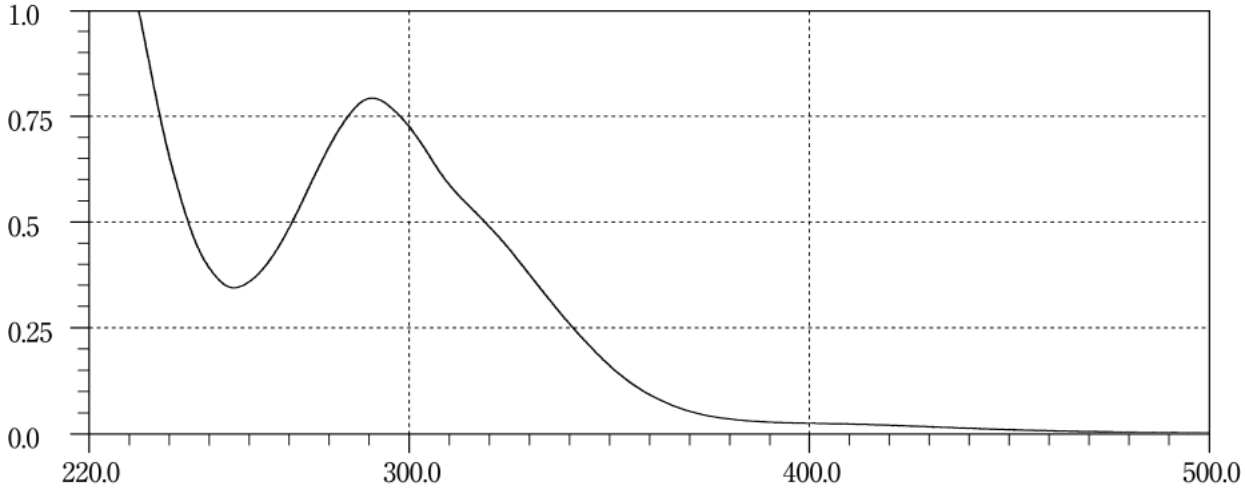
エストリオール



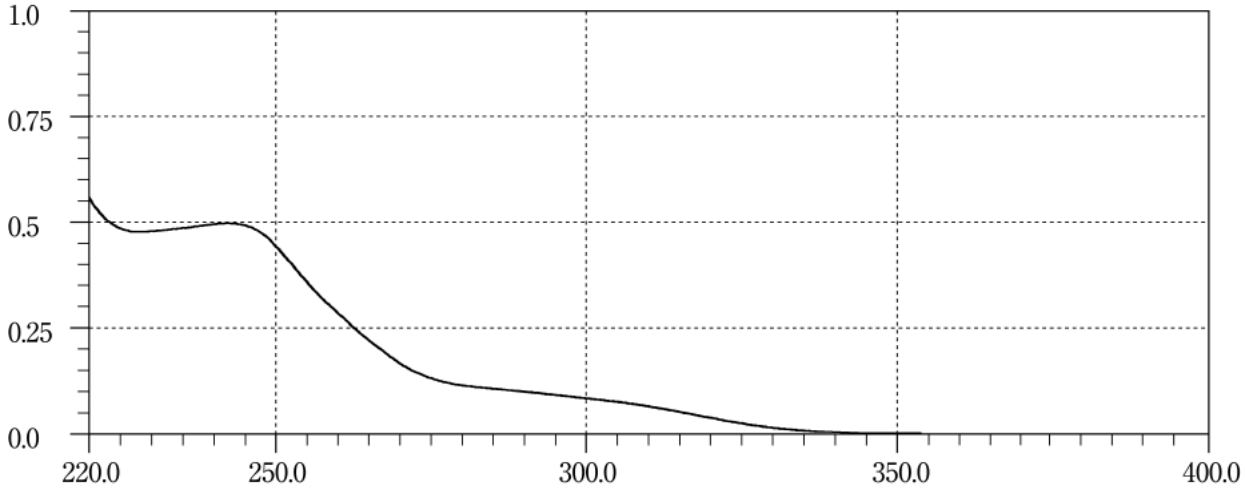
エタクリン酸



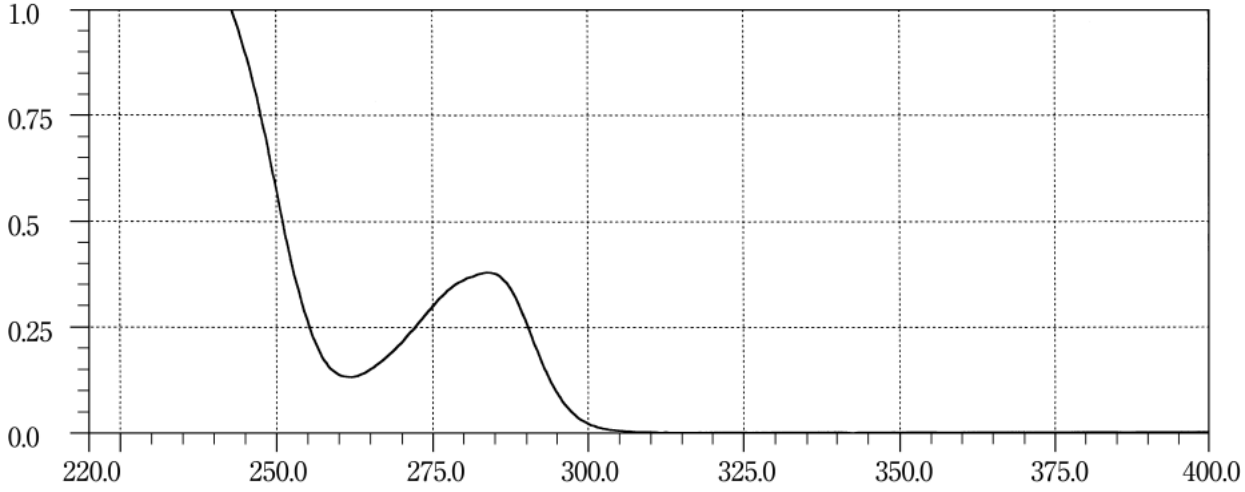
エチオナミド



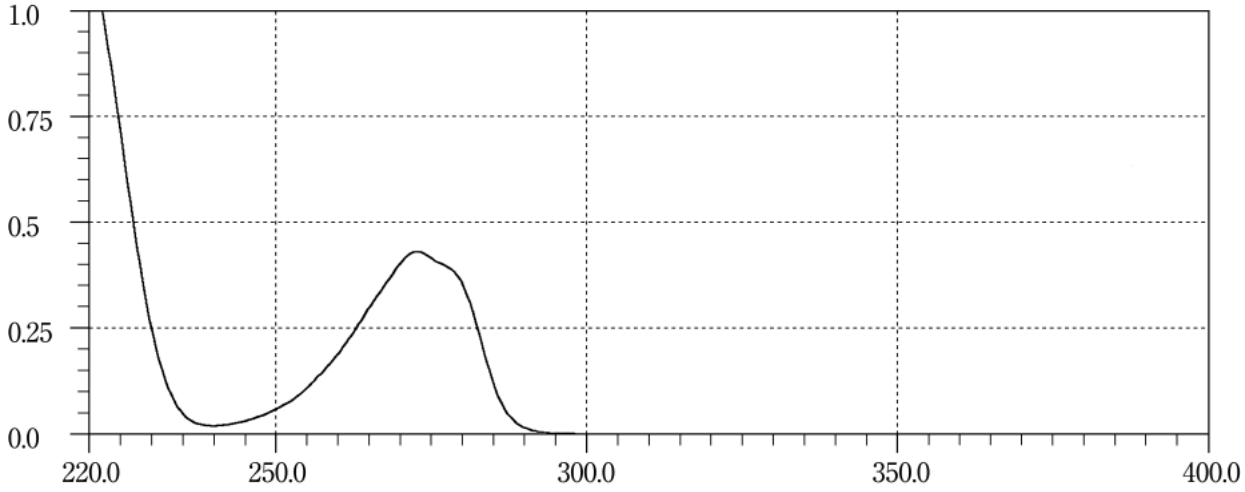
エチゾラム



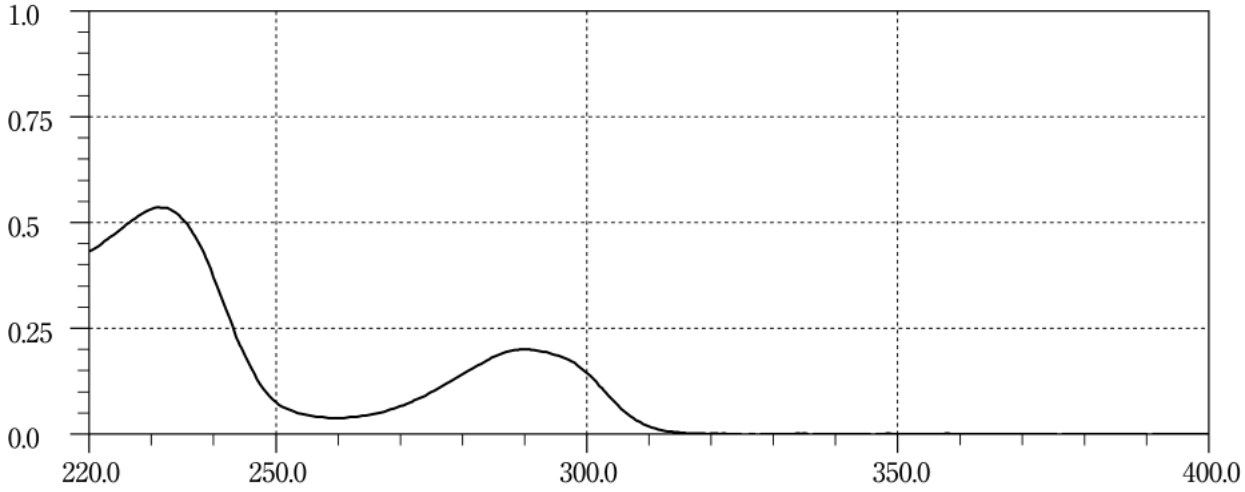
エチルモルヒネ塩酸塩水和物



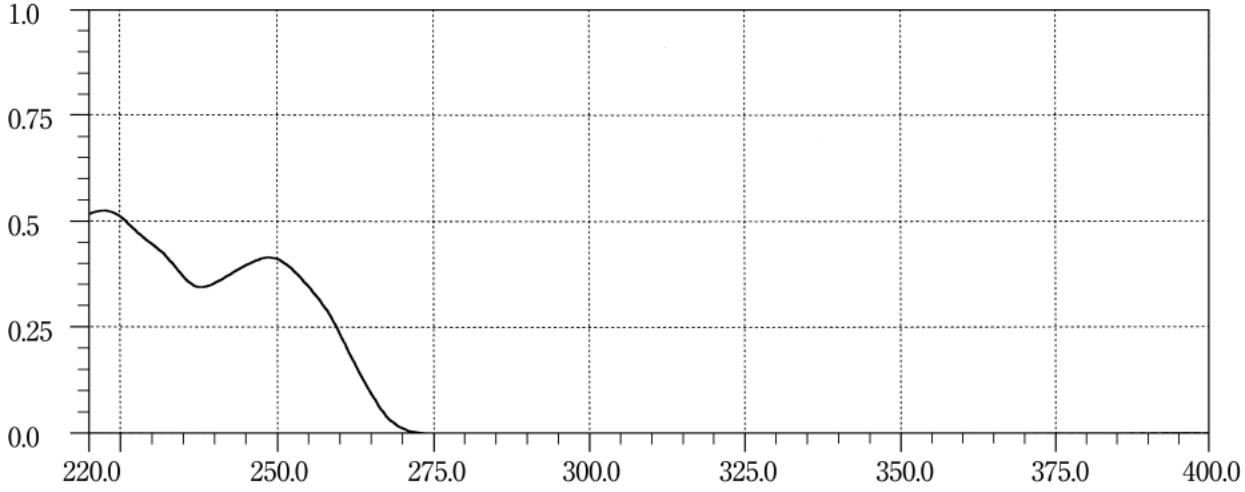
エチレフリン塩酸塩



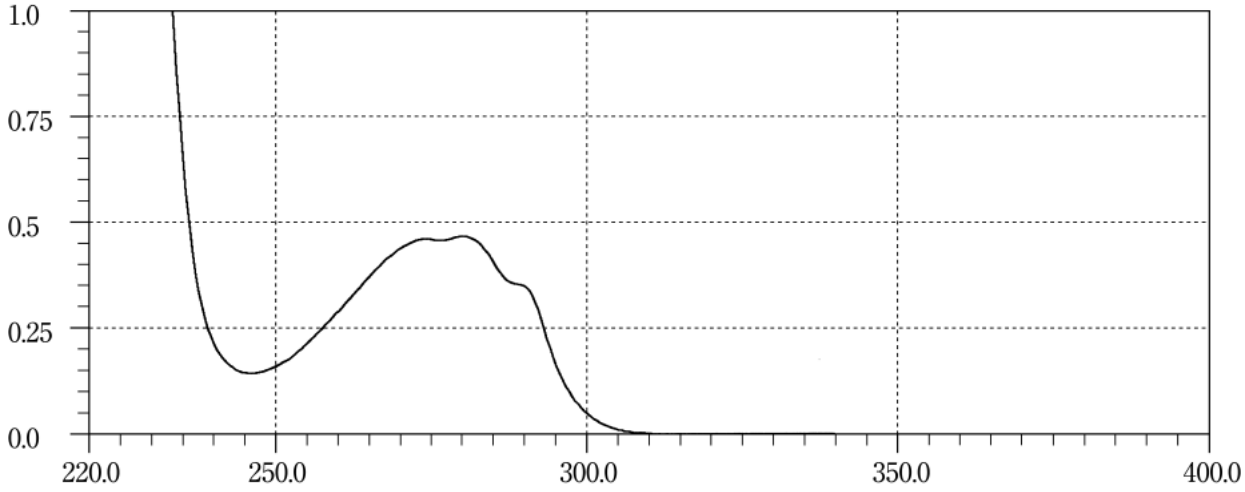
エテンザミド



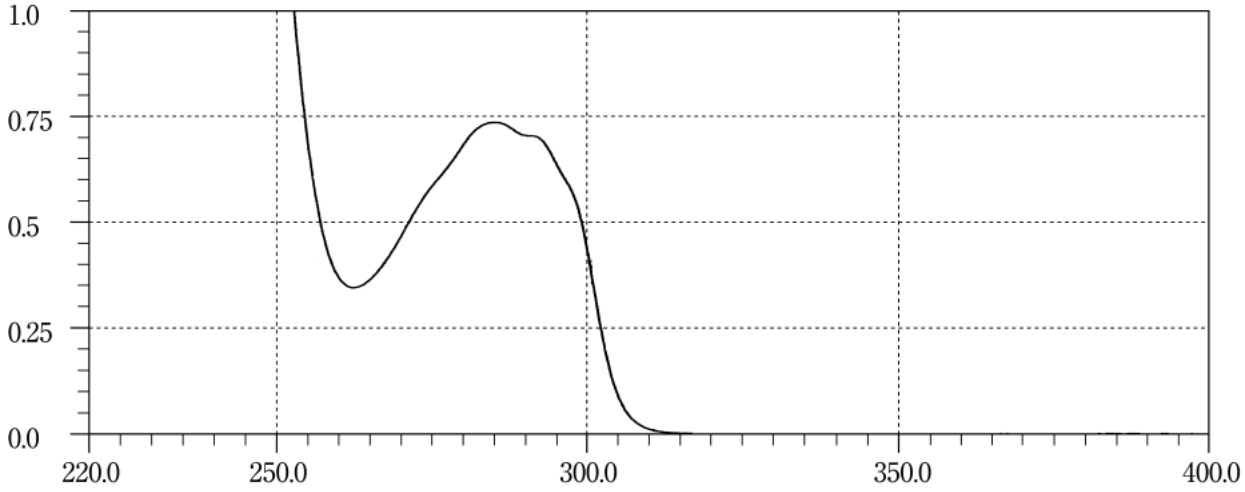
エトスクシミド



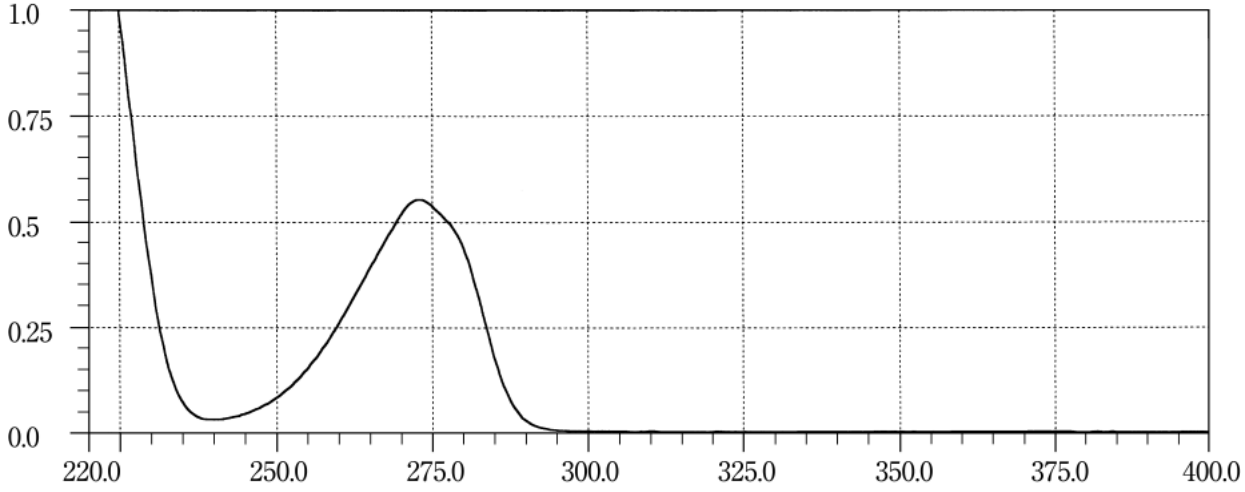
エトドラク



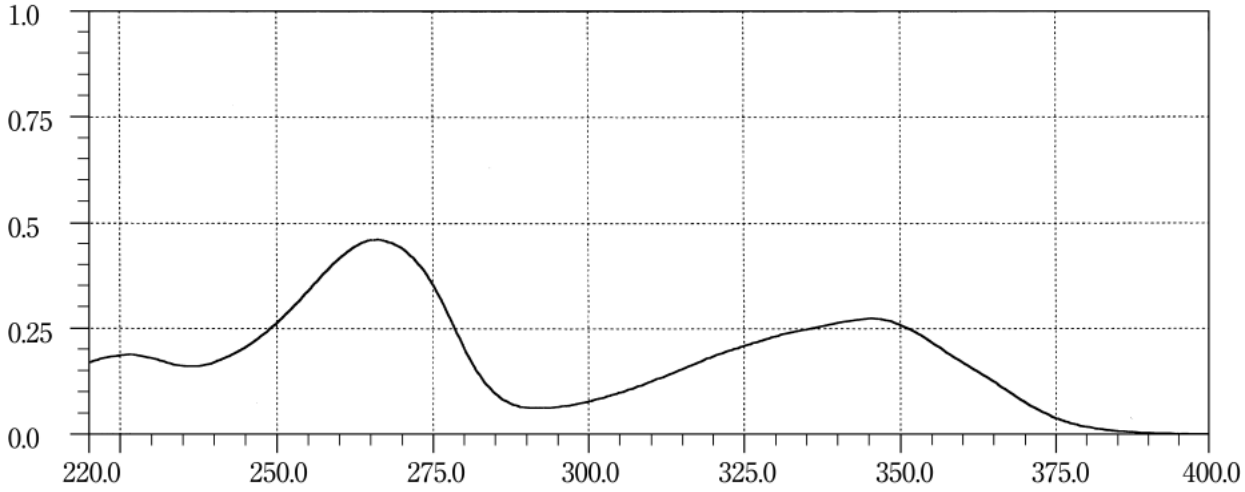
エトポシド



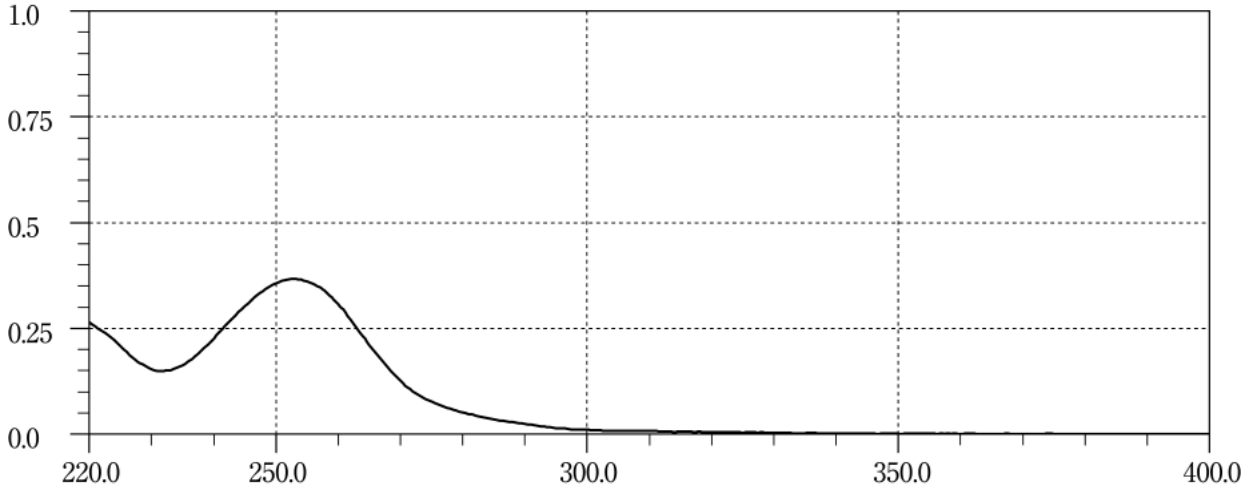
エドロホニウム塩化物



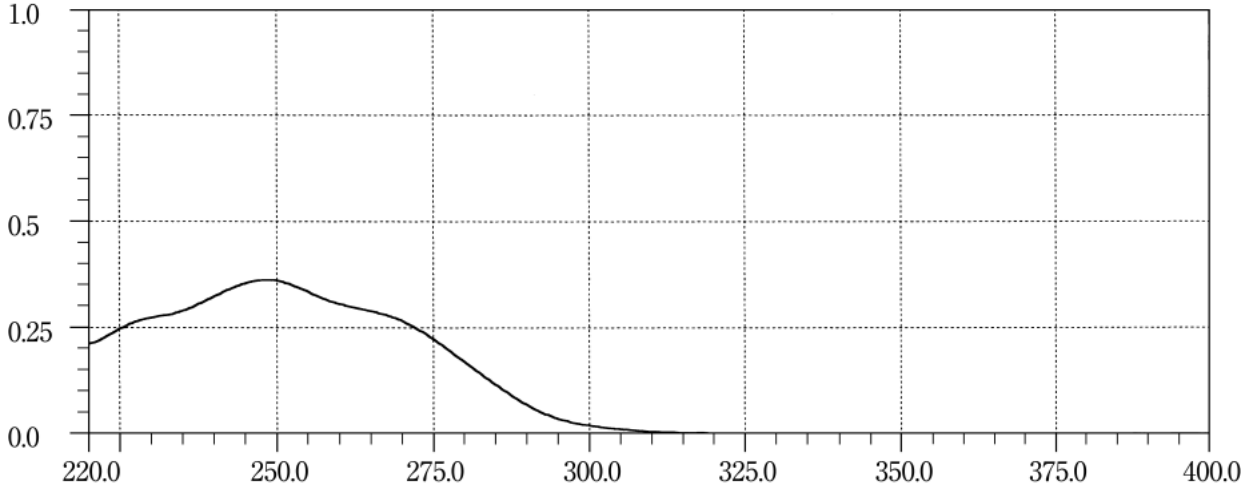
エノキサシン水和物



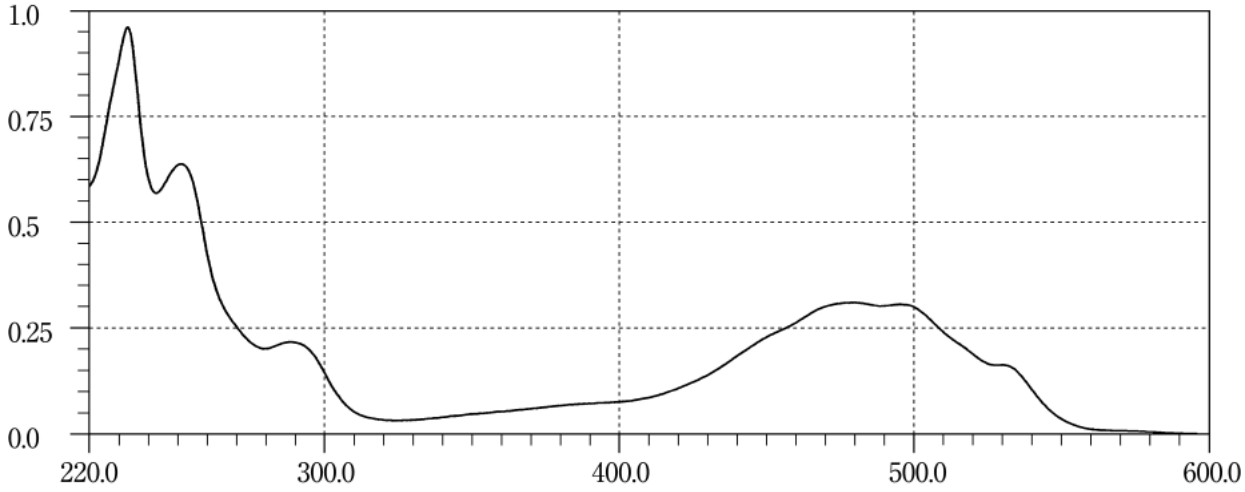
エバスチン



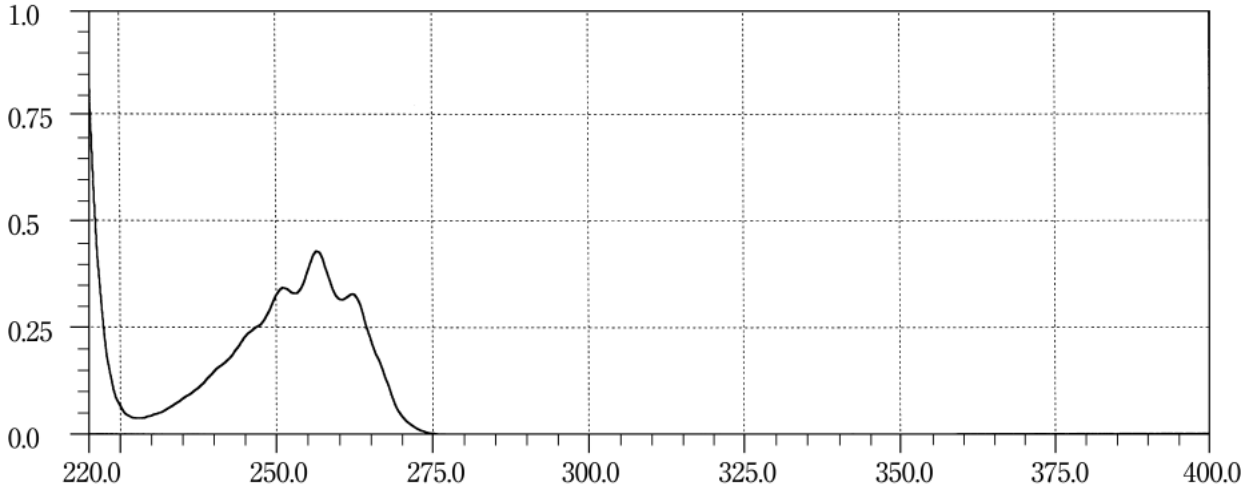
エピリゾール



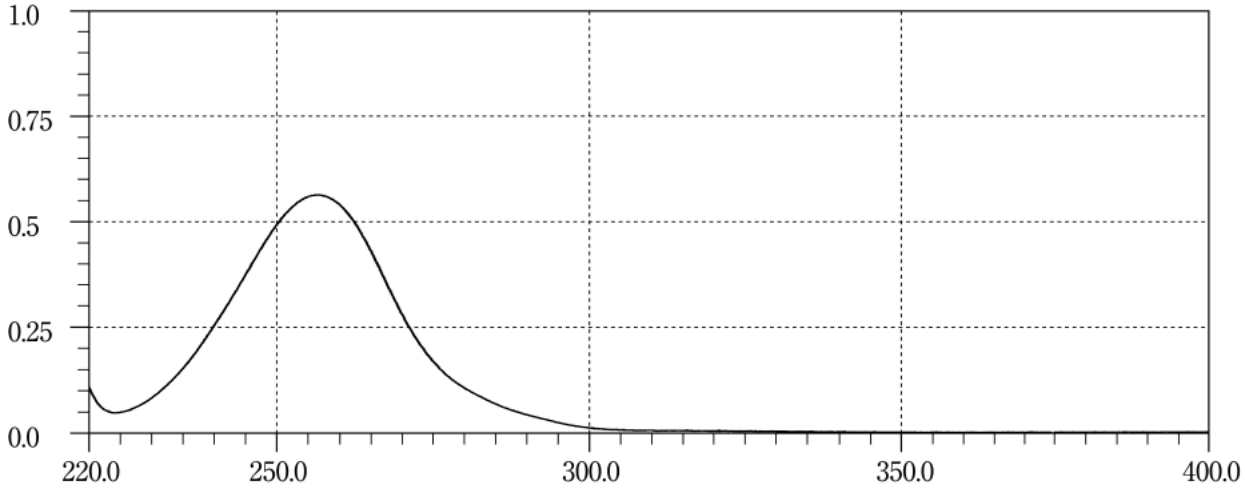
エピルビシン塩酸塩



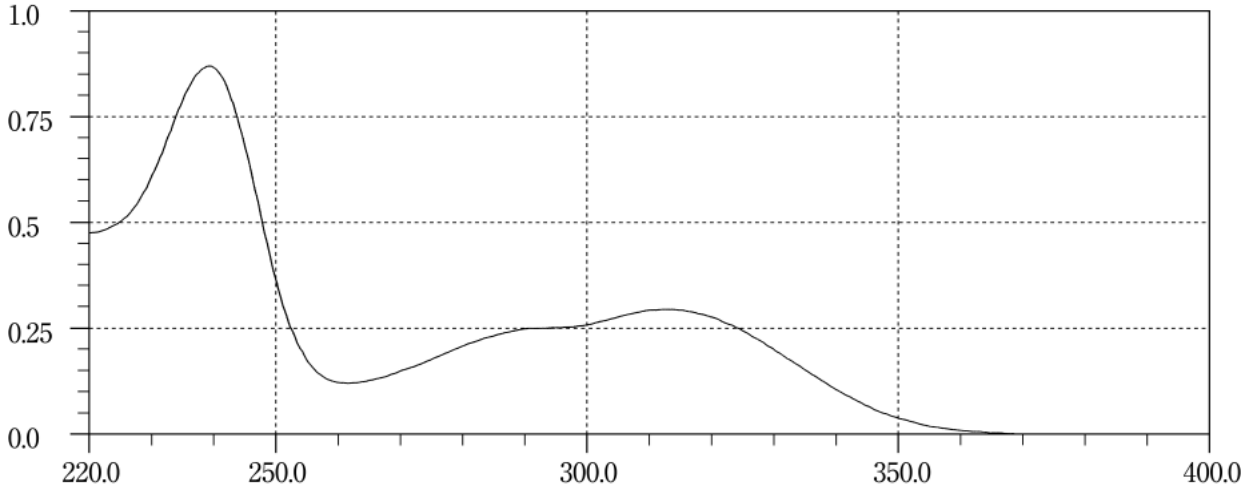
エフェドリン塩酸塩



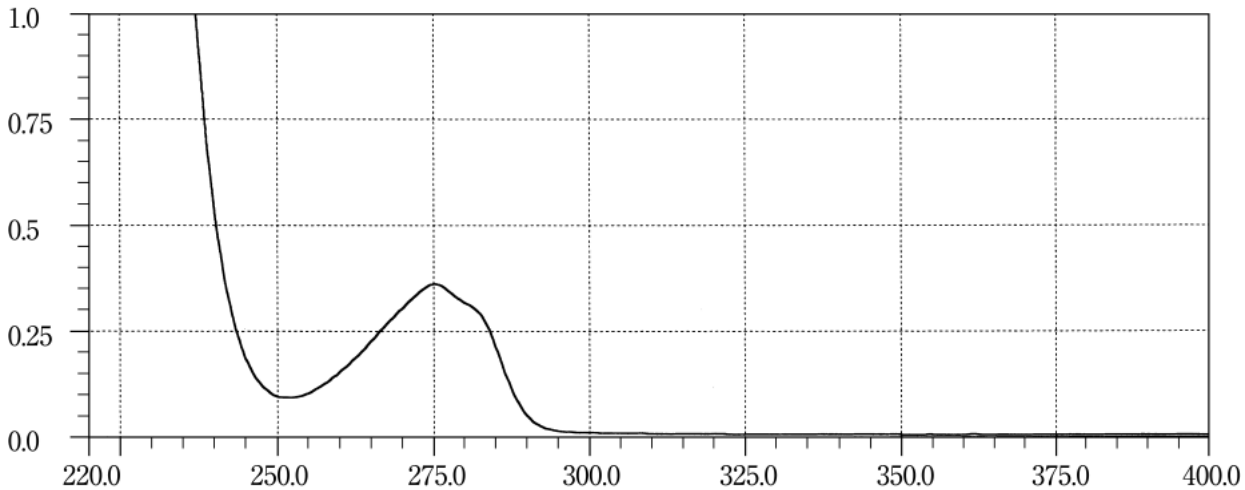
エペリゾン塩酸塩



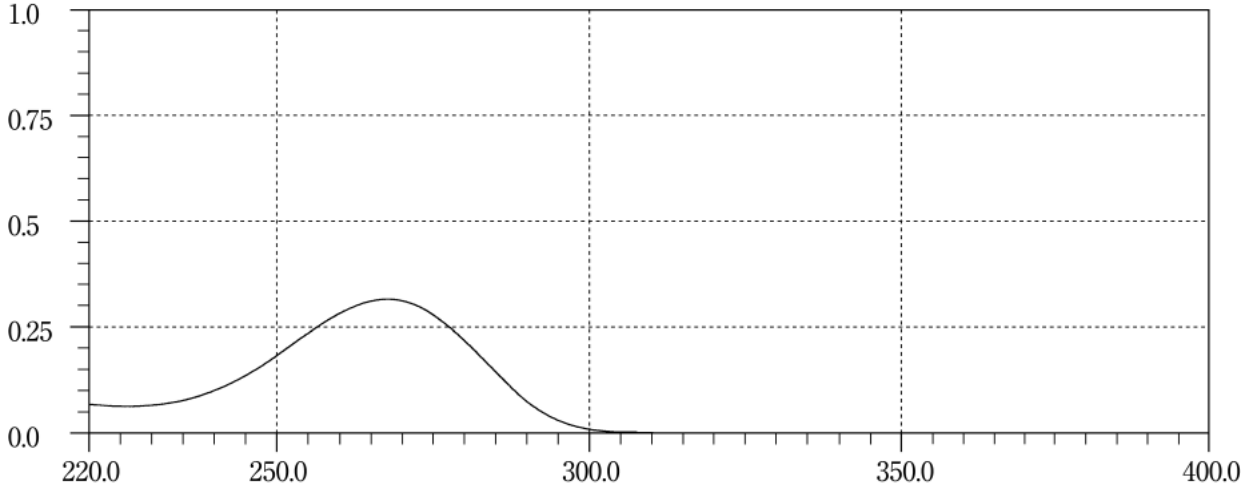
エモルファゾン



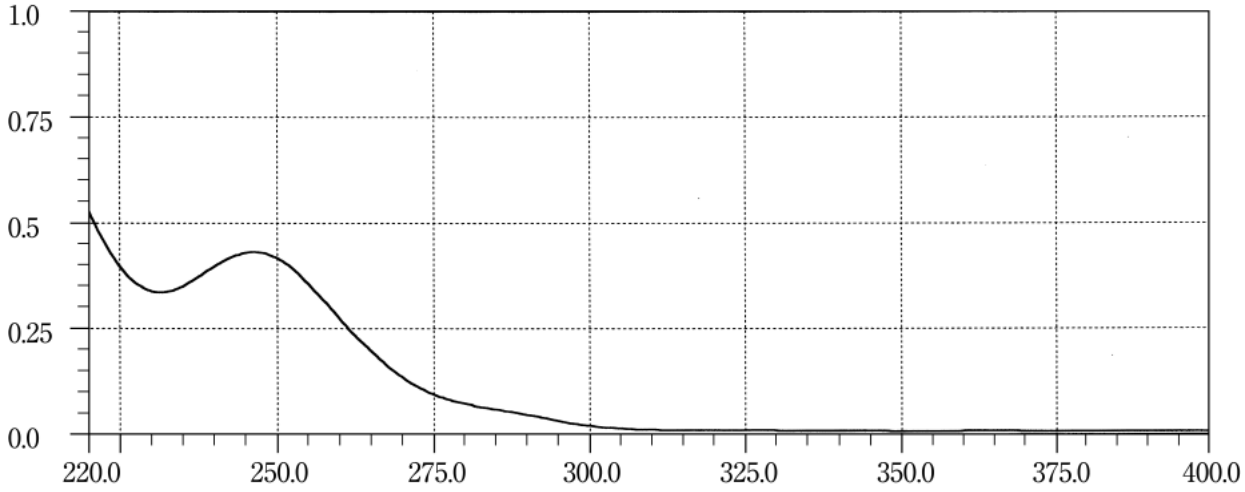
エルカトニン



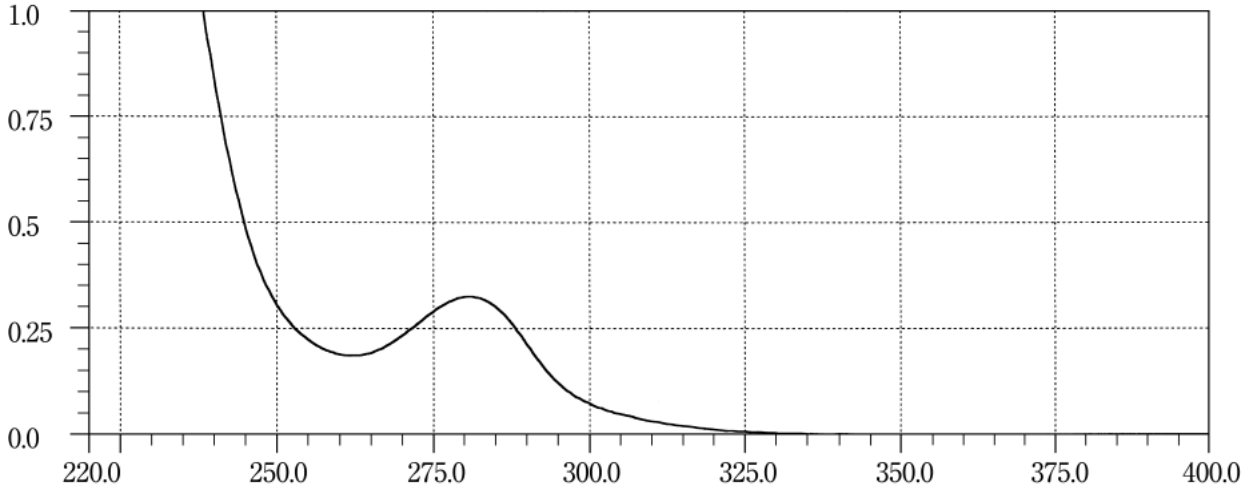
エンビオマイシン硫酸塩



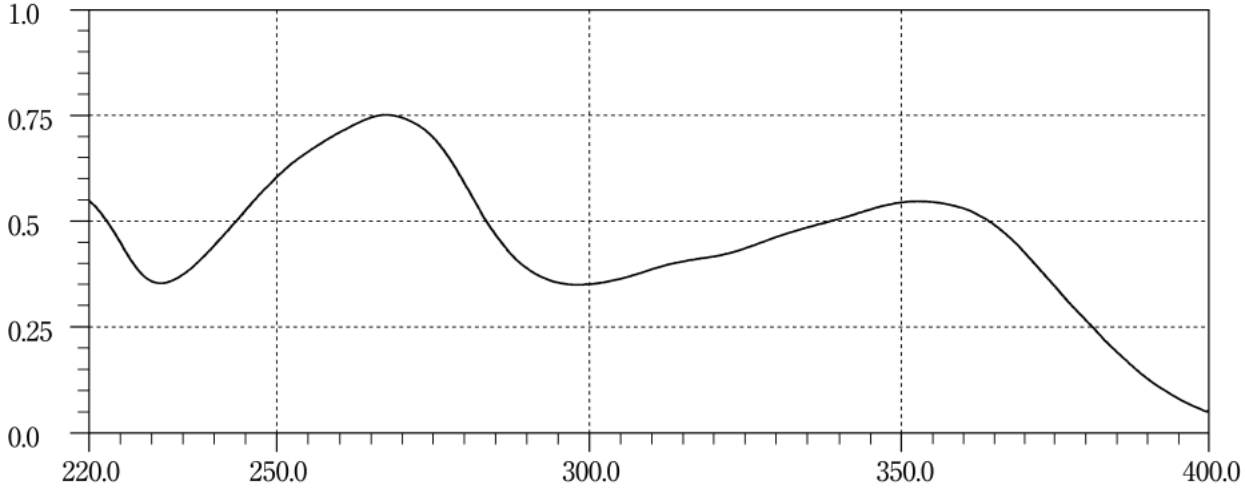
オキサゾラム



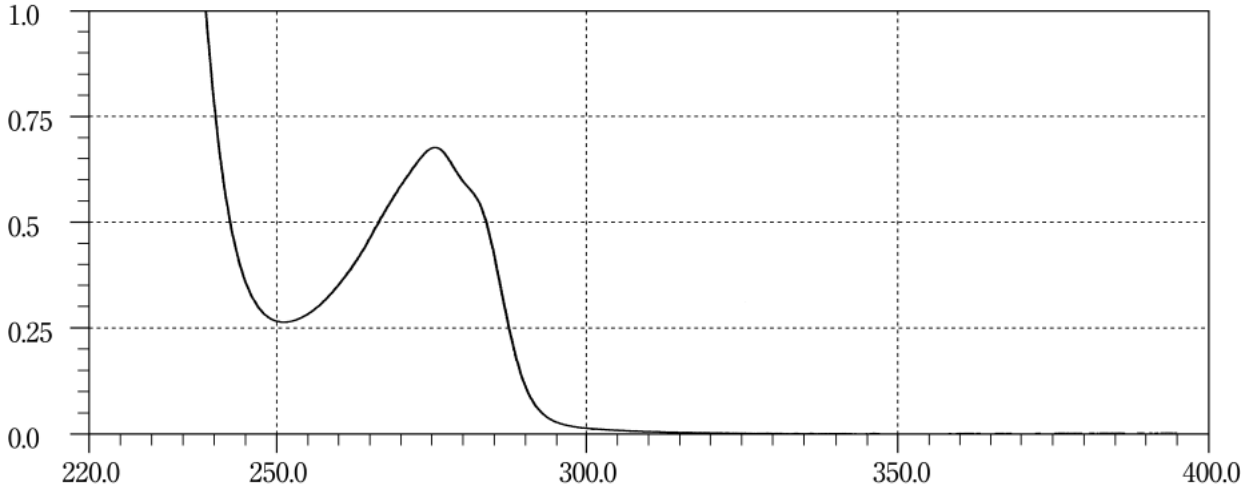
オキシコドン塩酸塩水和物



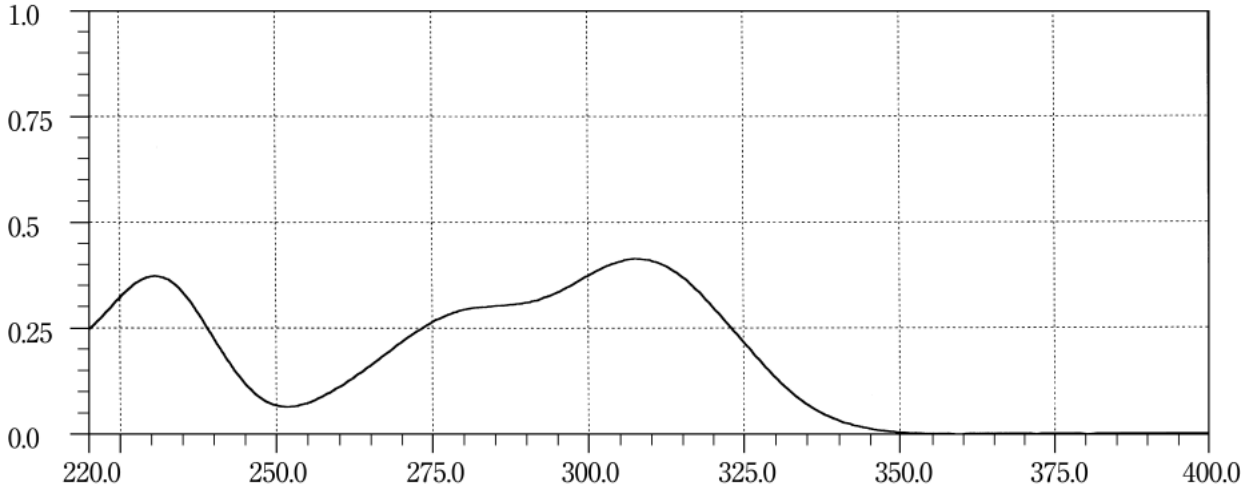
オキシテトラサイクリン塩酸塩



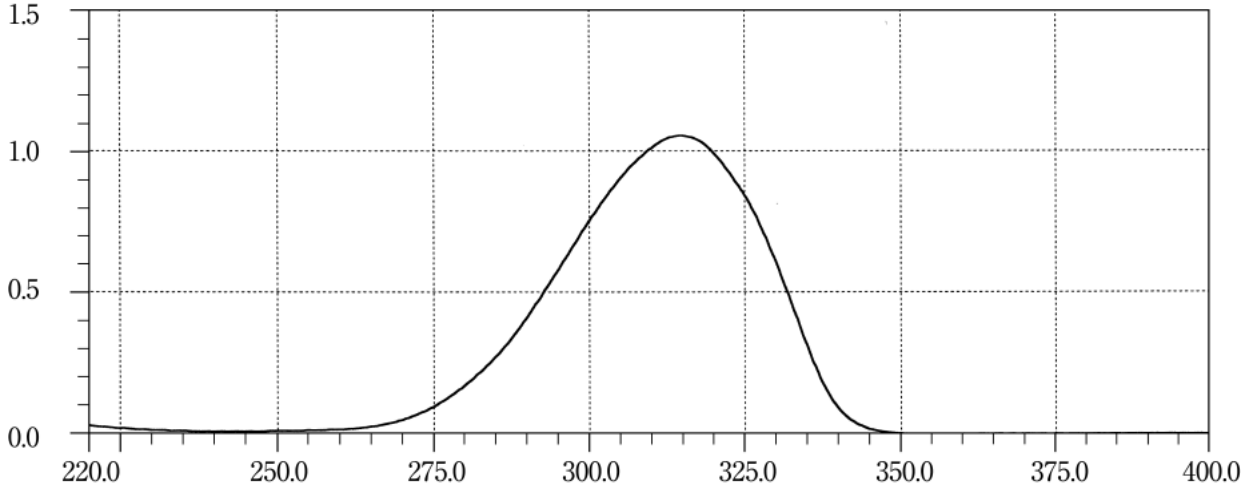
オキシトシン



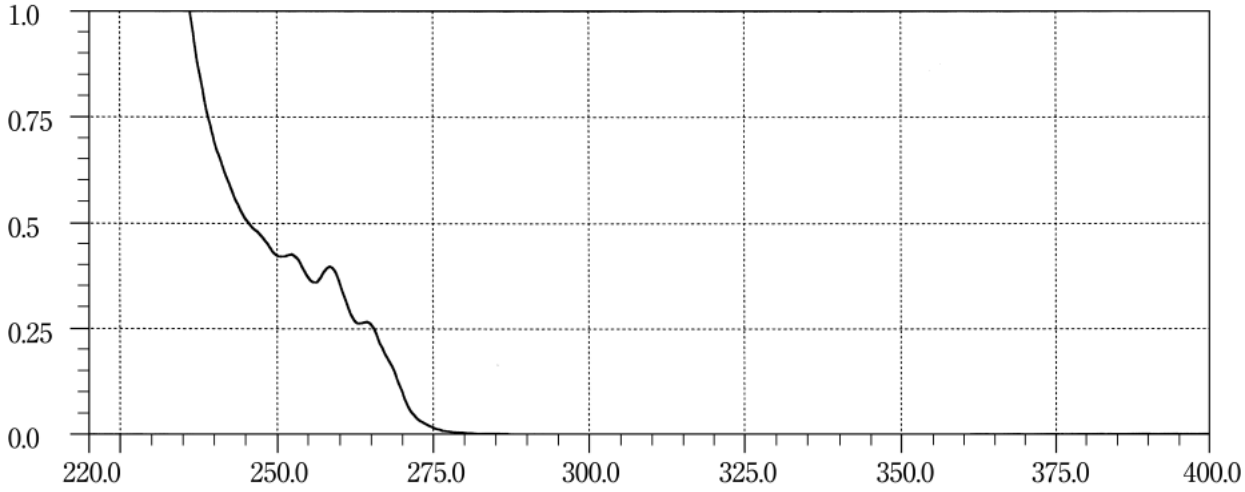
オキシブプロカイン塩酸塩



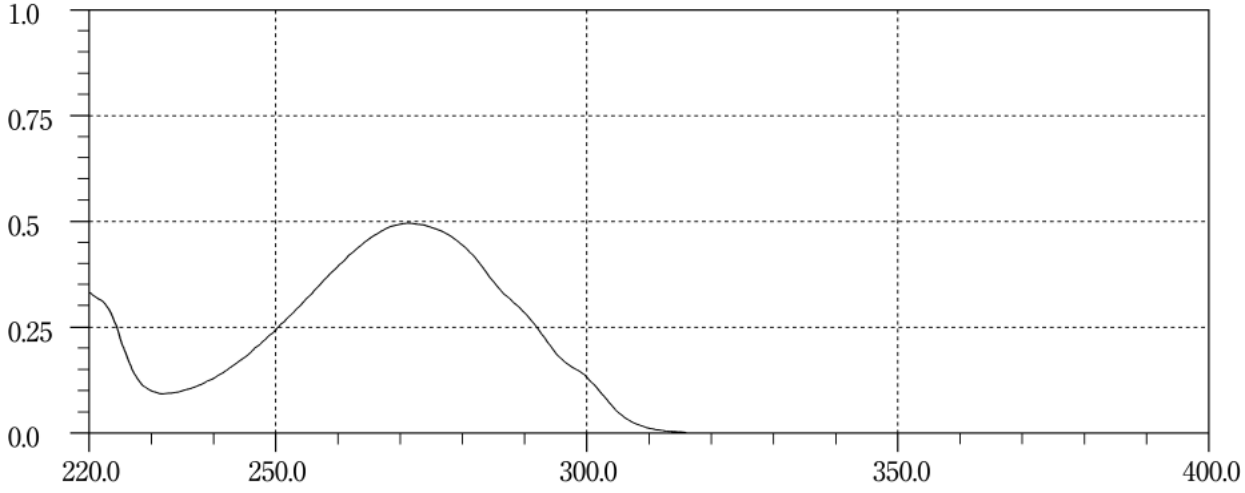
オキシメトロン



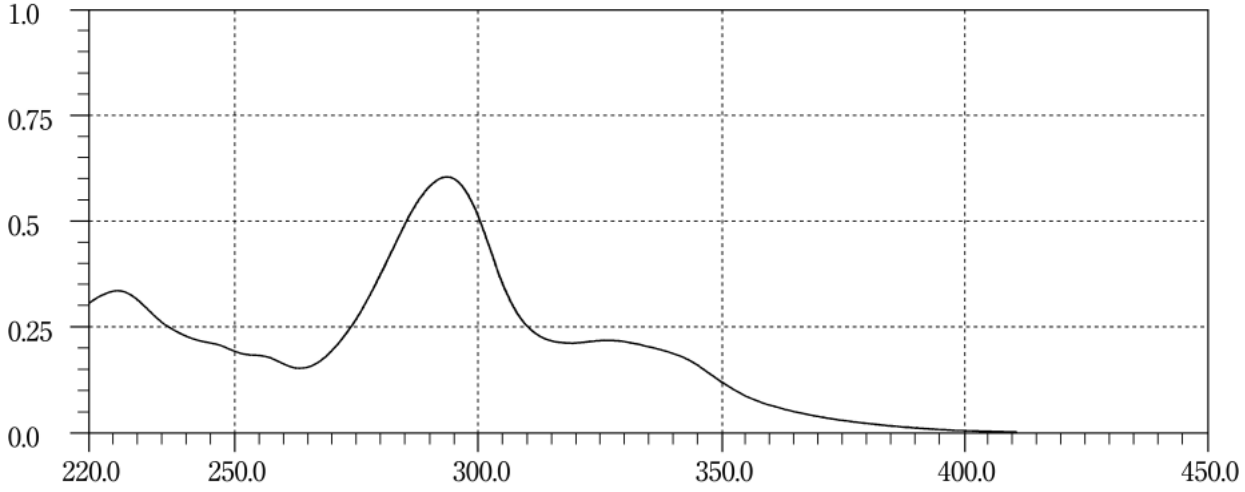
オキセサゼイン



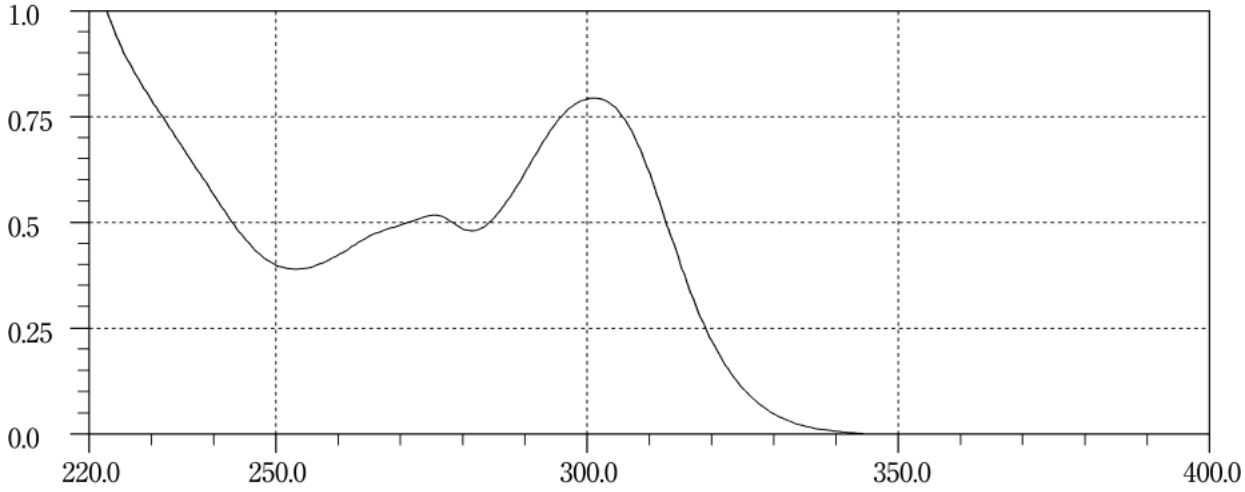
オザグレルナトリウム



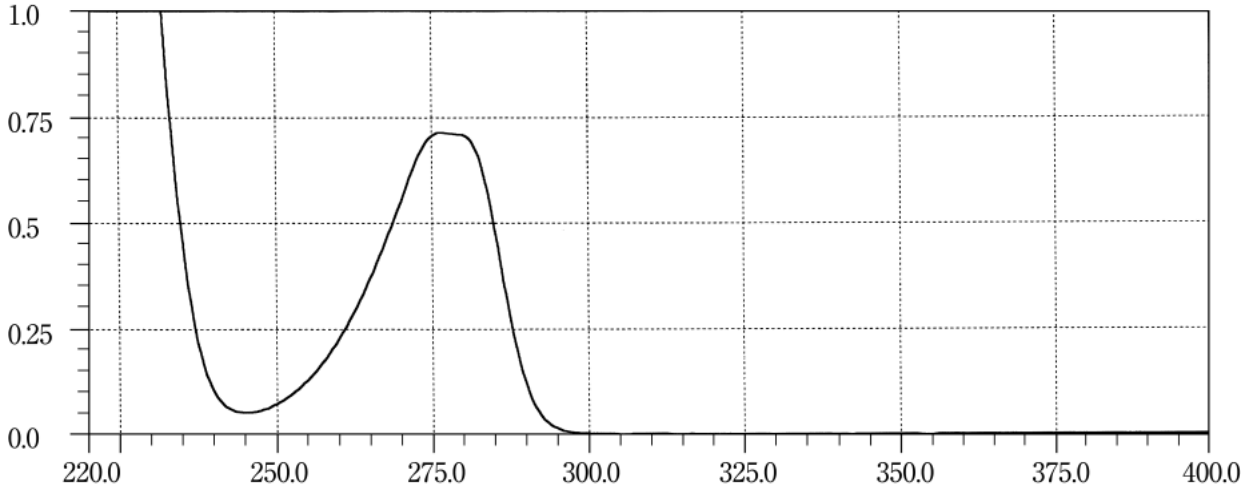
オフロキサシン



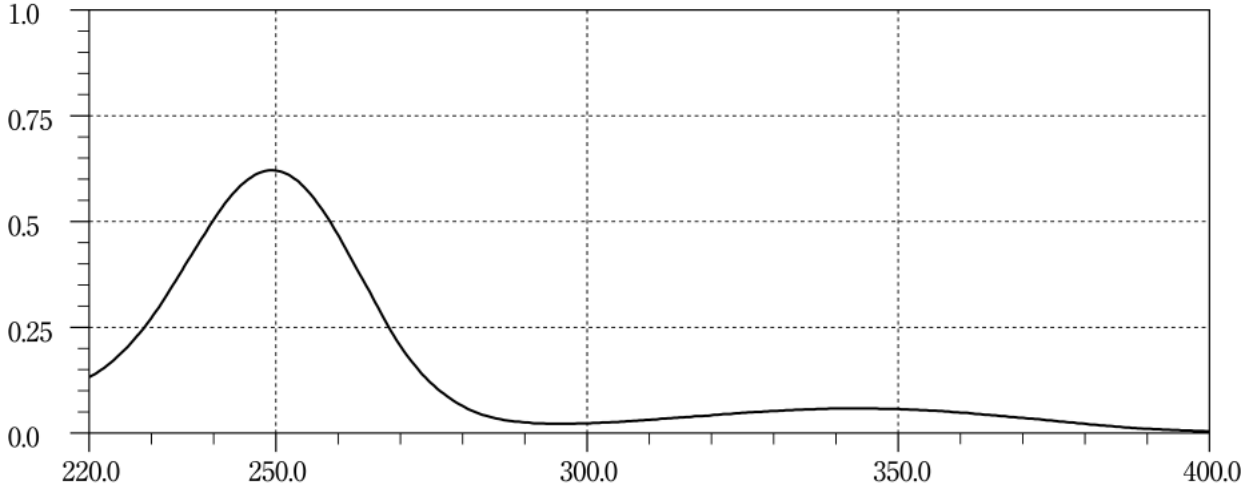
オメプラゾール



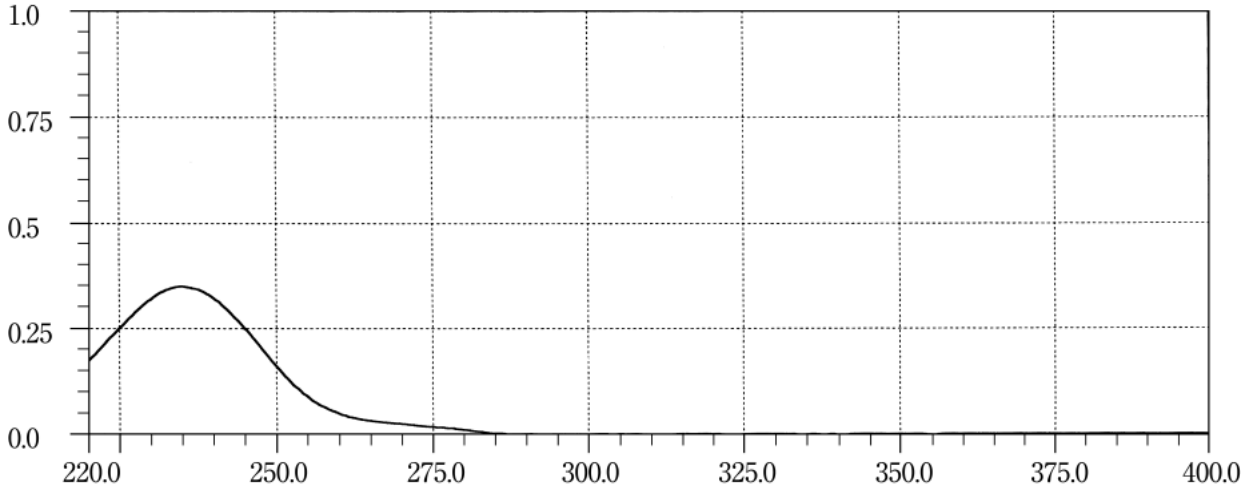
オルシプレナリン硫酸塩



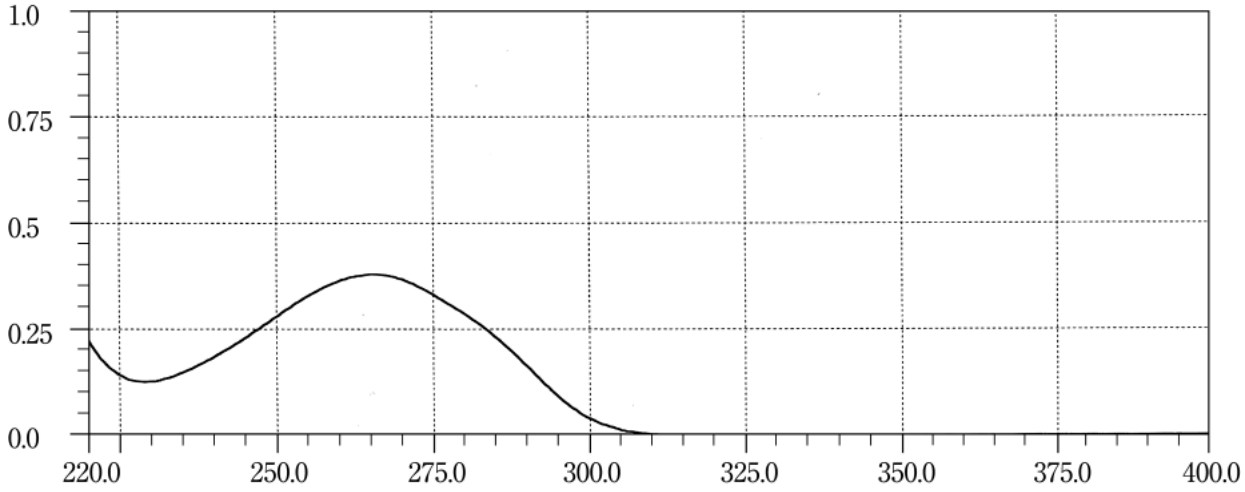
カドララジン



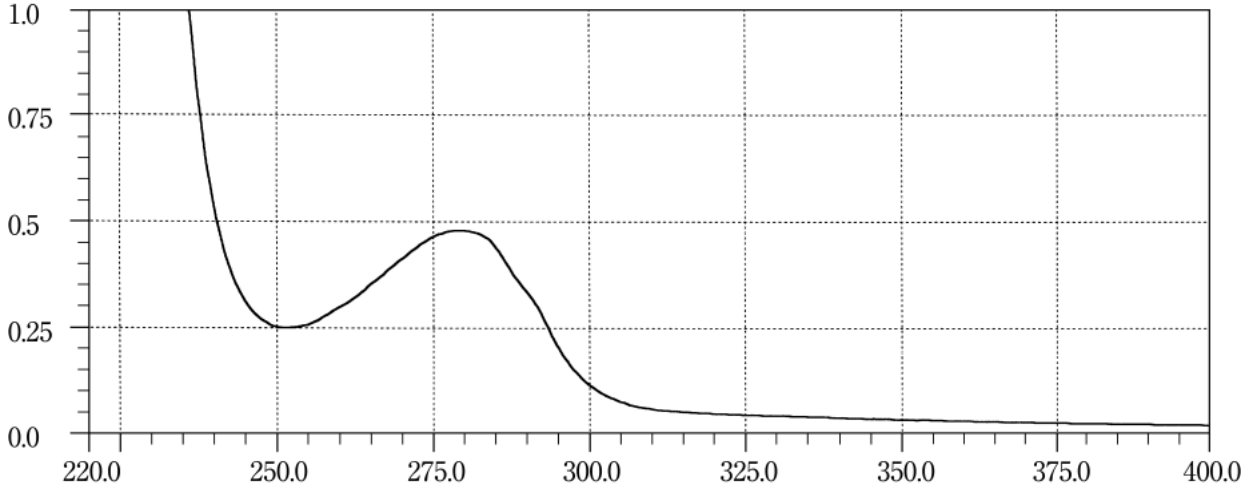
ガベキサートメシル酸塩



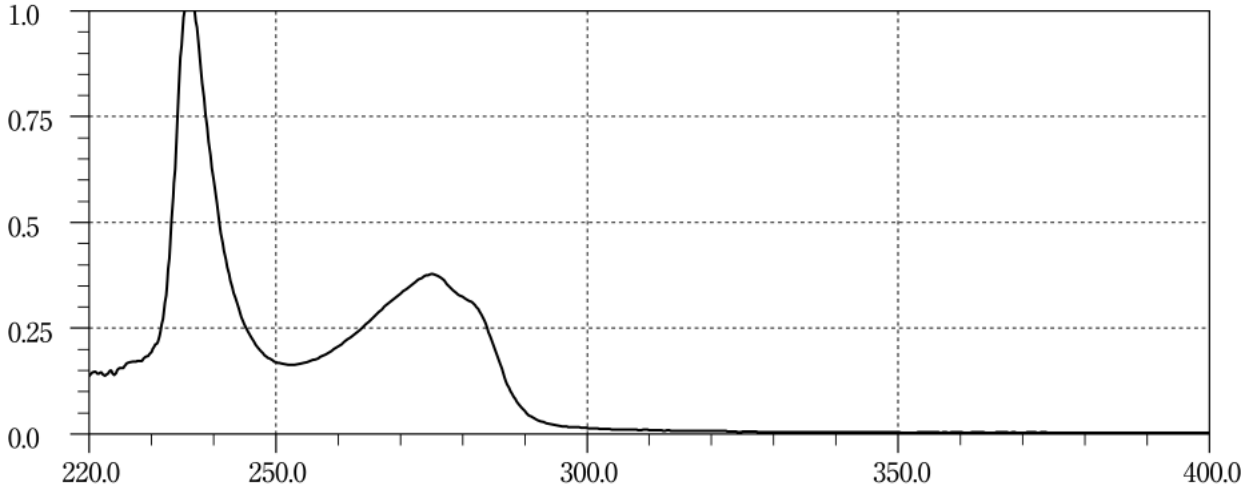
カモスタットメシル酸塩



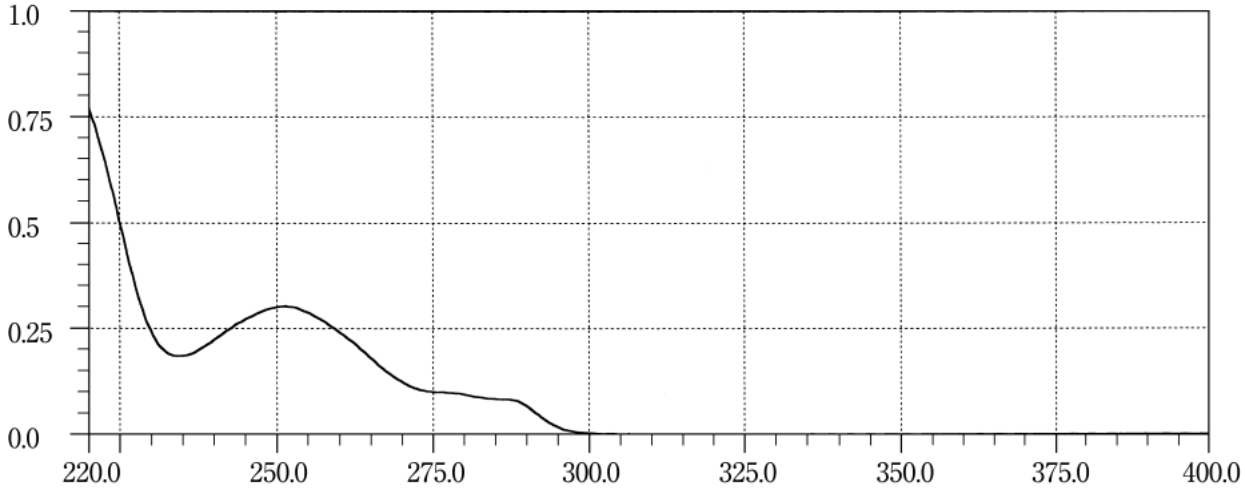
β－ガラクトシダーゼ(アスペルギルス)



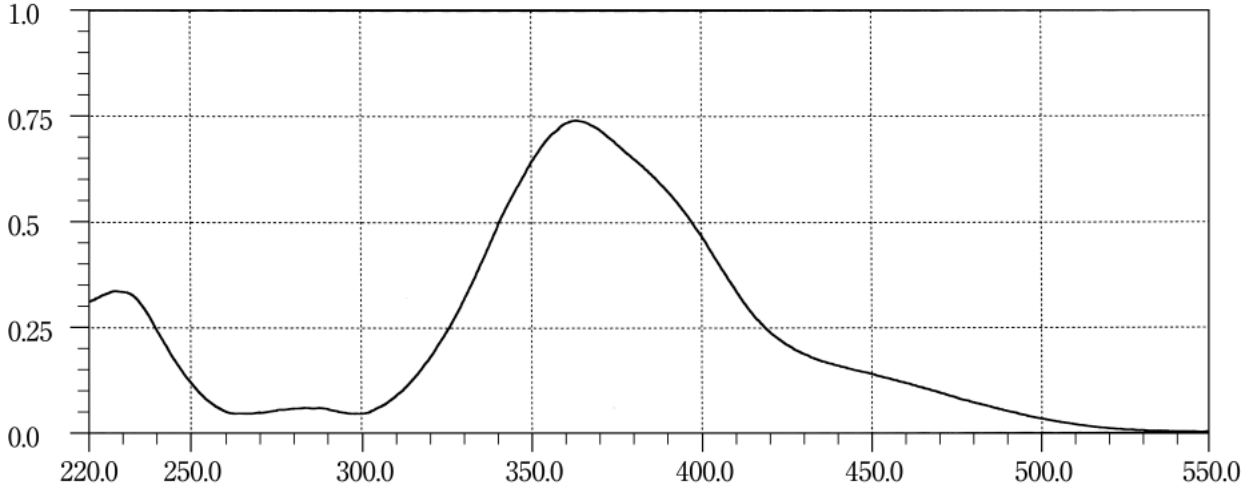
カルシトニン(サケ)



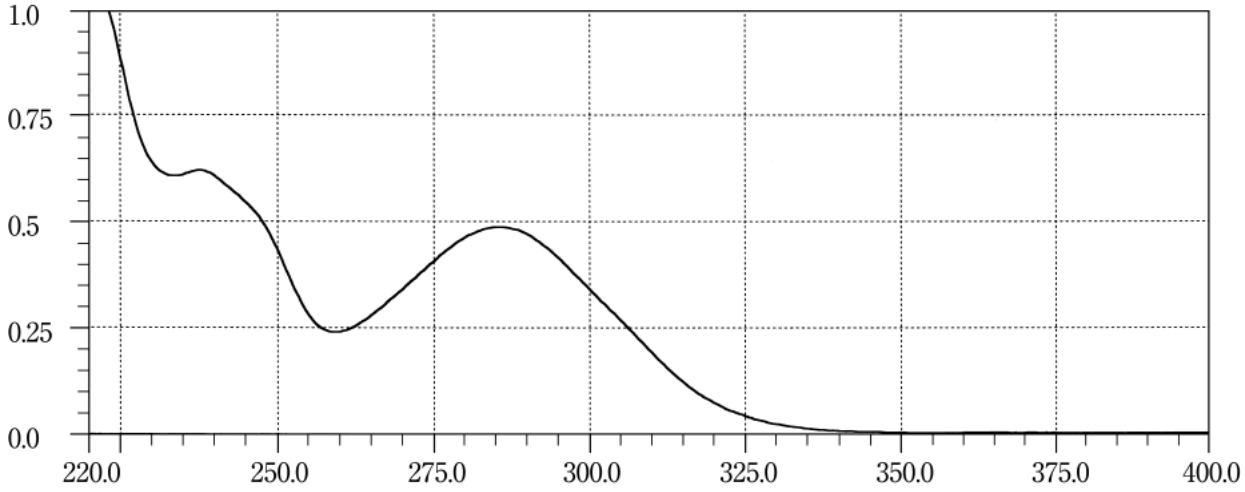
カルテオロール塩酸塩



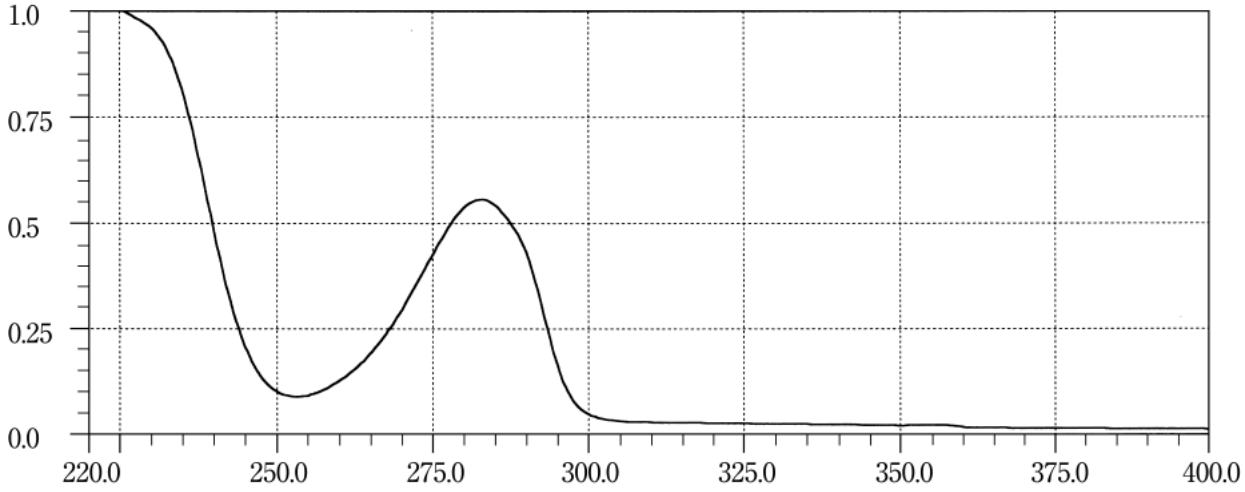
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物



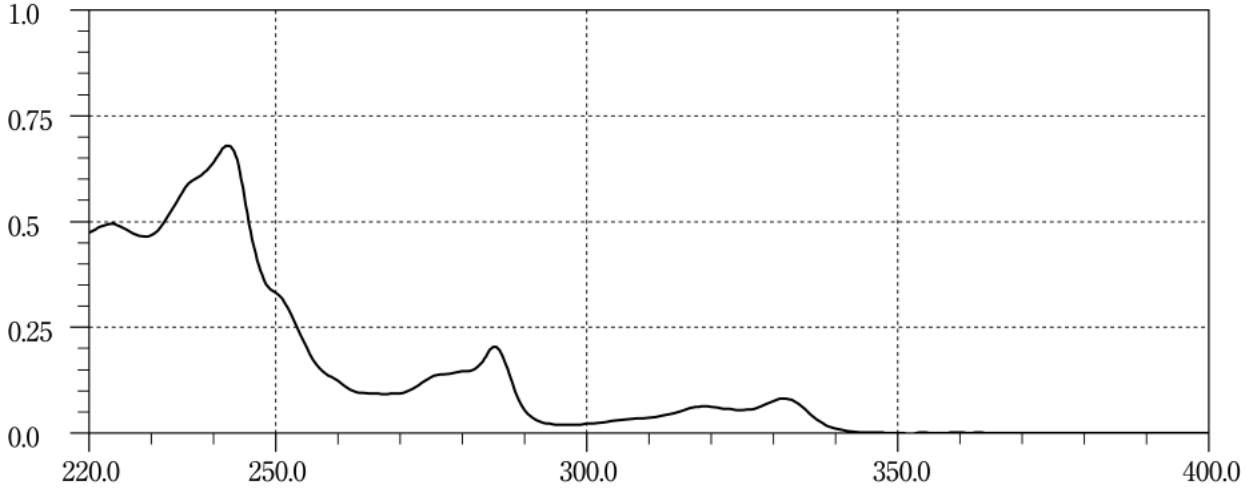
カルバマゼピン



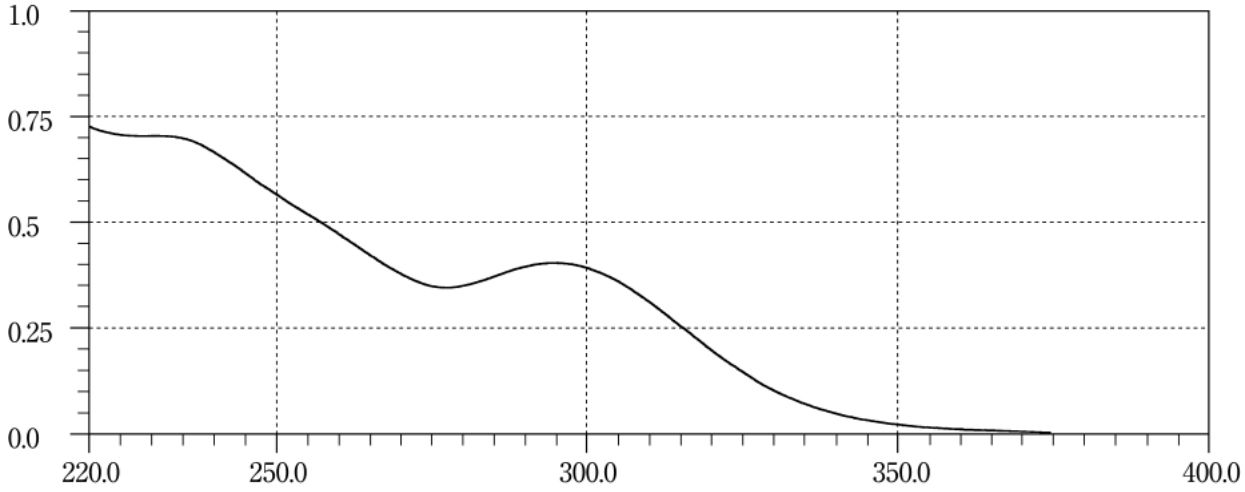
カルビドパ水和物



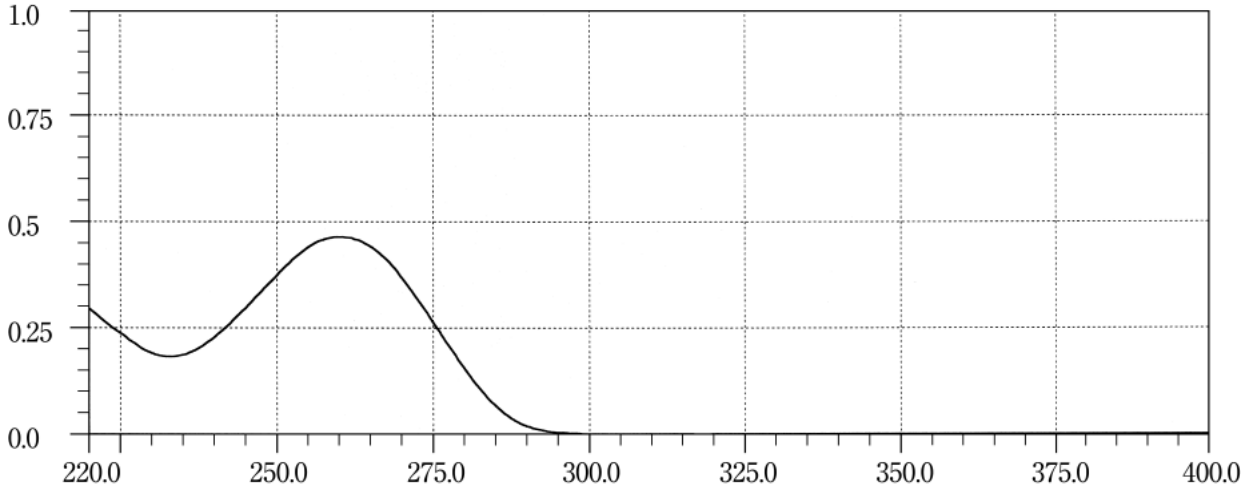
カルベジロール



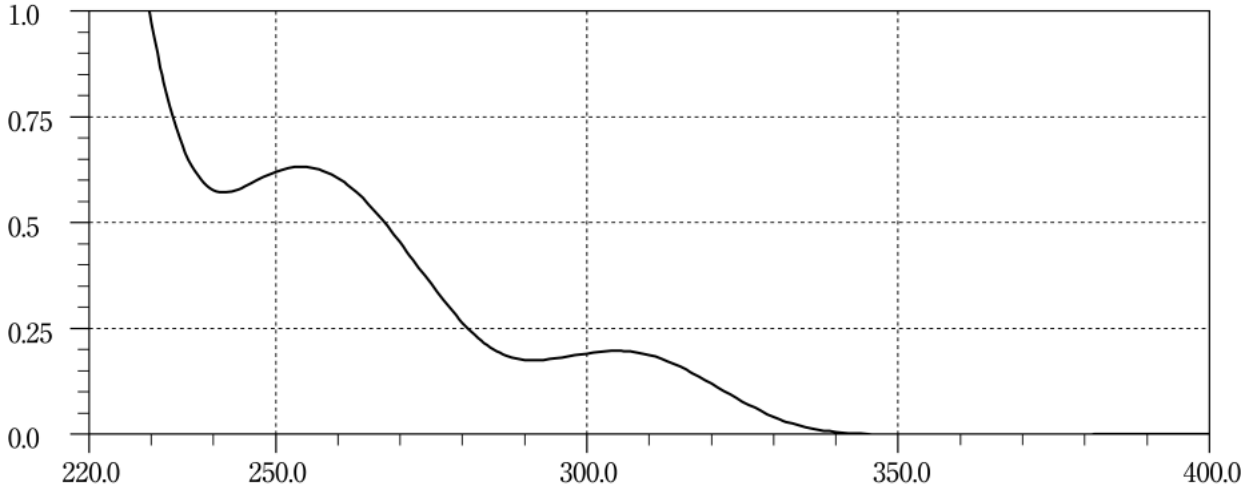
カルモナムナトリウム



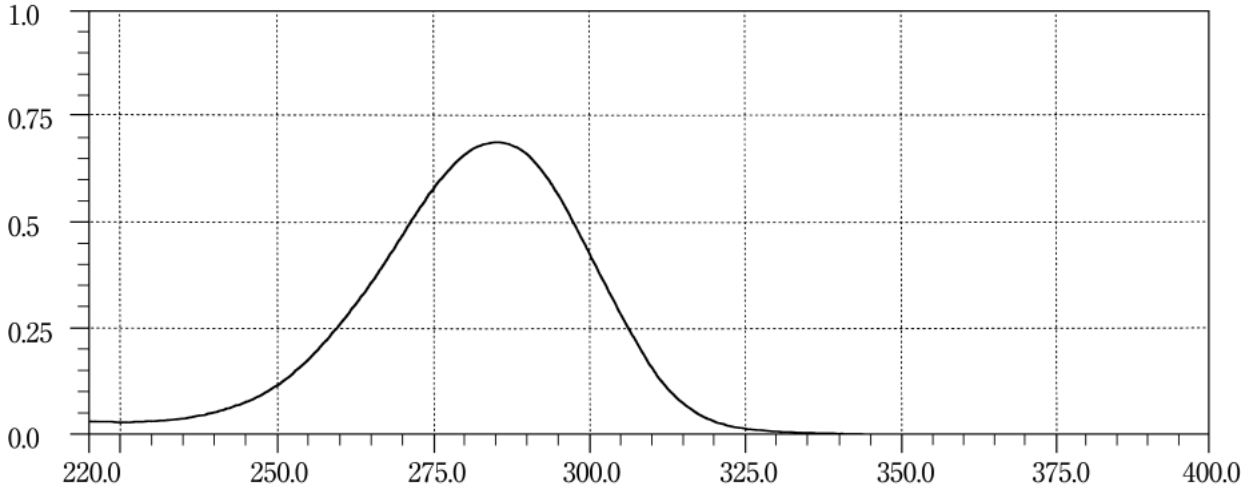
カルモフール



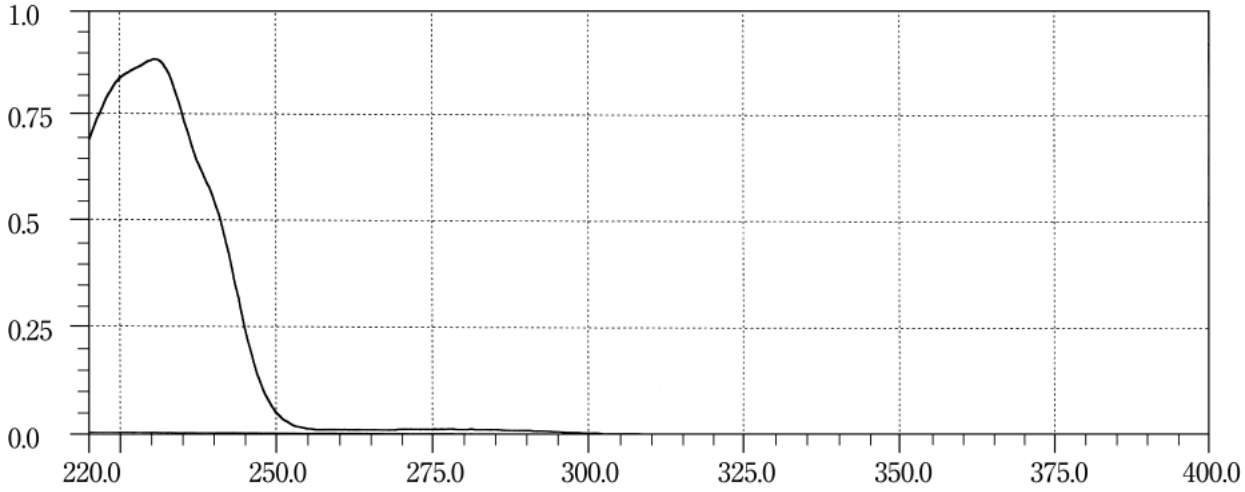
カンデサルタン　シレキセチル



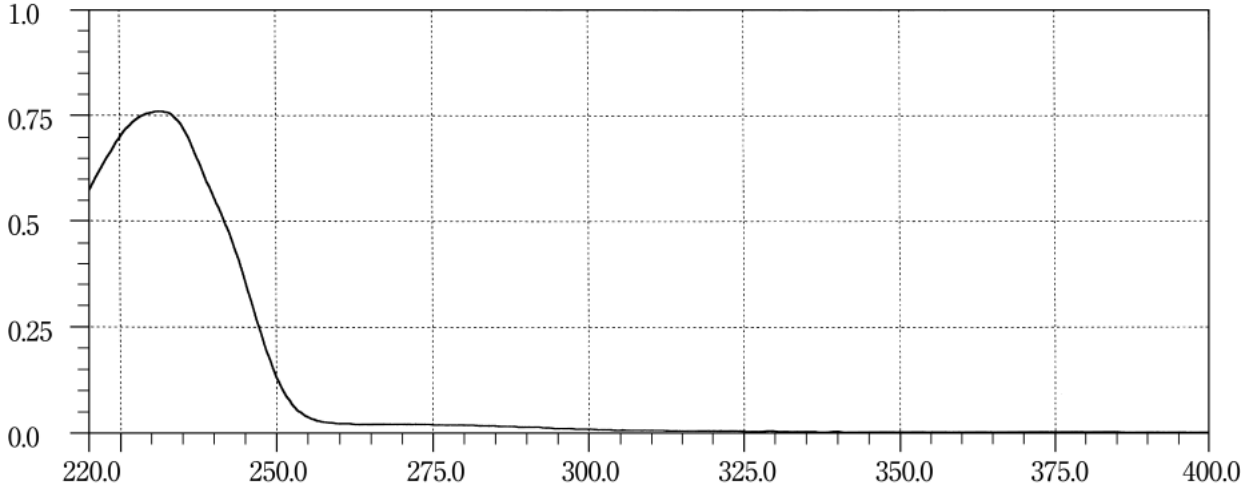
カンレノ酸カリウム



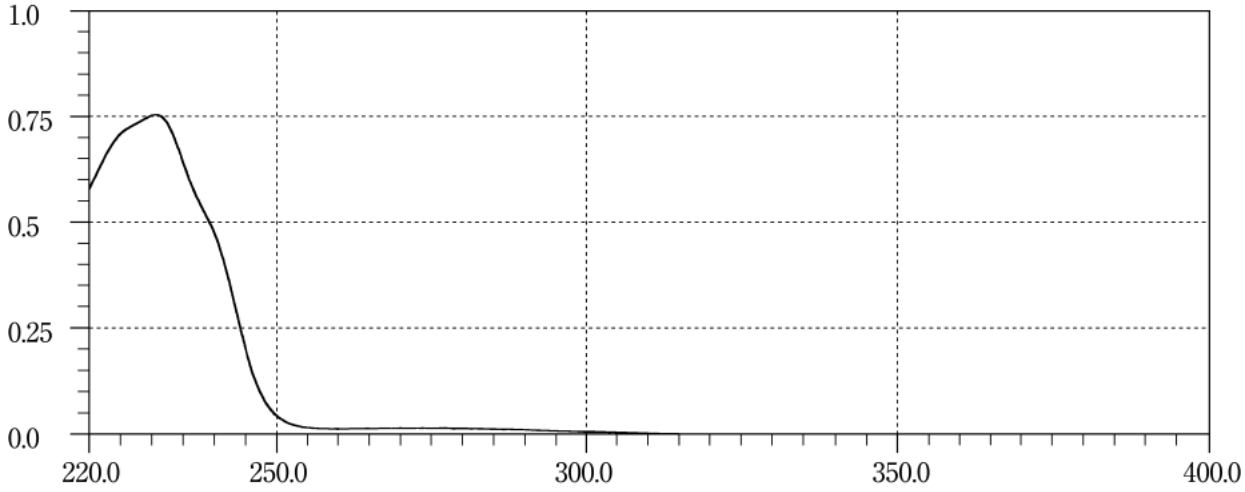
キタサマイシン



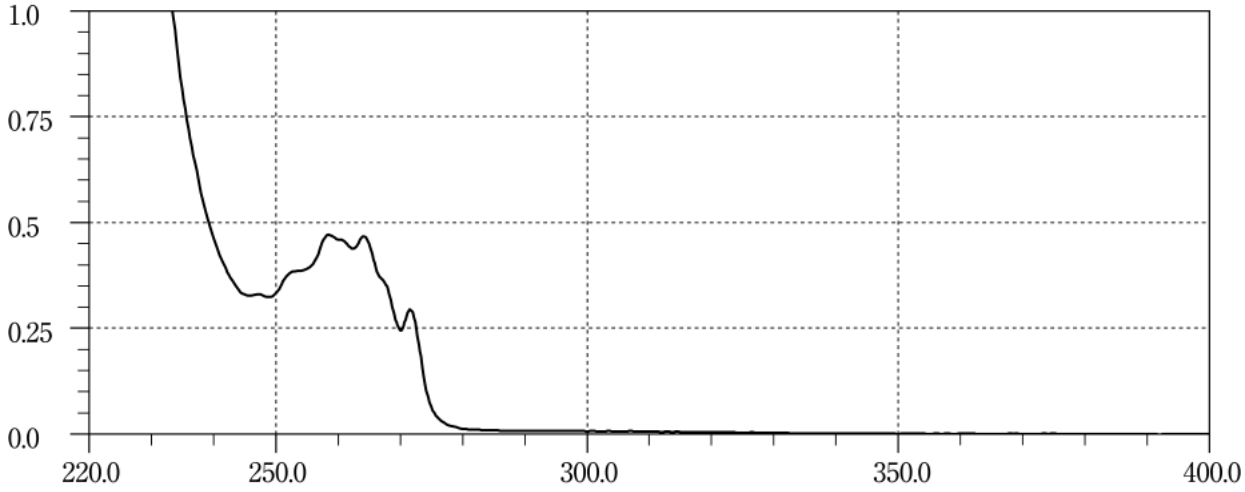
キタサマイシン酢酸エステル



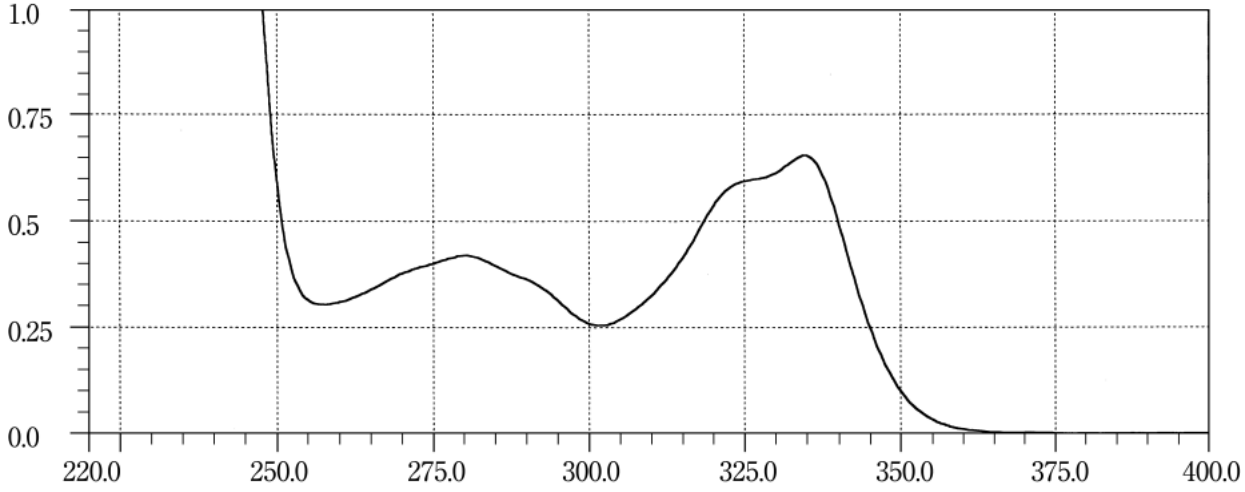
キタサマイシン酒石酸塩



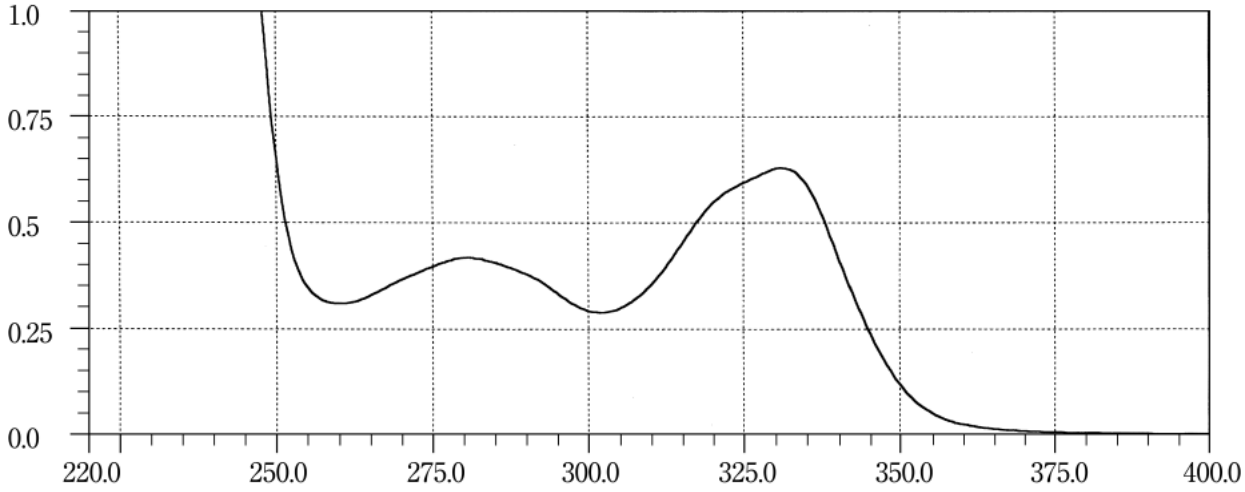
キナプリル塩酸塩



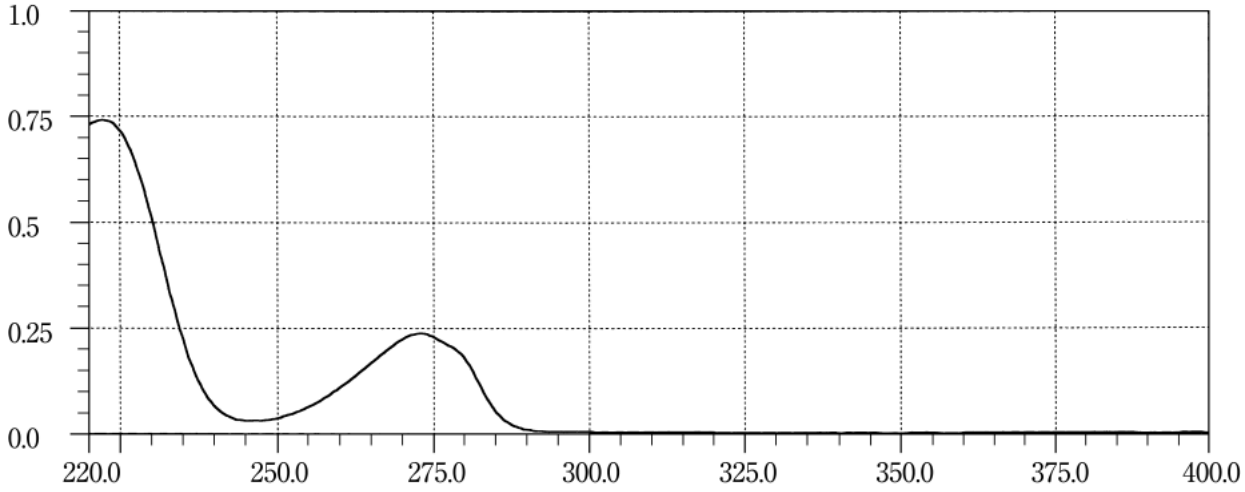
キニーネエチル炭酸エステル



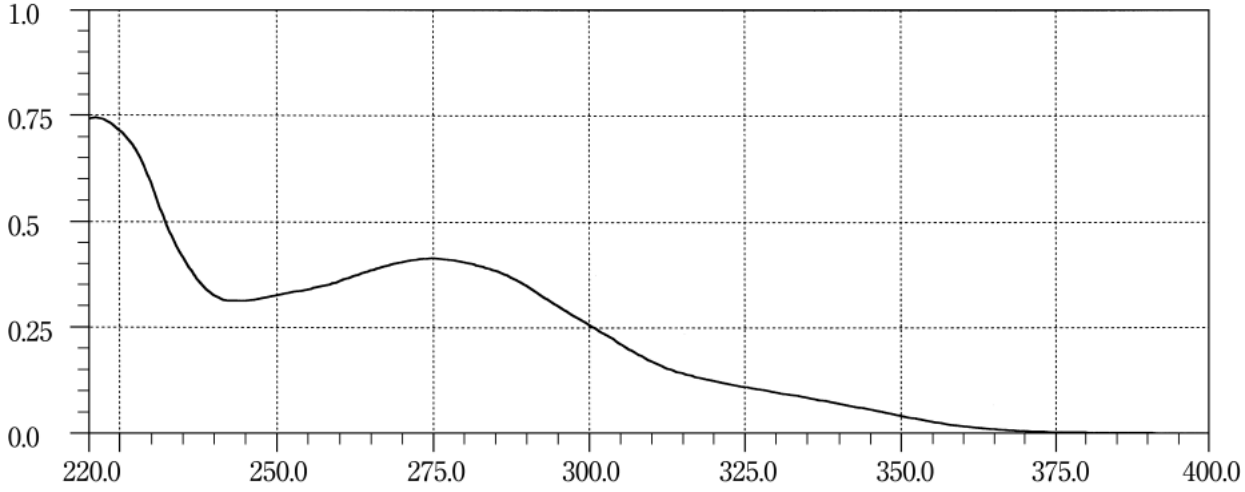
キニーネ硫酸塩水和物



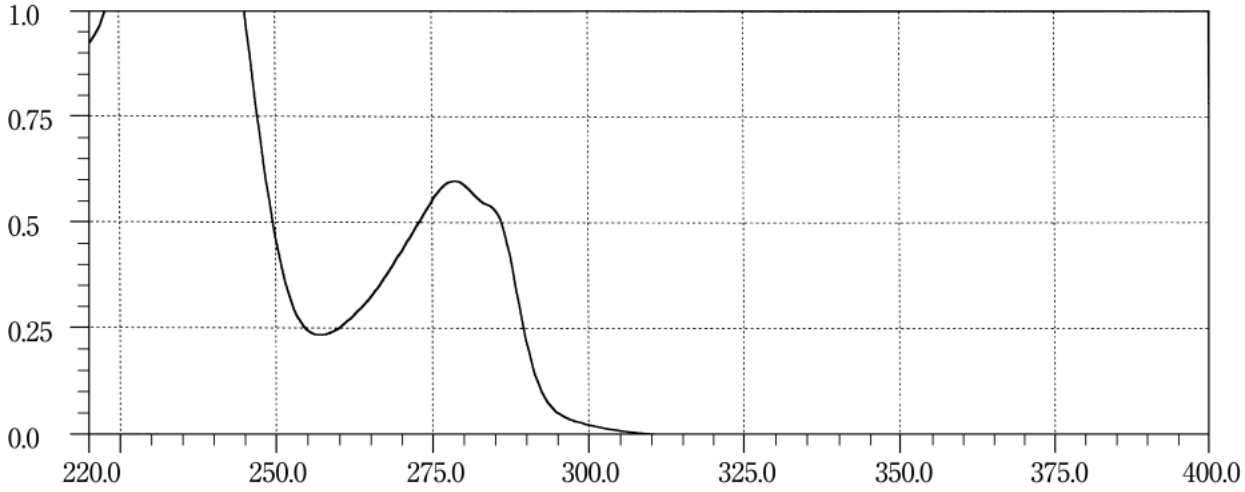
グアイフェネシン



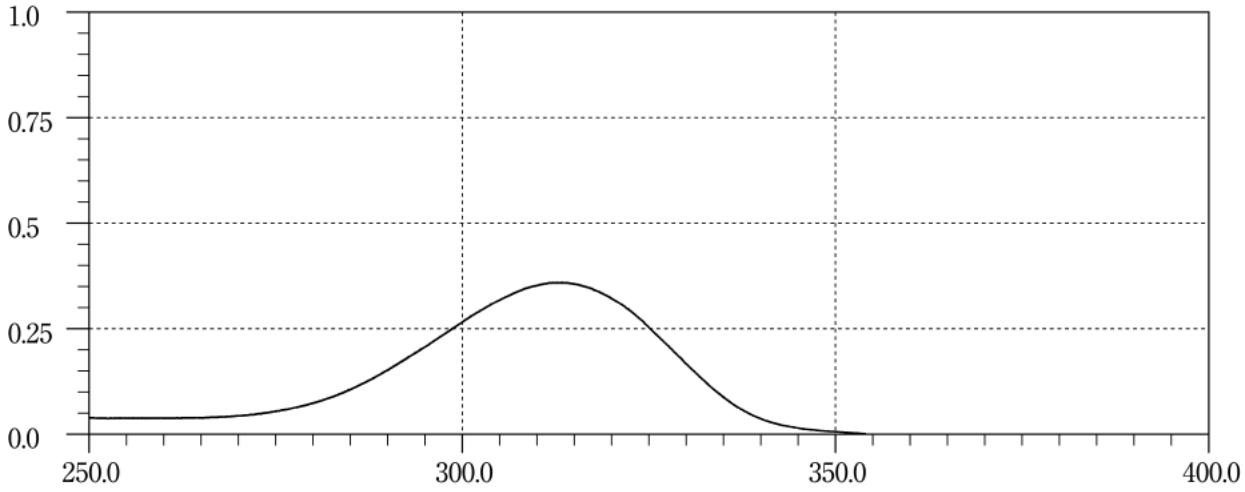
グアナベンズ酢酸塩



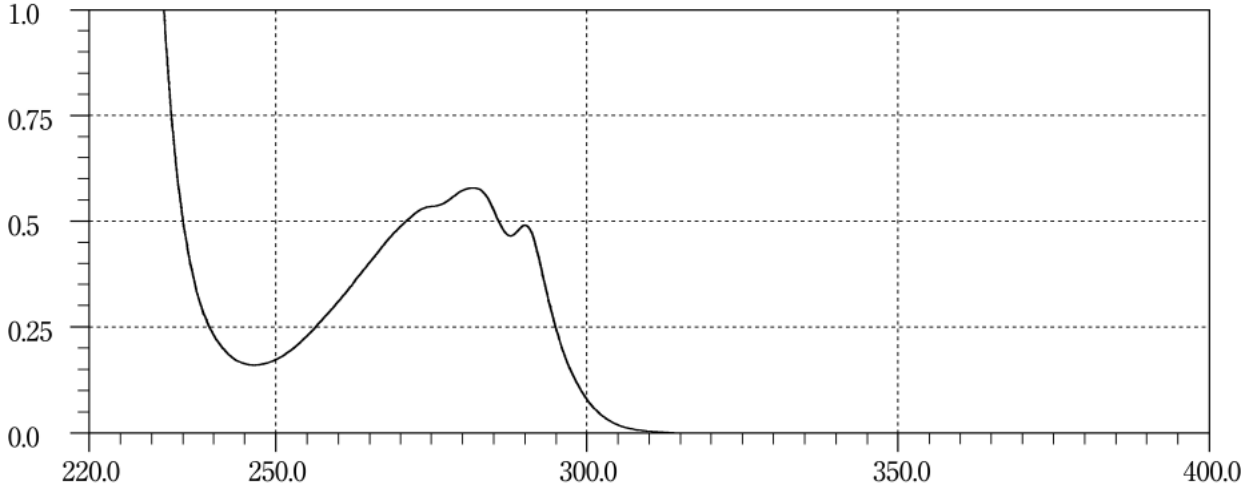
グアヤコールスルホン酸カリウム



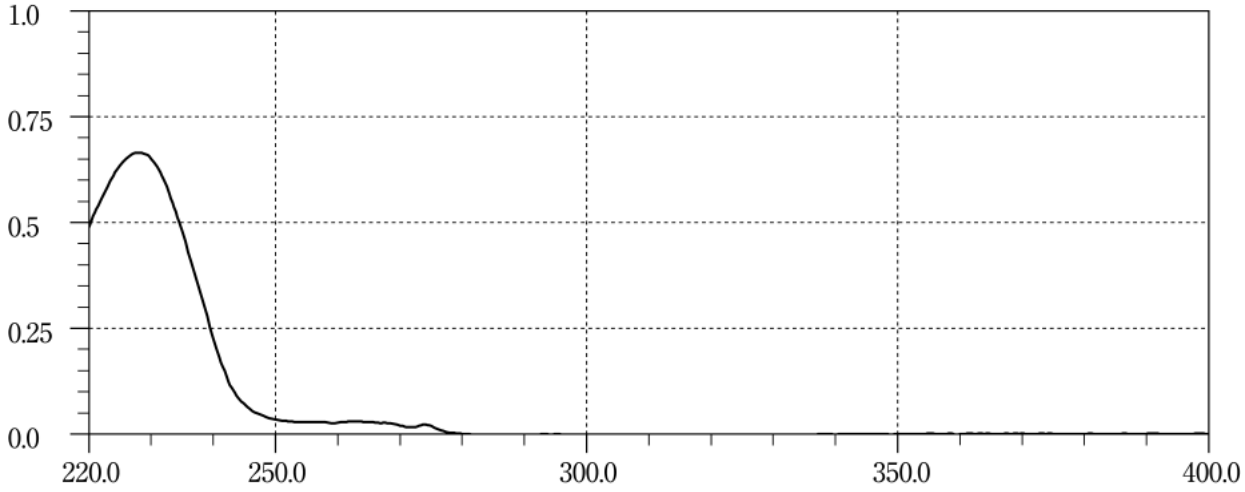
クラブラン酸カリウム



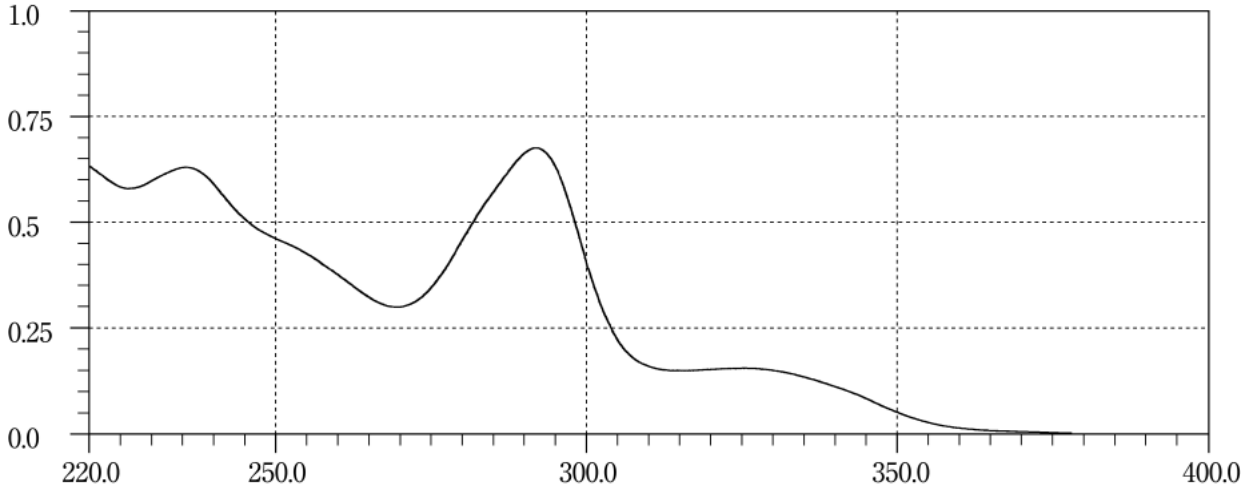
グラミシジン



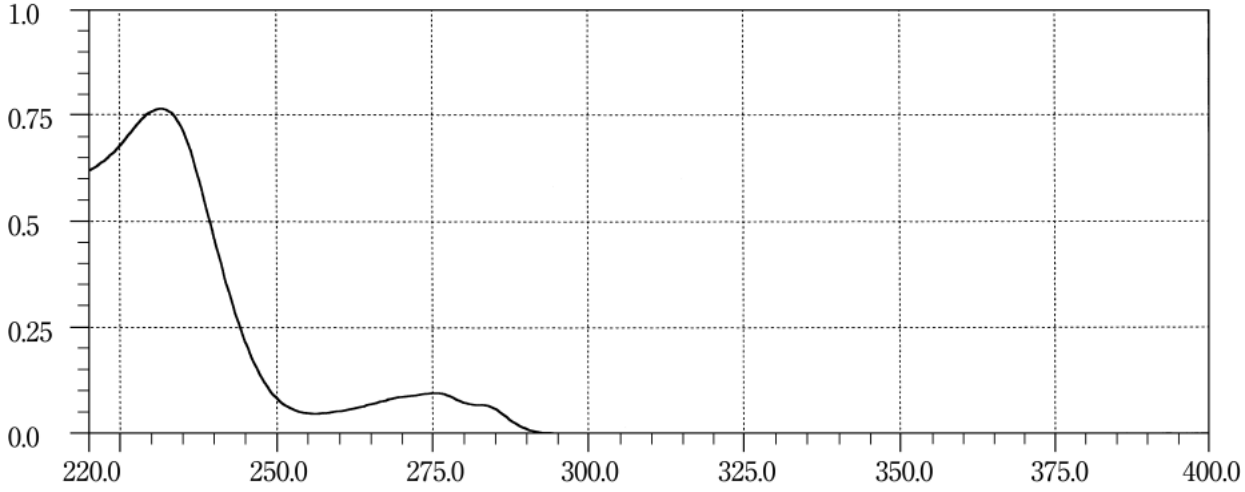
グリクラジド



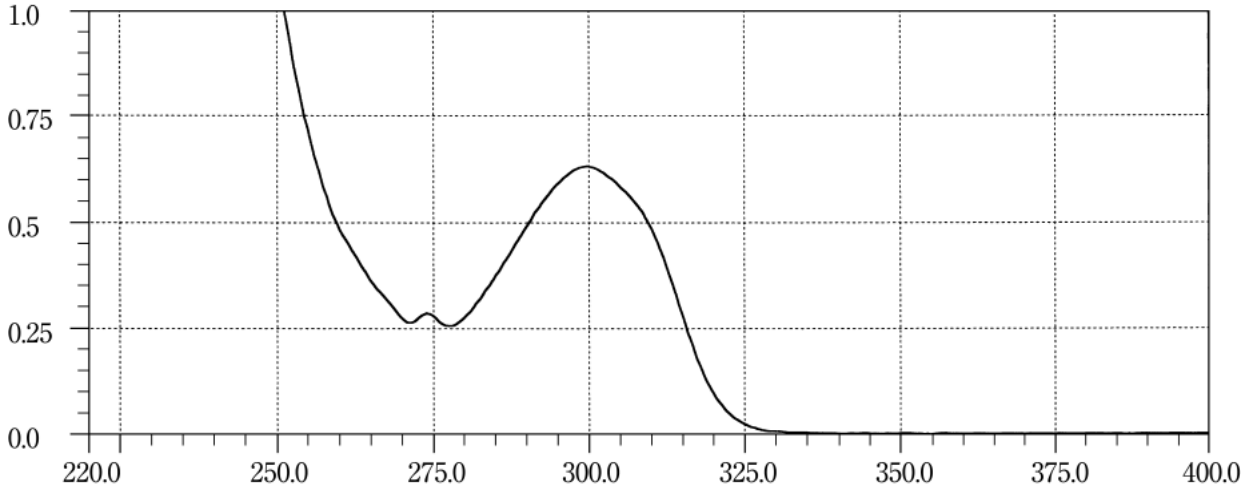
グリセオフルビン



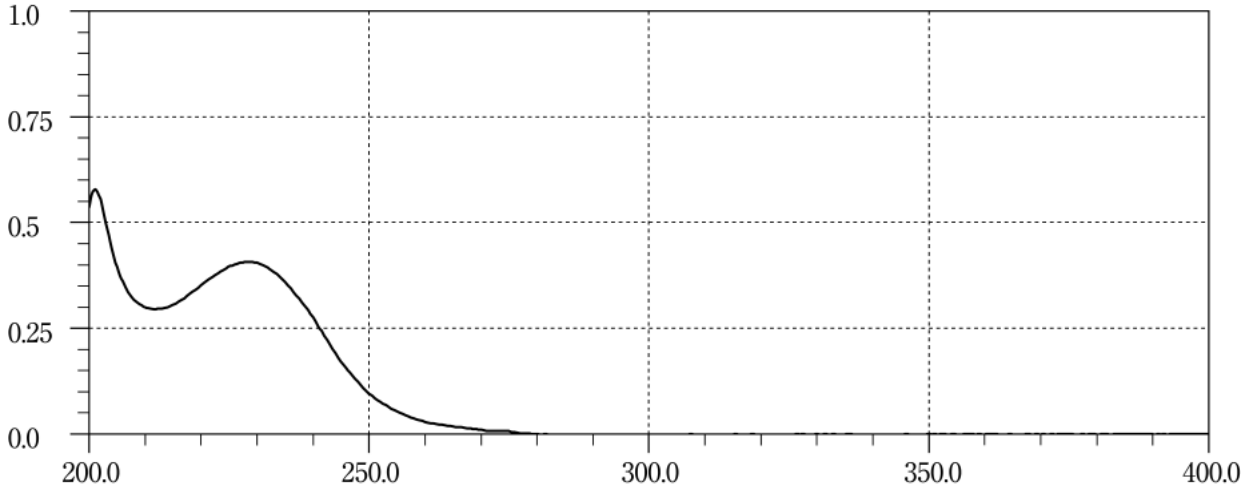
クリノフィブラート



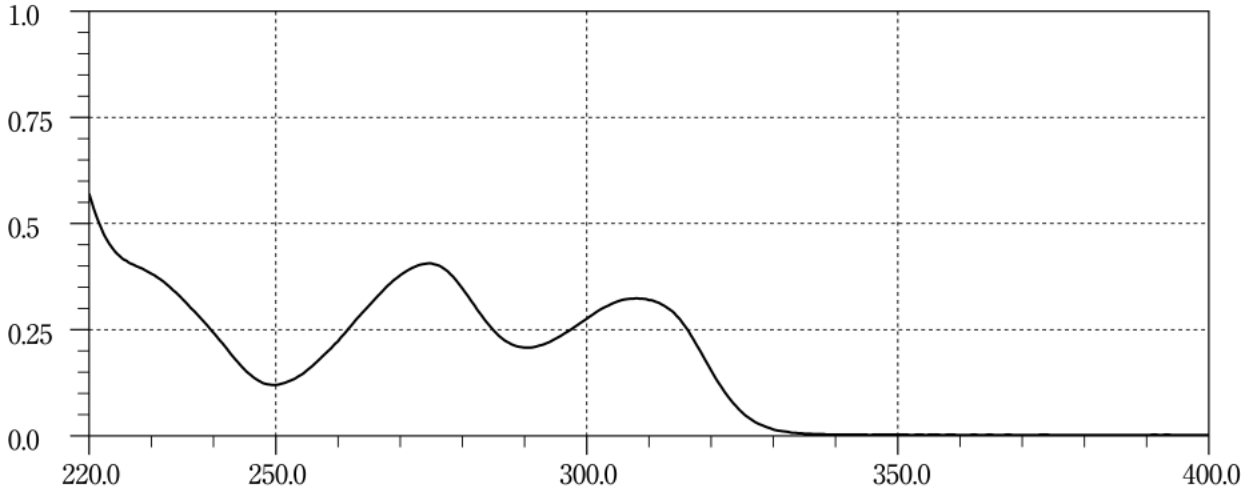
グリベンクラミド



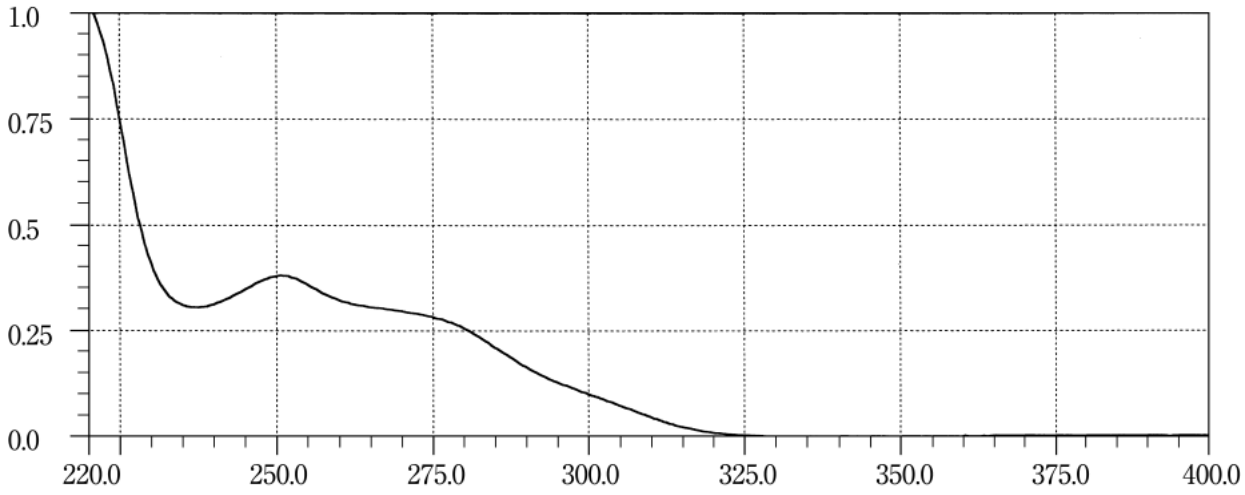
グリメピリド



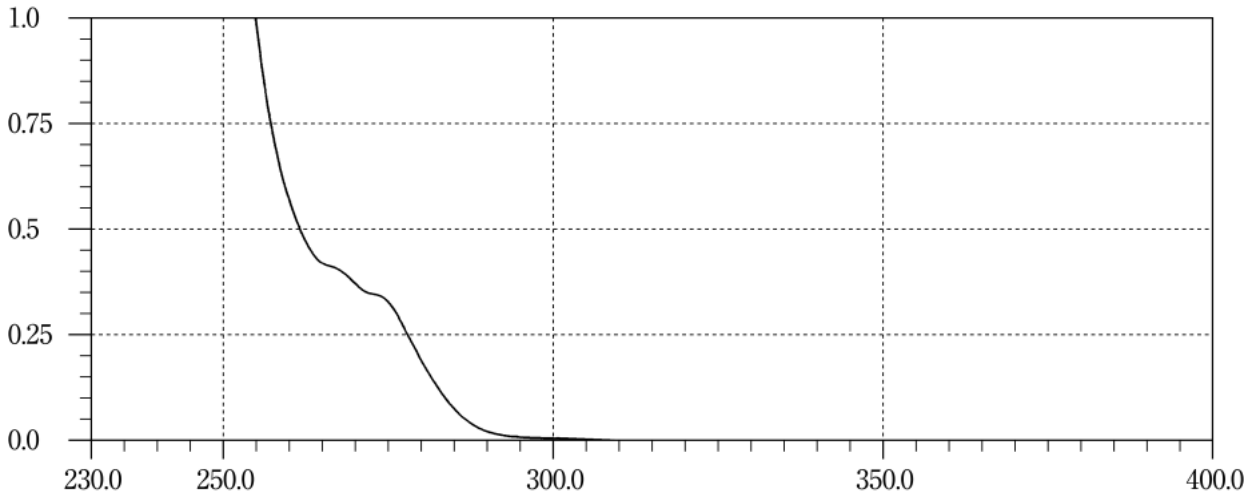
クレボプリドリンゴ酸塩



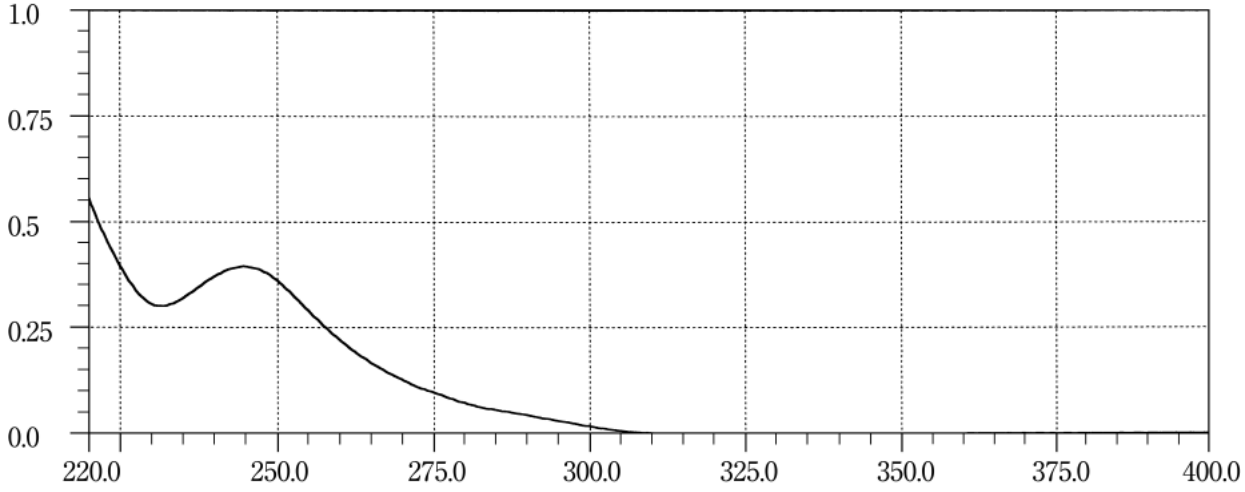
クロカプラミン塩酸塩水和物



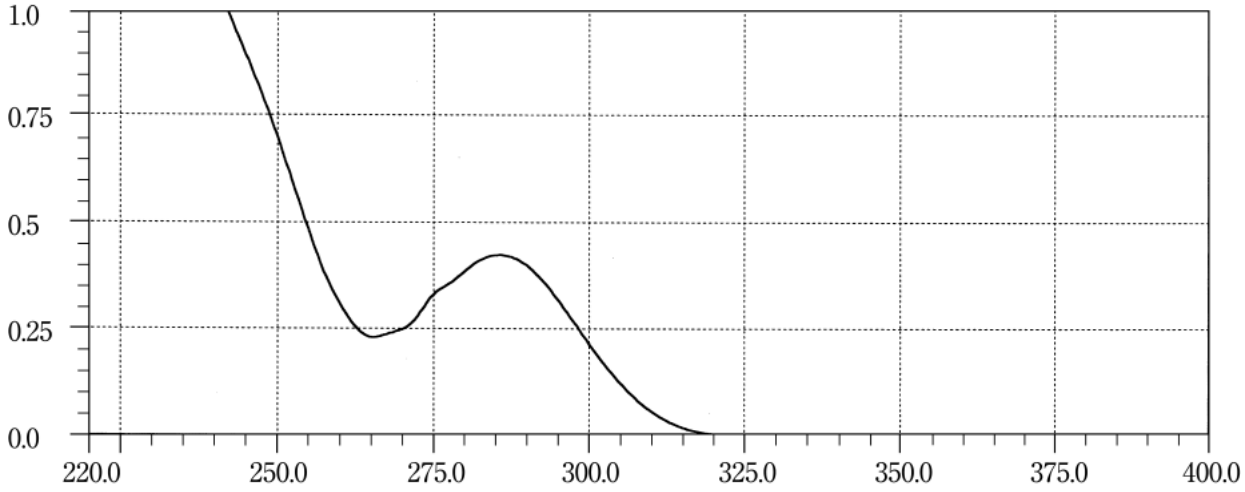
クロキサシリンナトリウム水和物



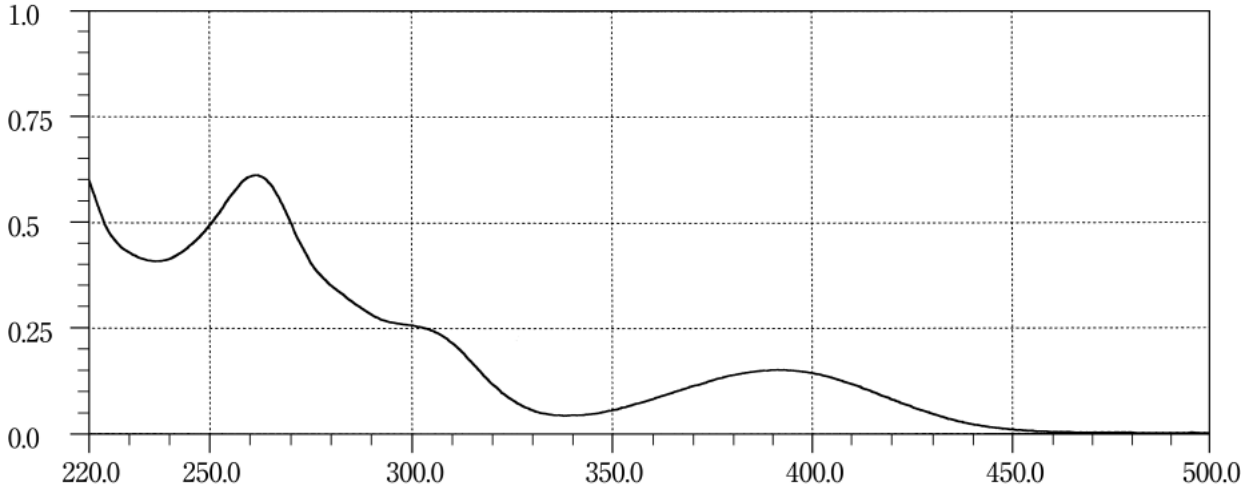
クロキサゾラム



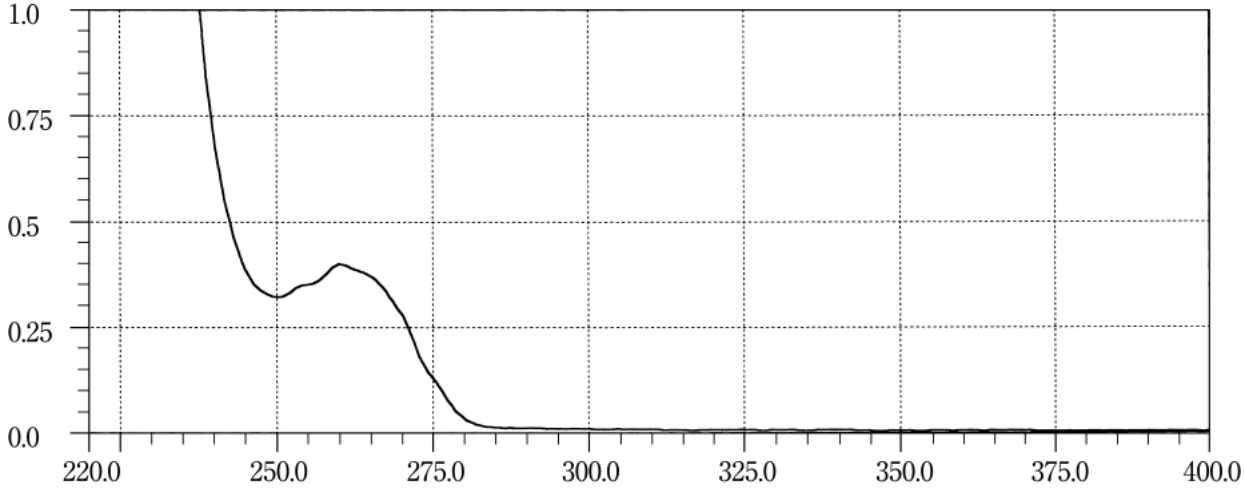
クロコナゾール塩酸塩



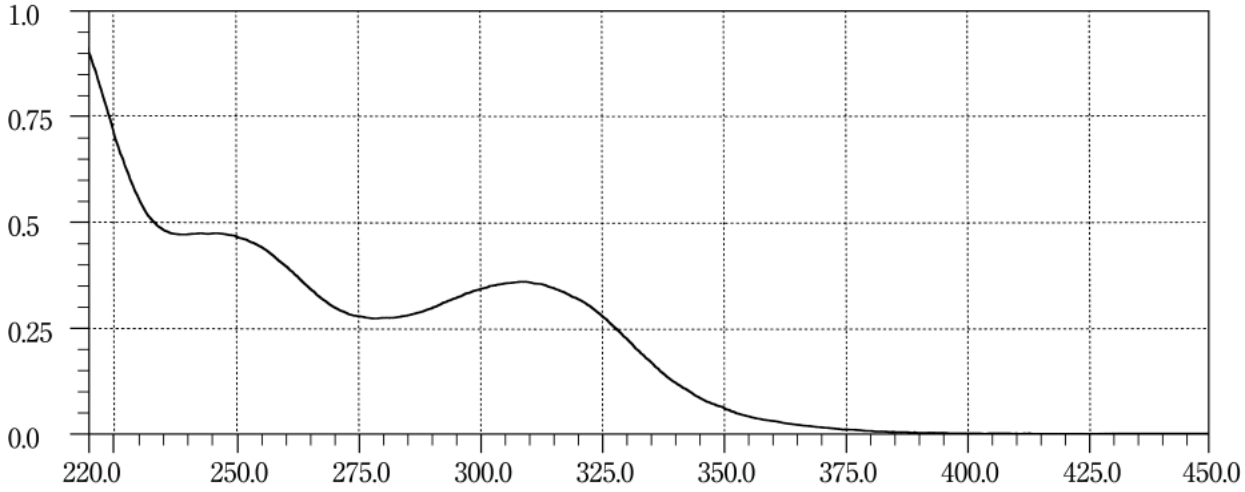
クロチアゼパム



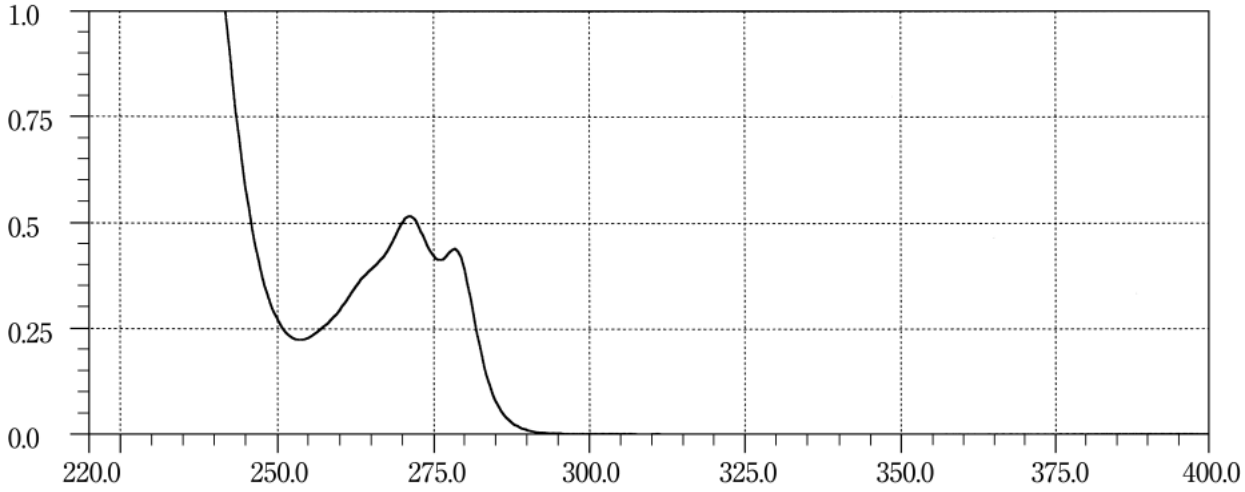
クロトリマゾール



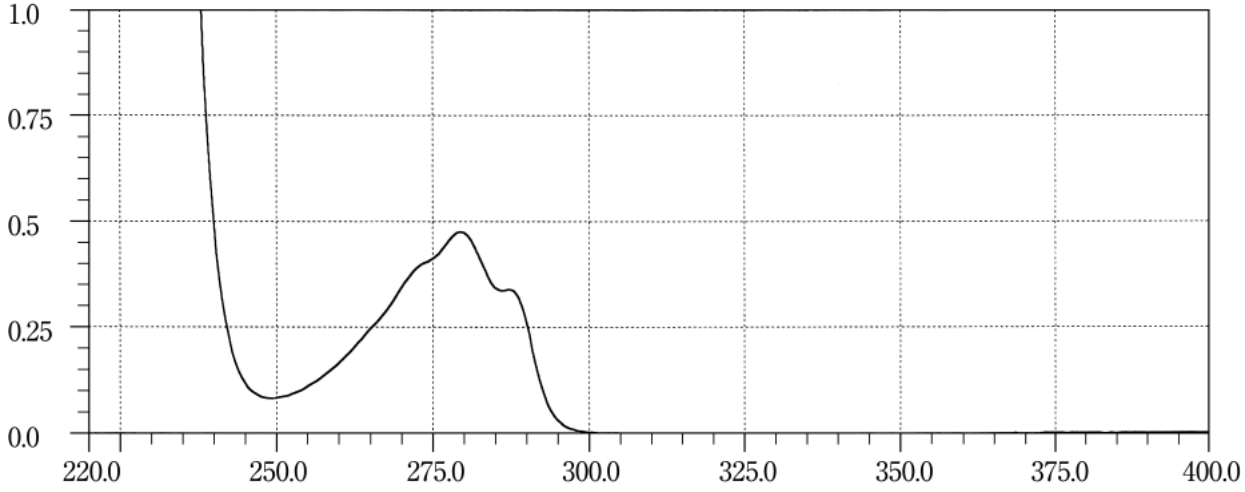
クロナゼパム



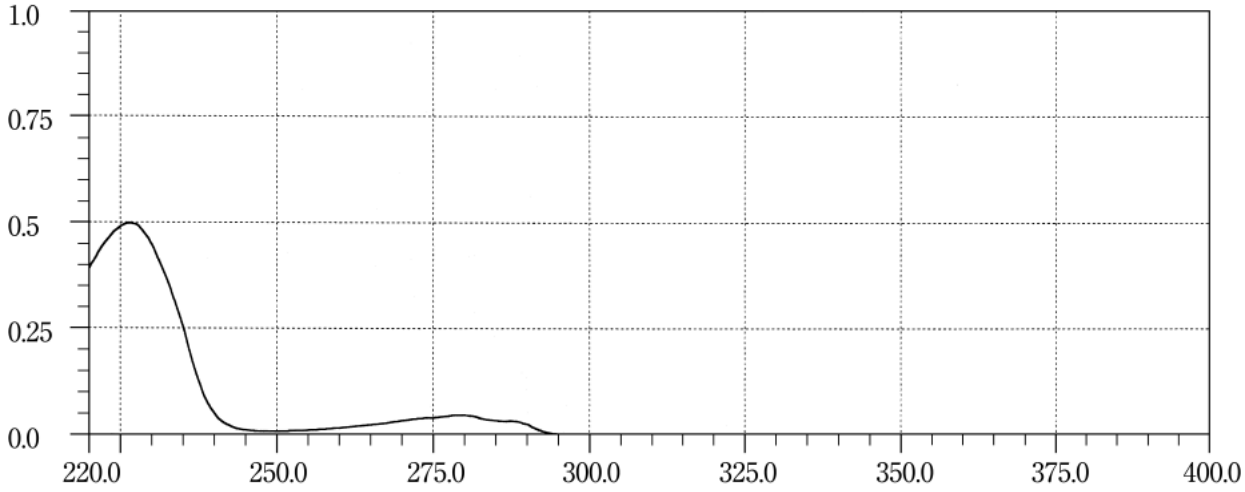
クロニジン塩酸塩



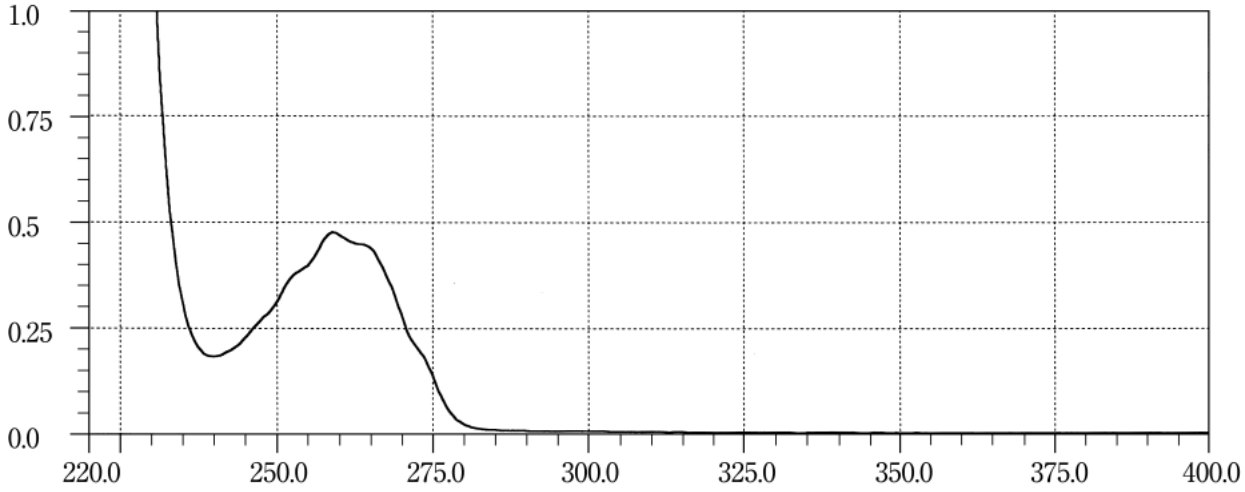
クロフィブラート 1



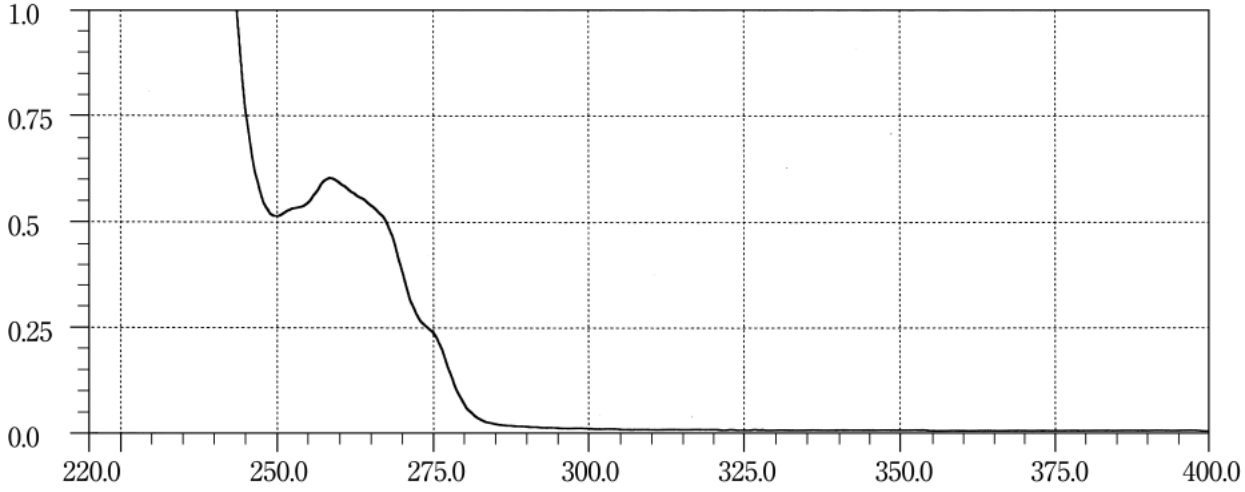
クロフィブラート 2



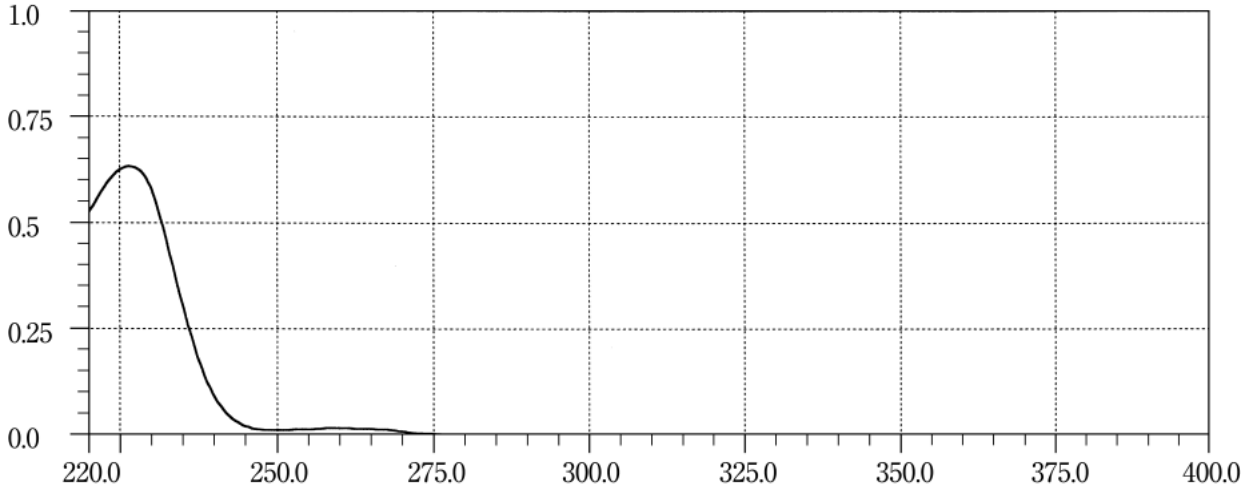
クロフェダノール塩酸塩



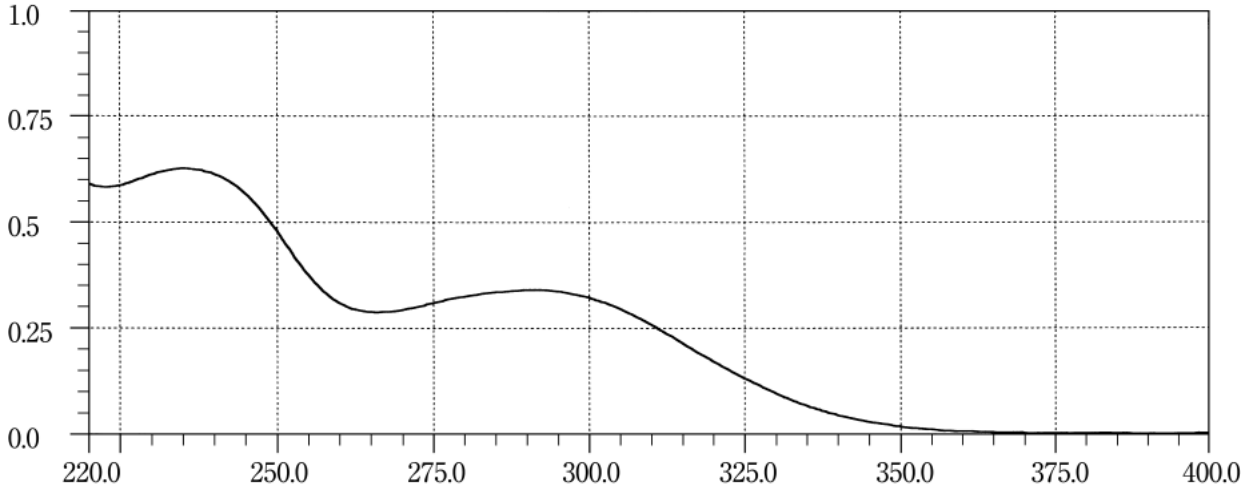
クロペラスチン塩酸塩 1



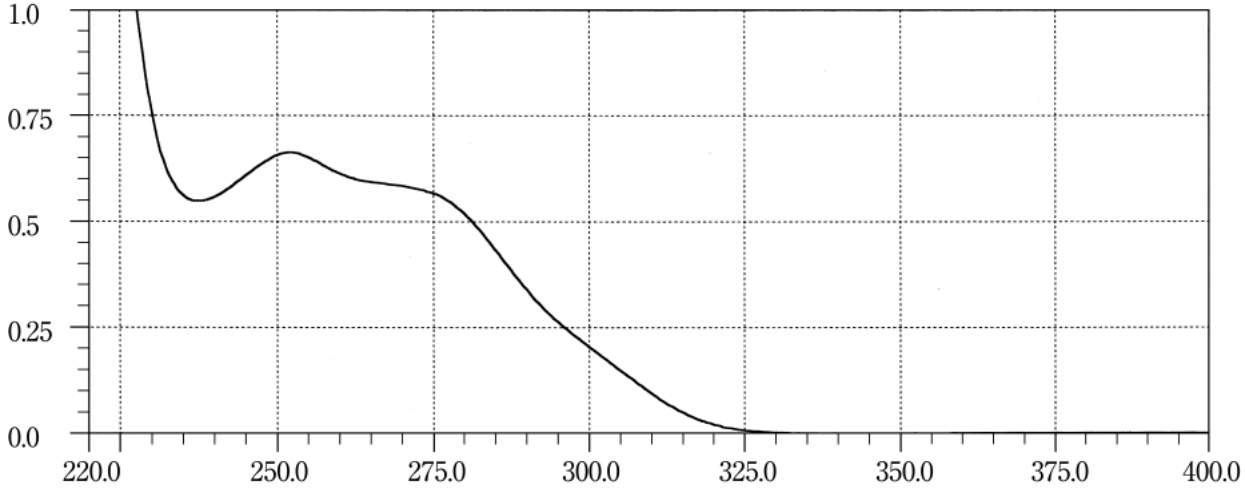
クロペラスチン塩酸塩 2



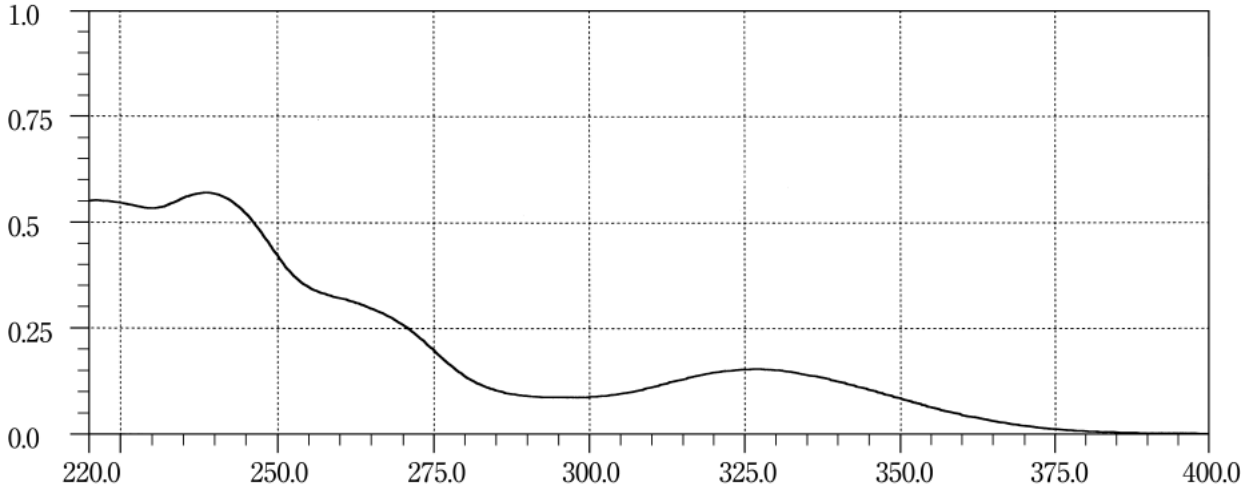
クロミフェンクエン酸塩



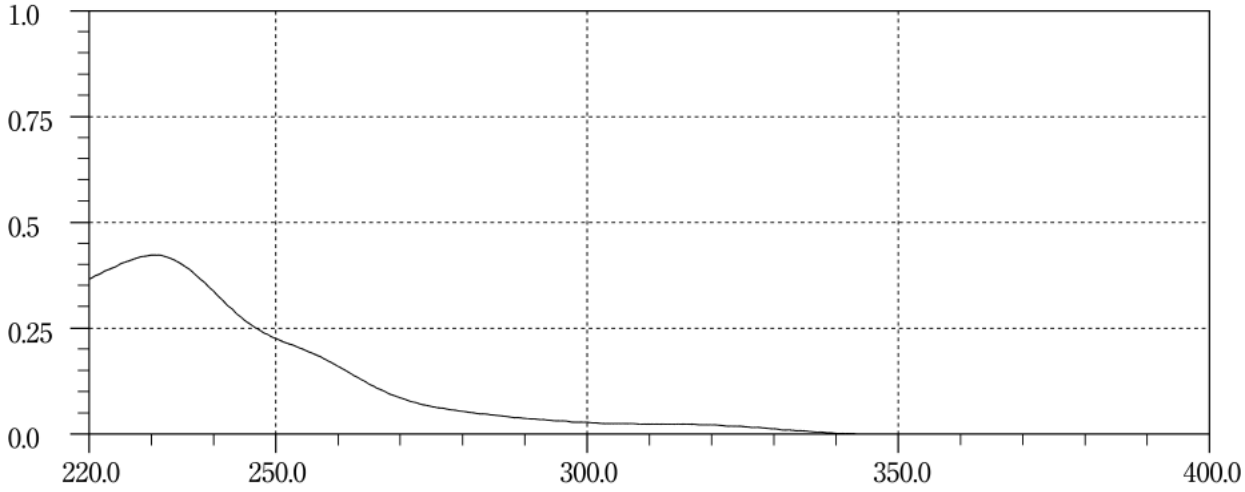
クロミプラミン塩酸塩



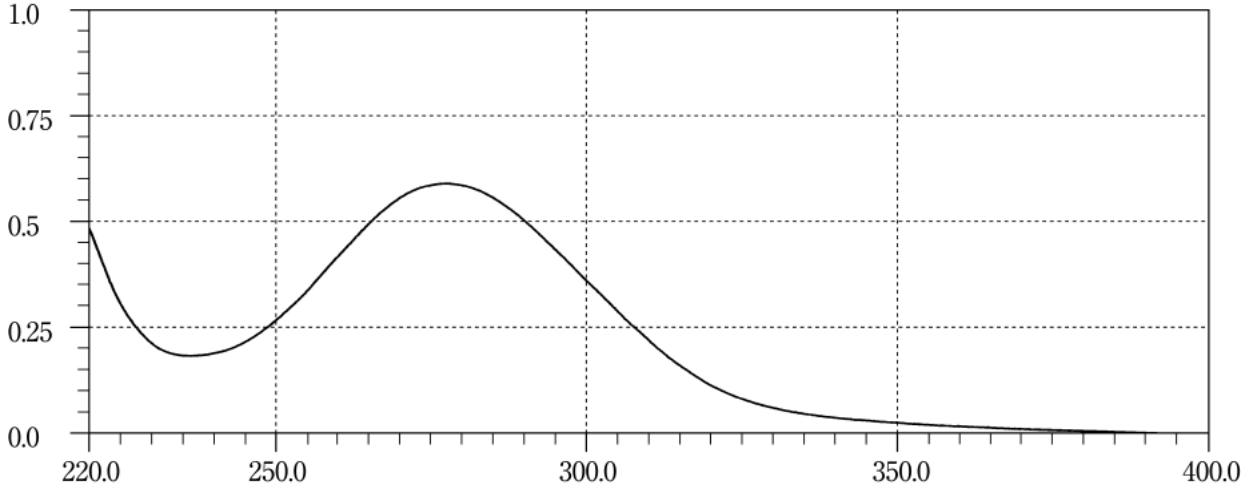
クロモグリク酸ナトリウム



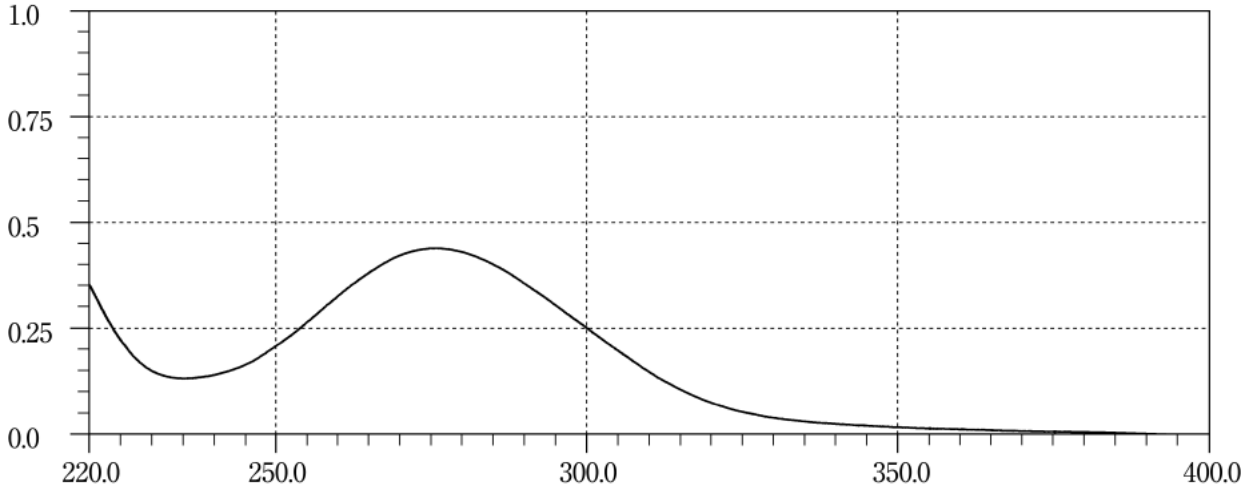
クロラゼプ酸二カリウム



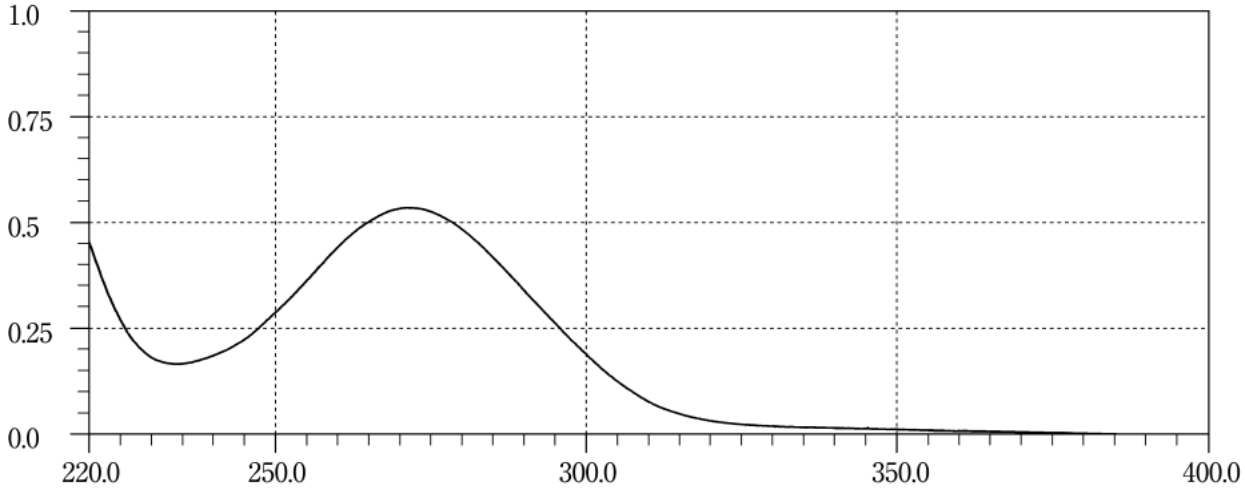
クロラムフェニコール



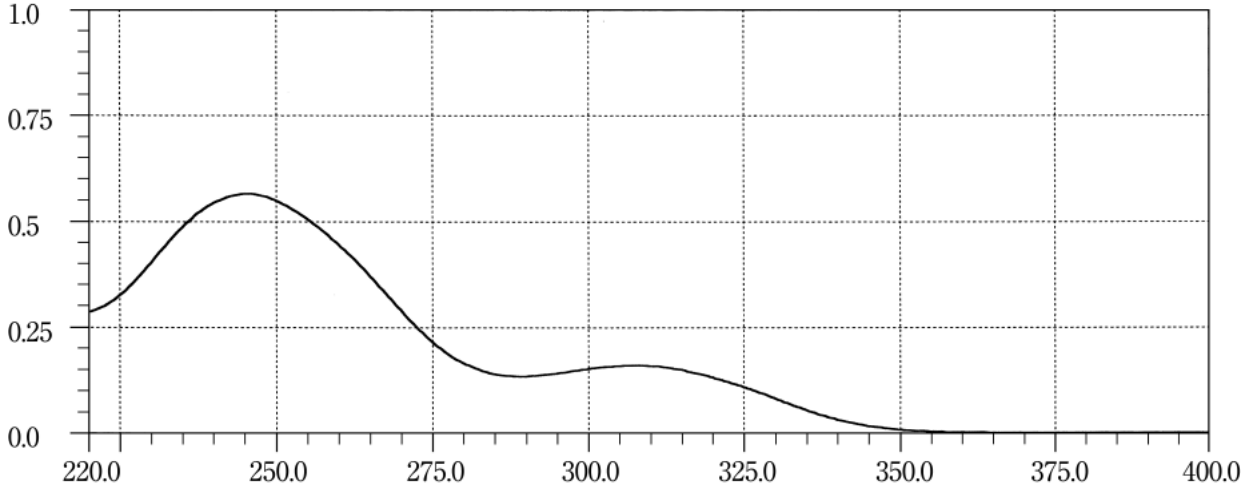
クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム



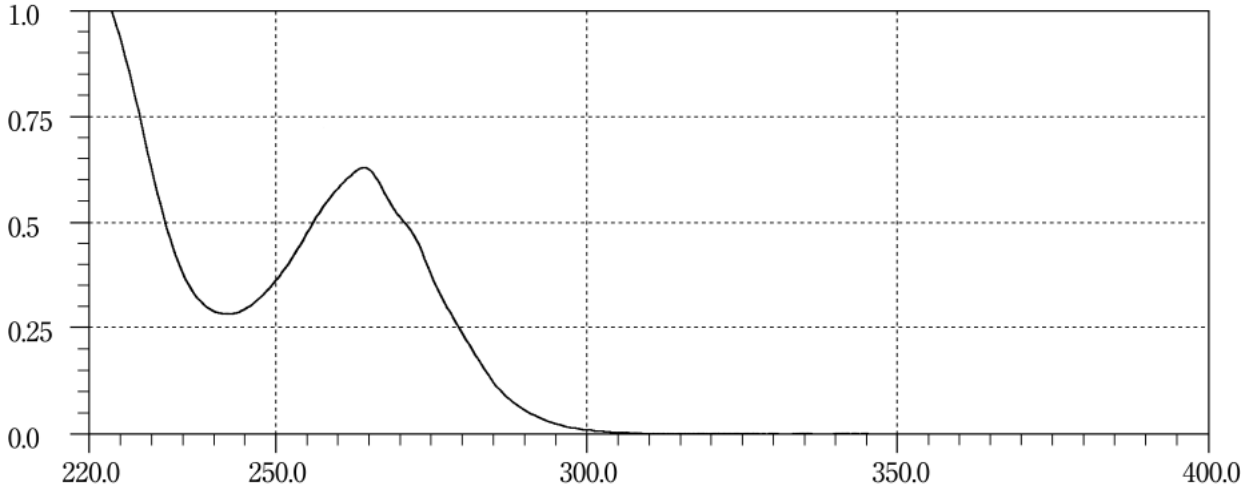
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル



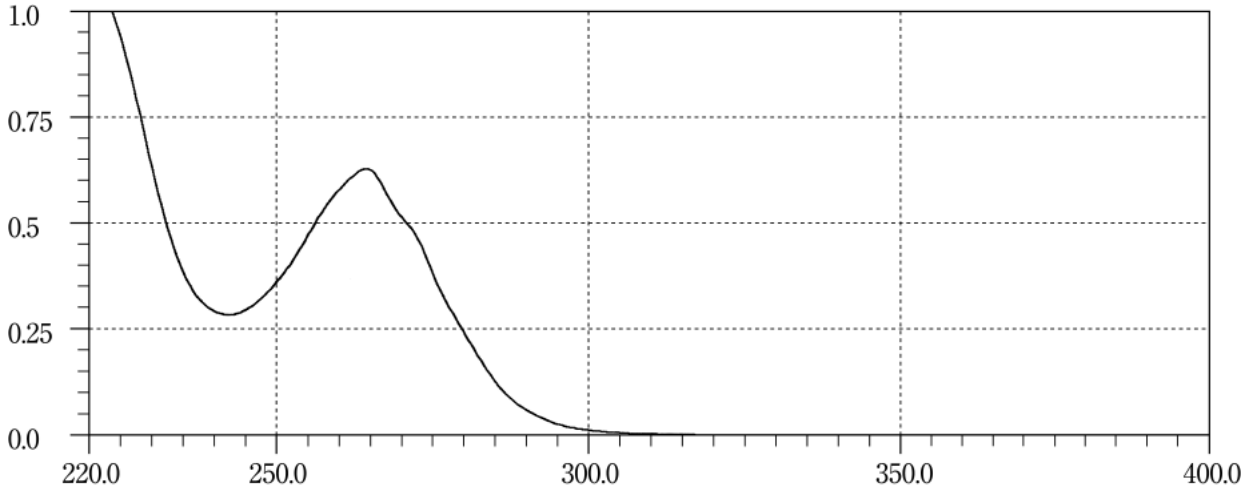
クロルジアゼポキシド



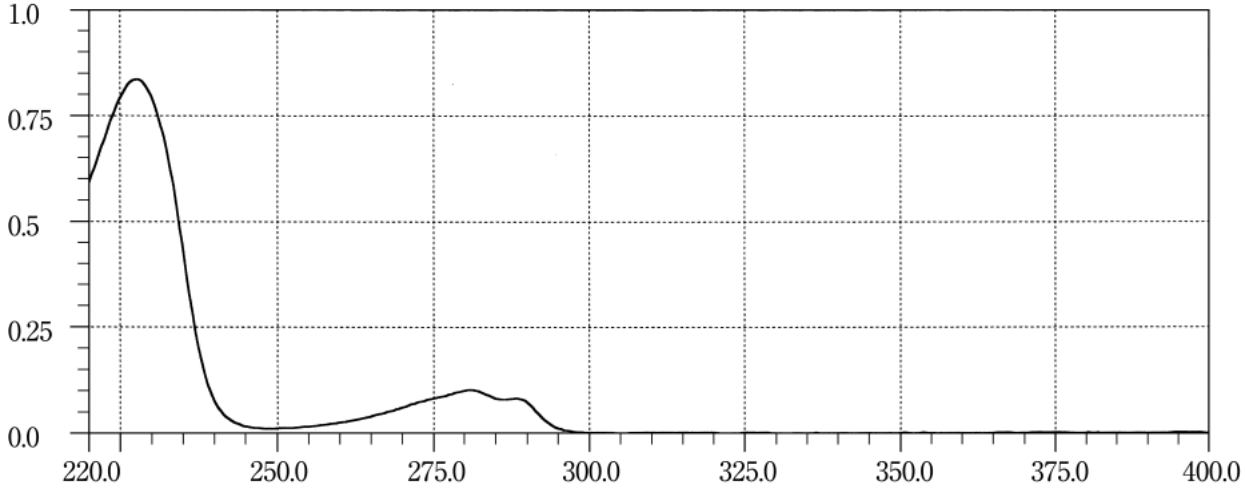
クロルフェニラミンマレイン酸塩



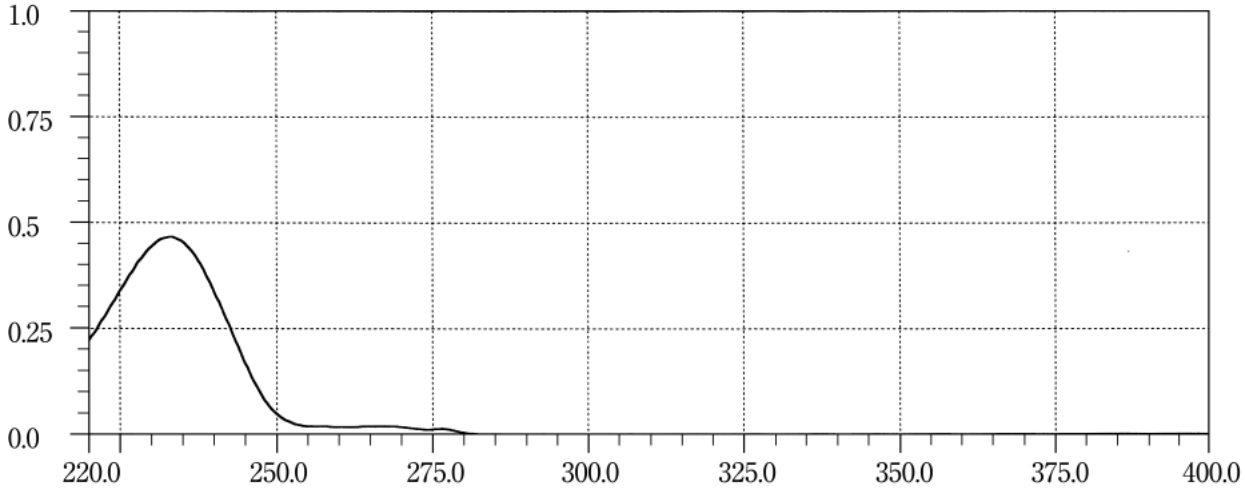
d－クロルフェニラミンマレイン酸塩



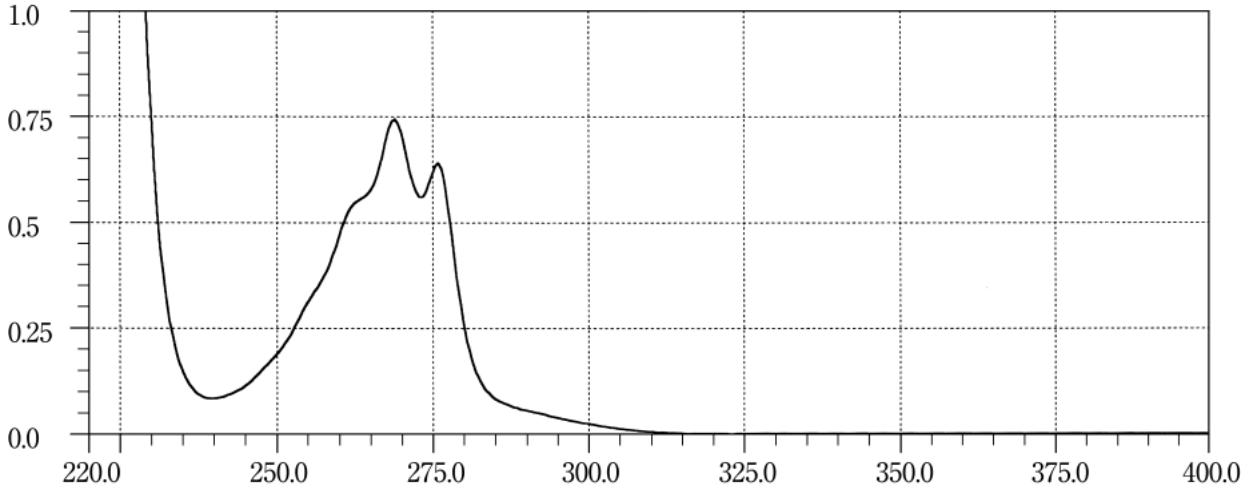
クロルフェネシンカルバミン酸エステル



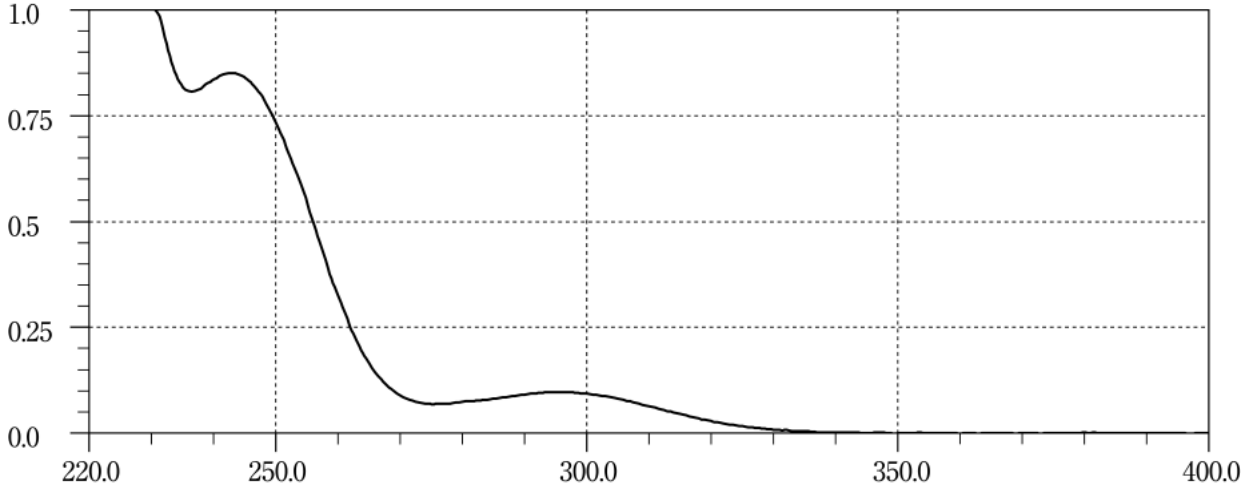
クロルプロパミド



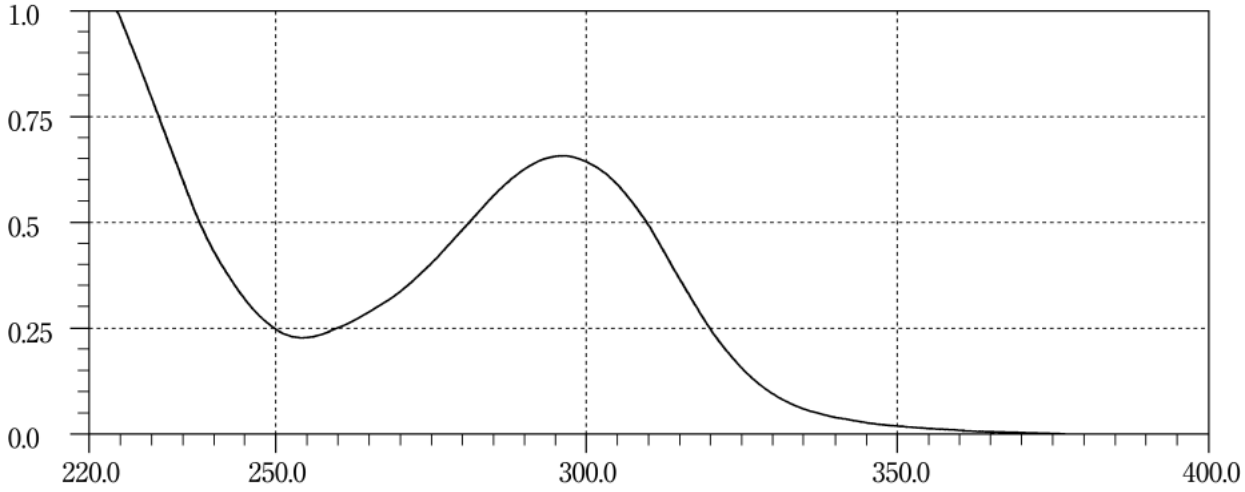
ケタミン塩酸塩



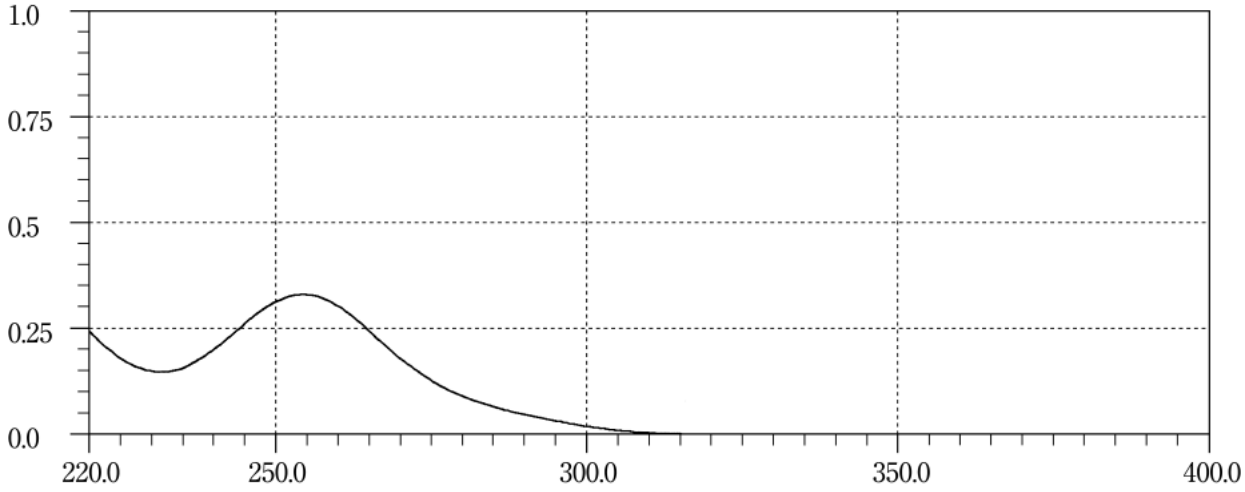
ケトコナゾール



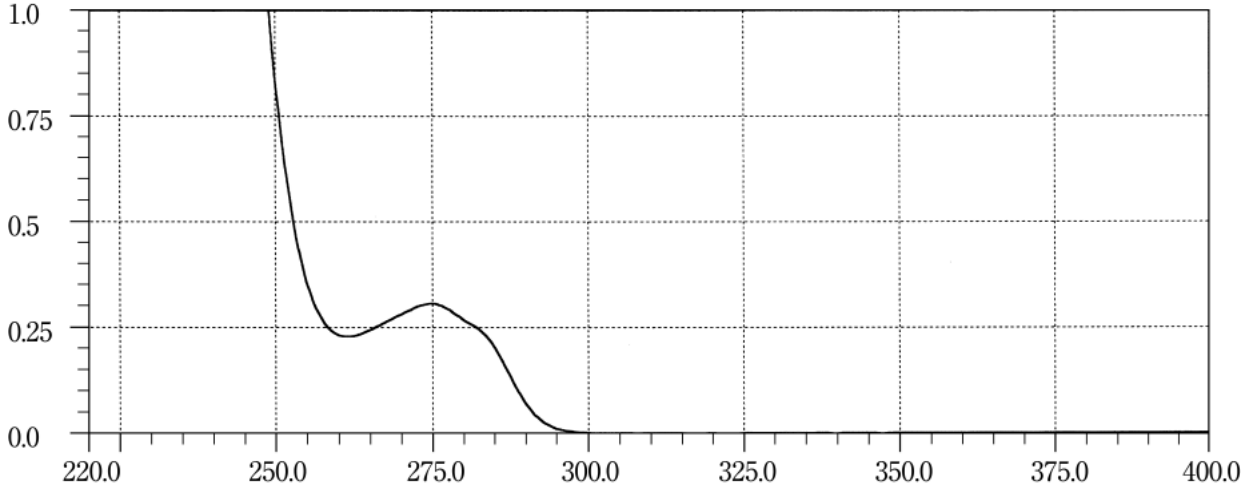
ケトチフェンフマル酸塩



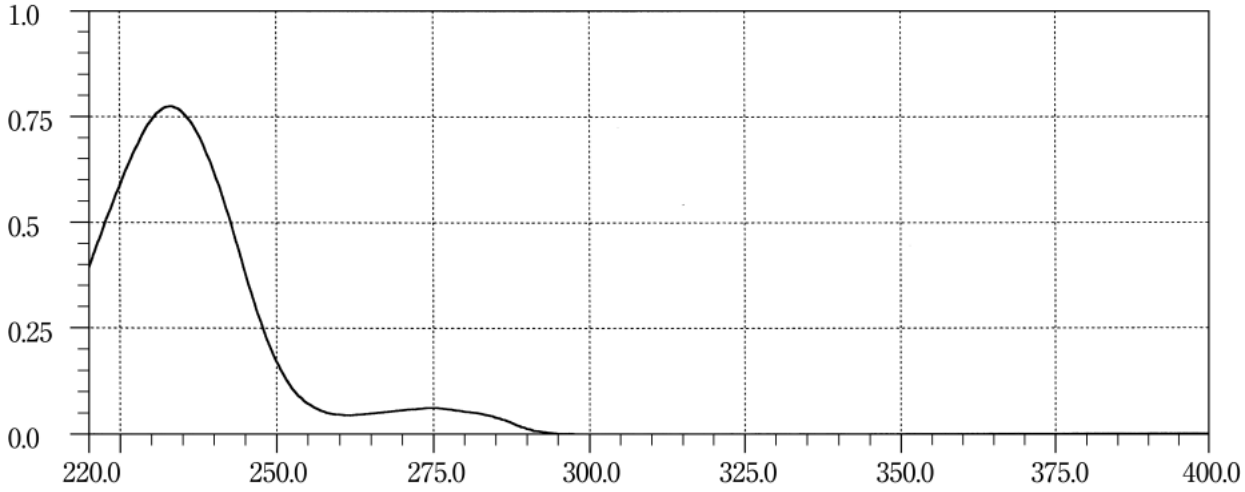
ケトプロフェン



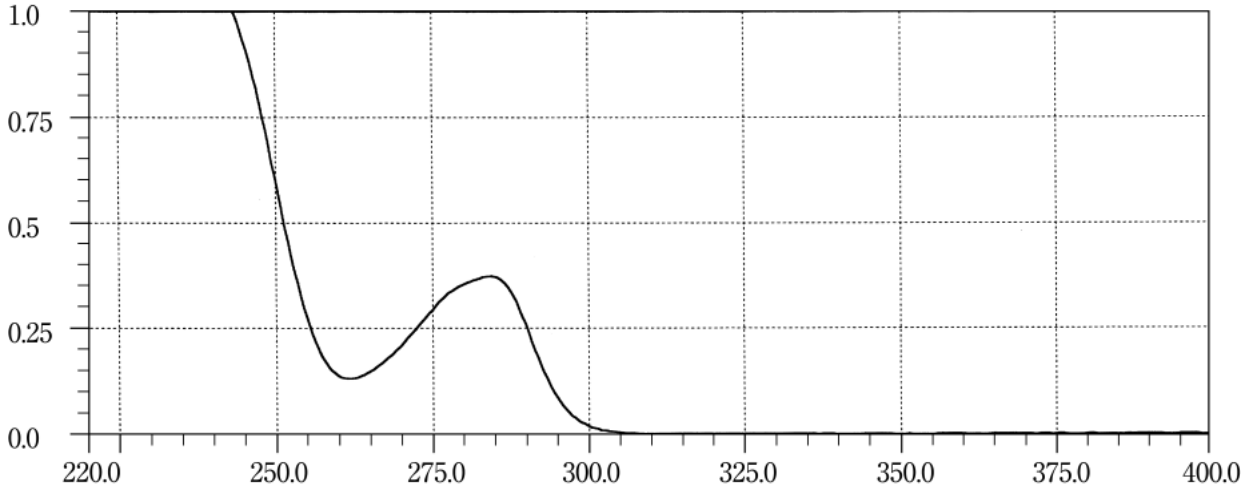
コカイン塩酸塩 1



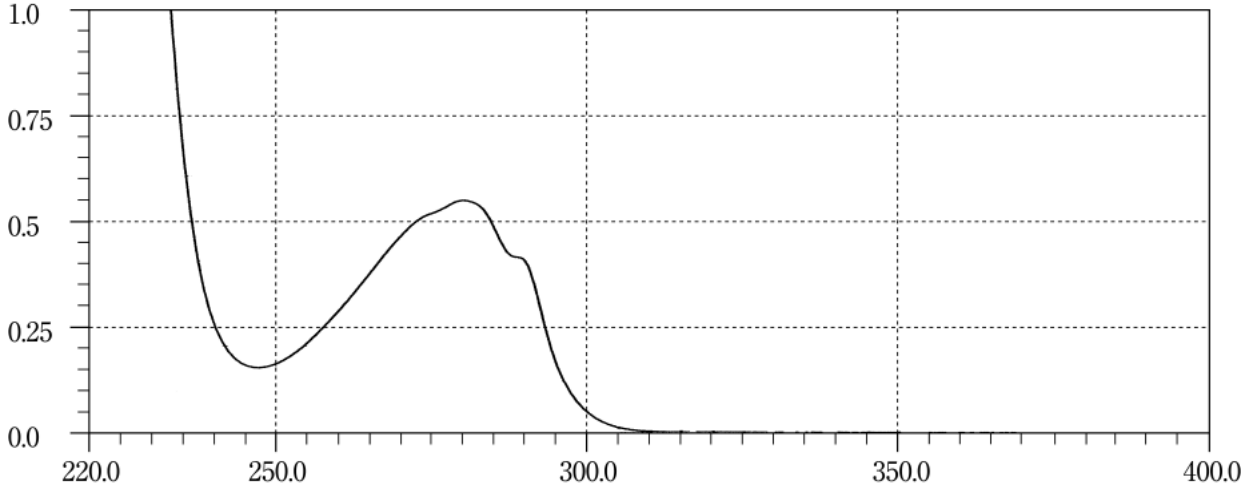
コカイン塩酸塩 2



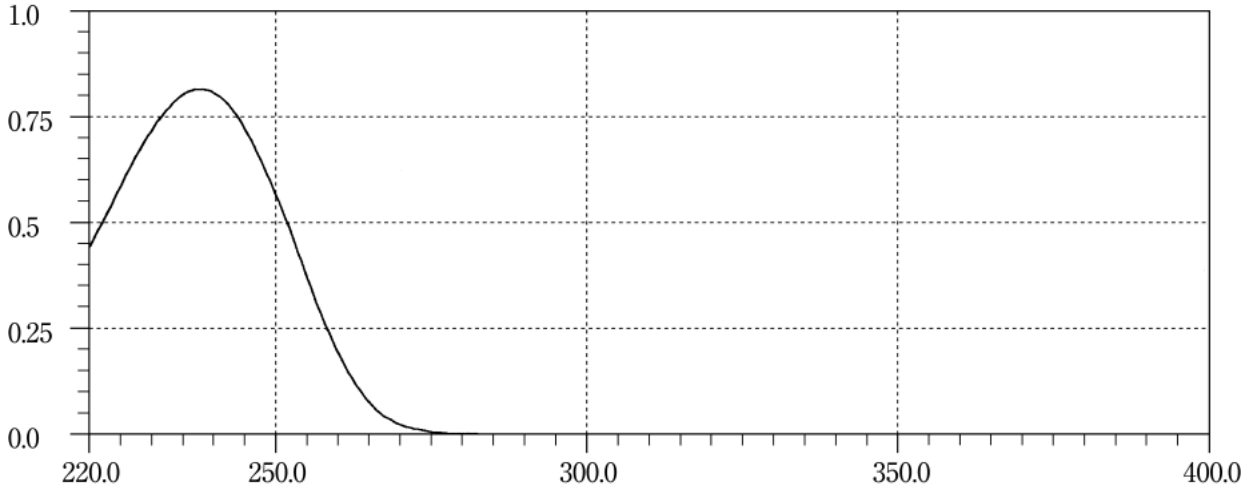
コデインリン酸塩水和物



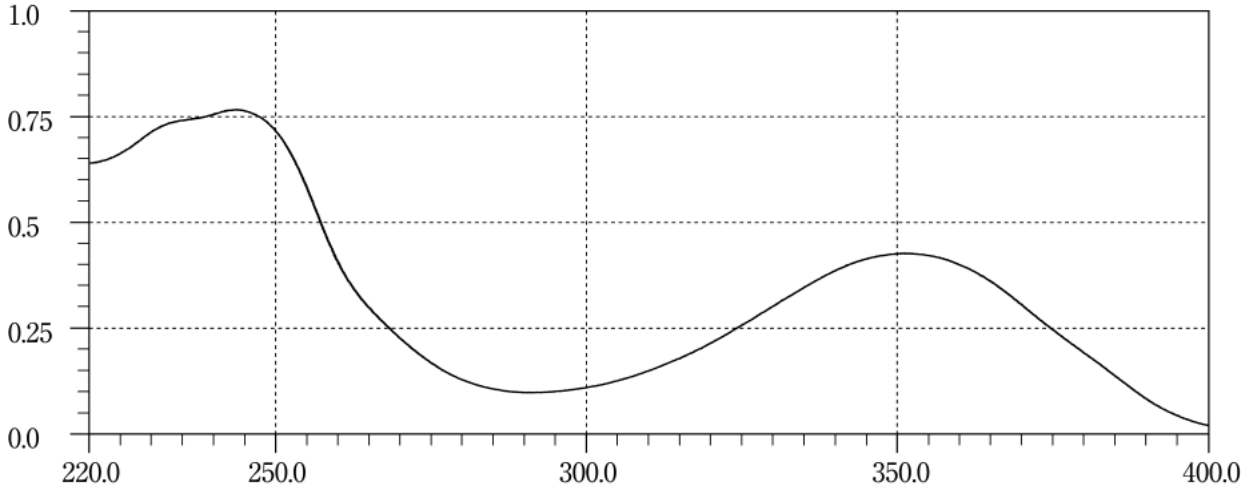
ゴナドレリン酢酸塩



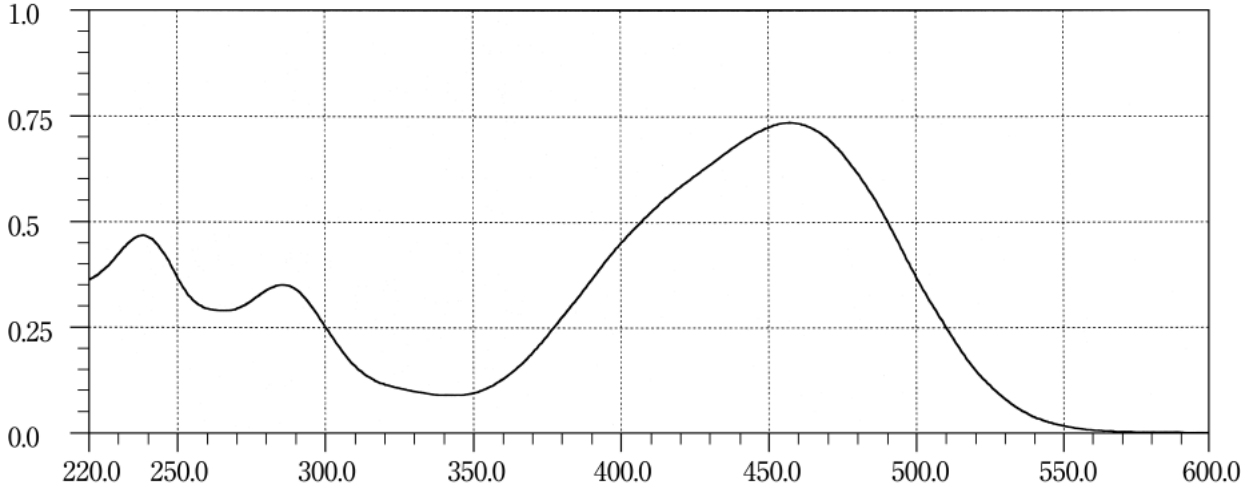
コルチゾン酢酸エステル



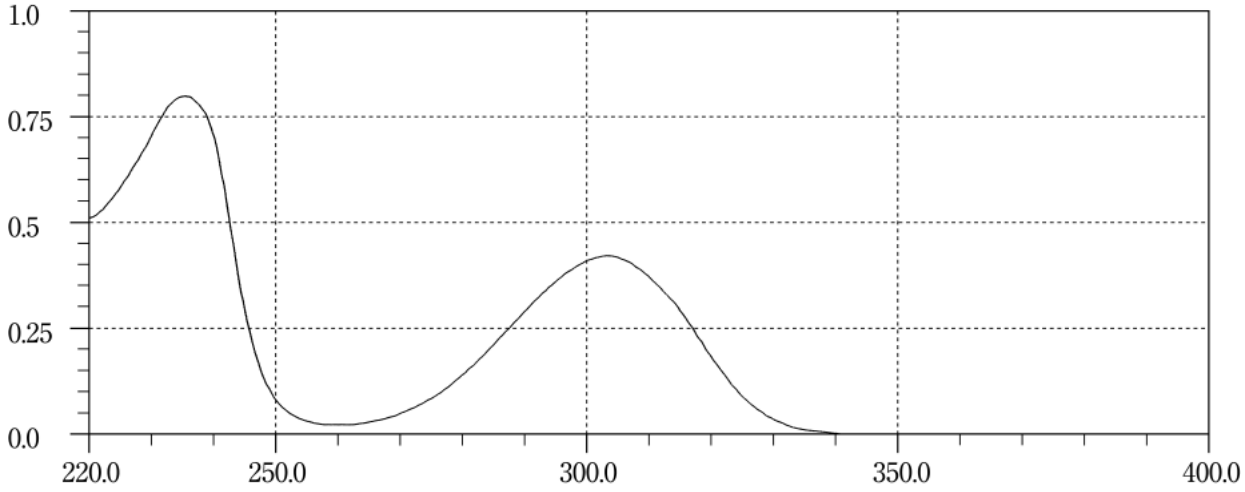
コルヒチン



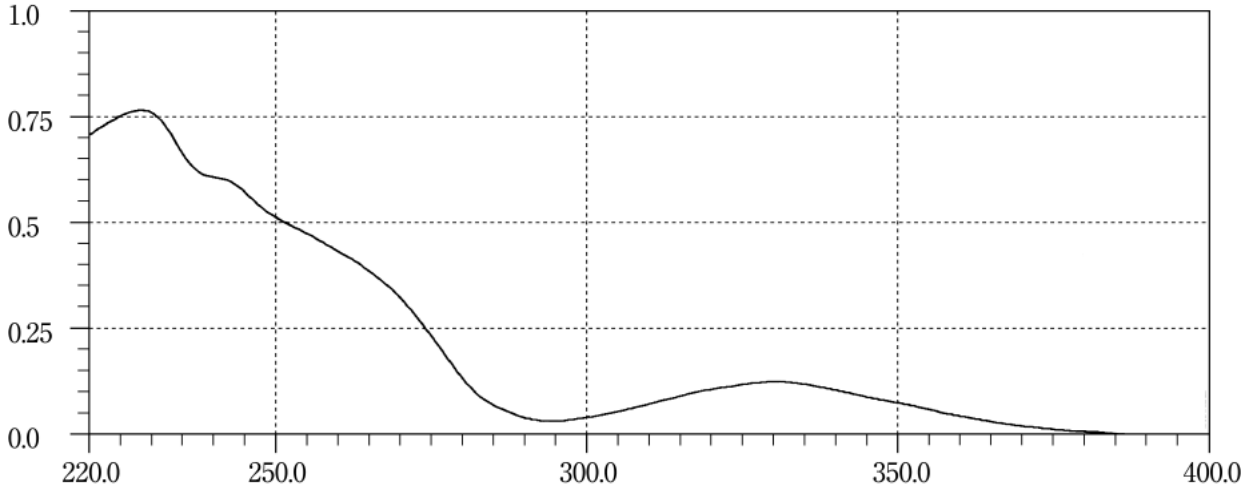
サラゾスルファピリジン



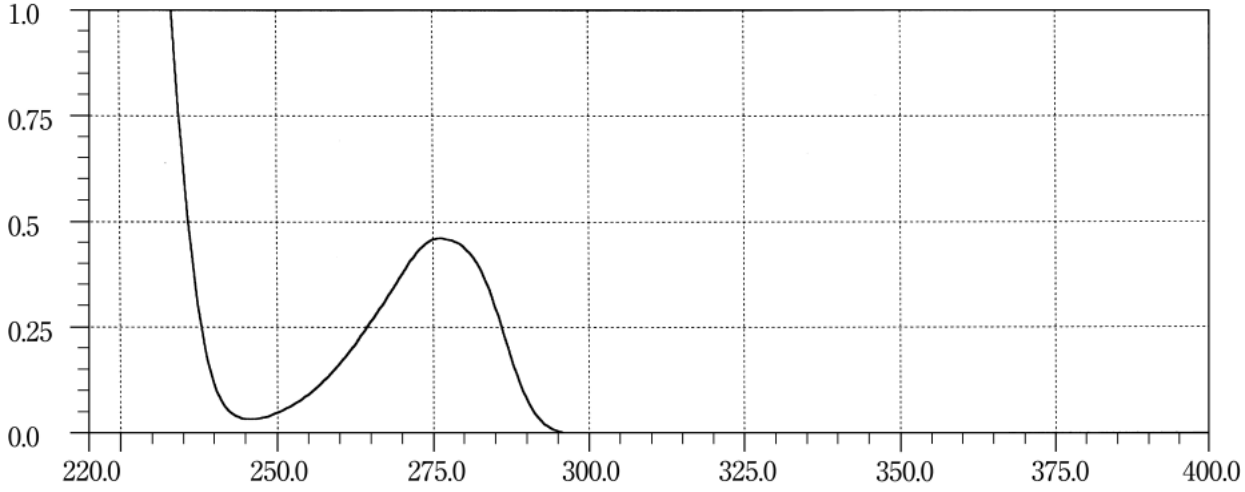
サリチル酸



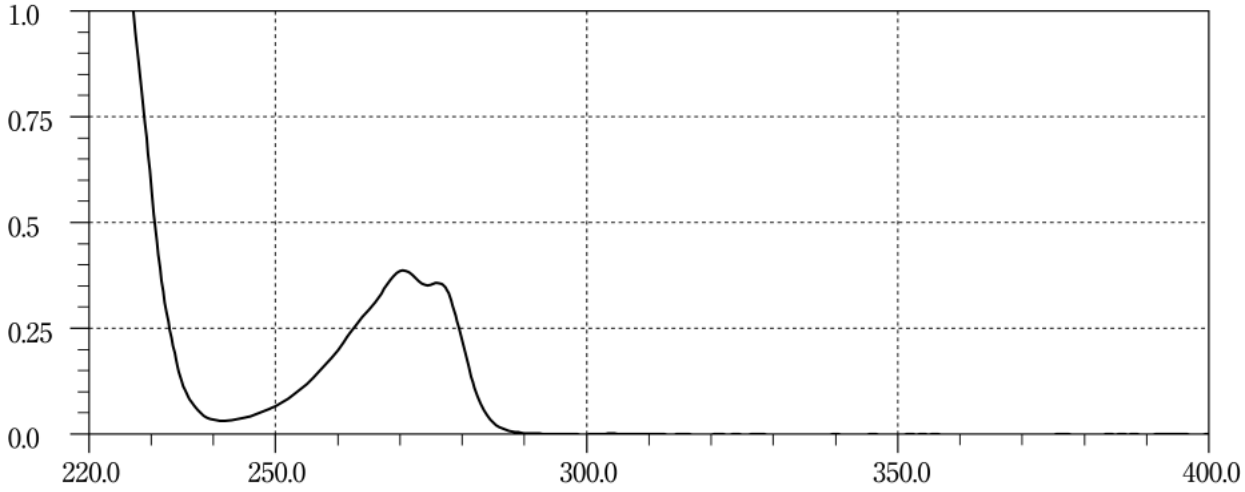
ザルトプロフェン



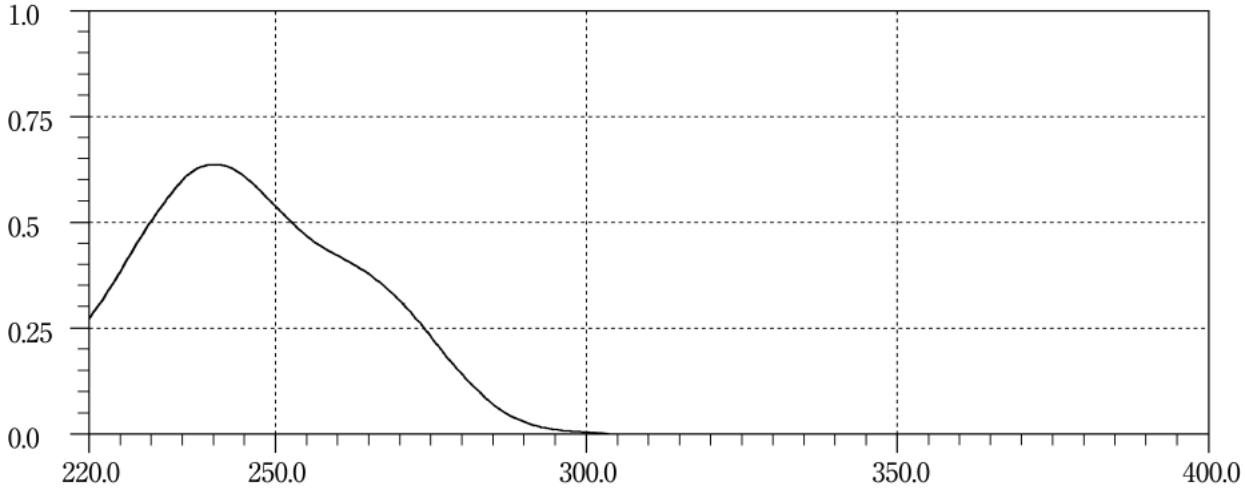
サルブタモール硫酸塩



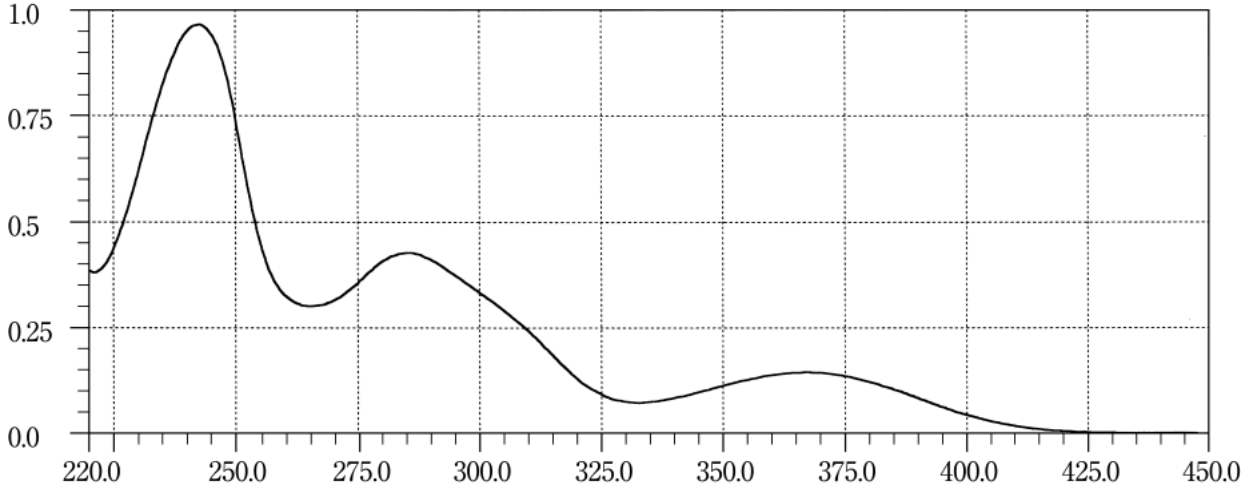
サルポグレラート塩酸塩



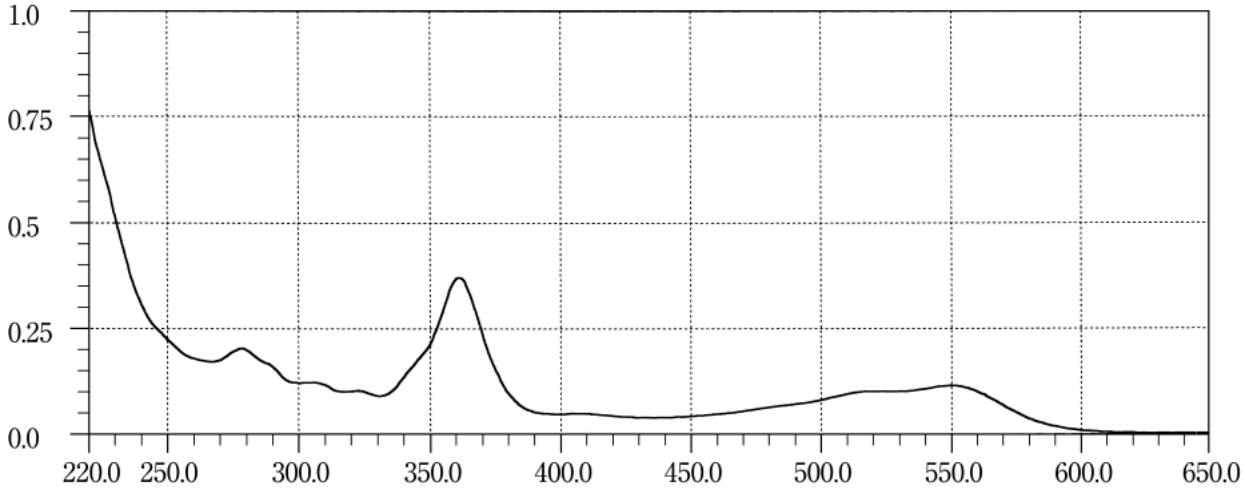
サントニン



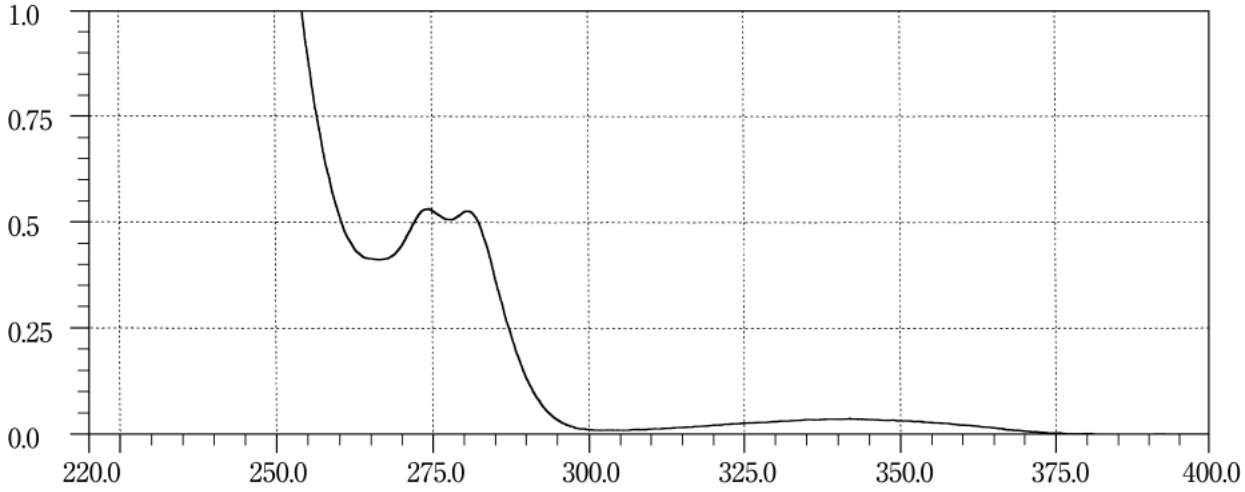
ジアゼパム



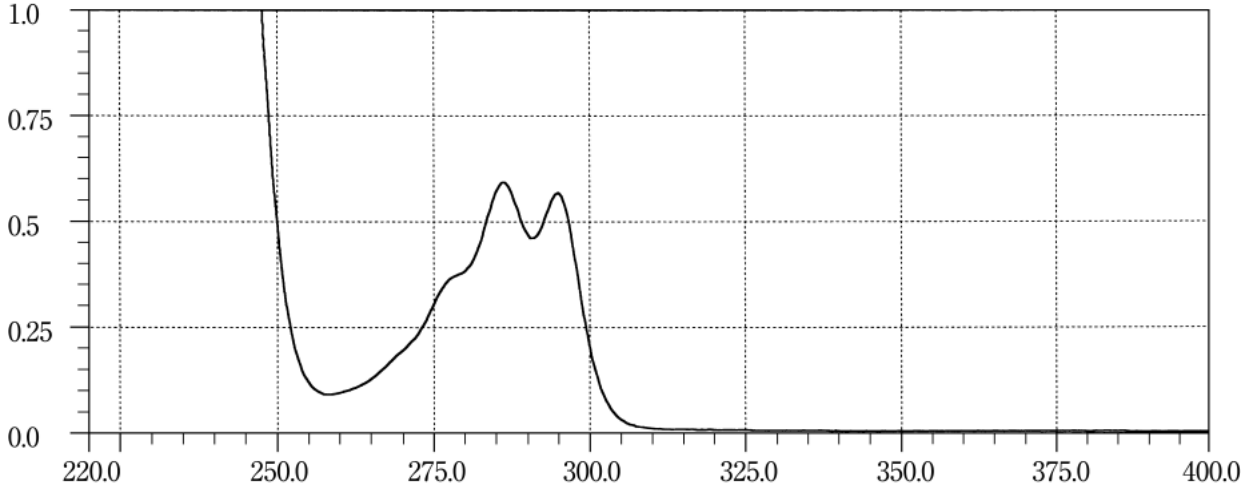
シアノコバラミン



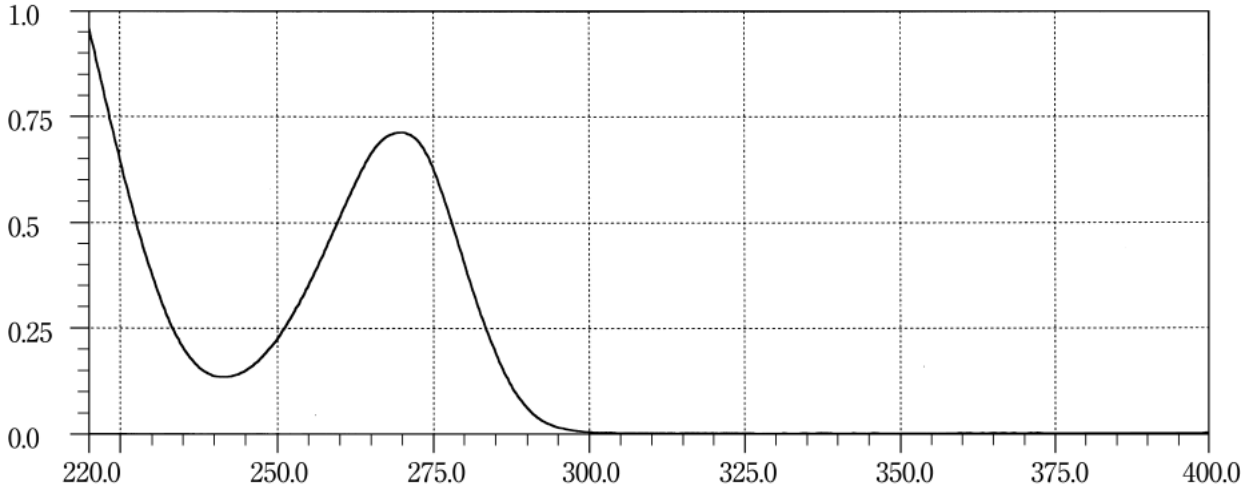
ジクロキサシリンナトリウム水和物



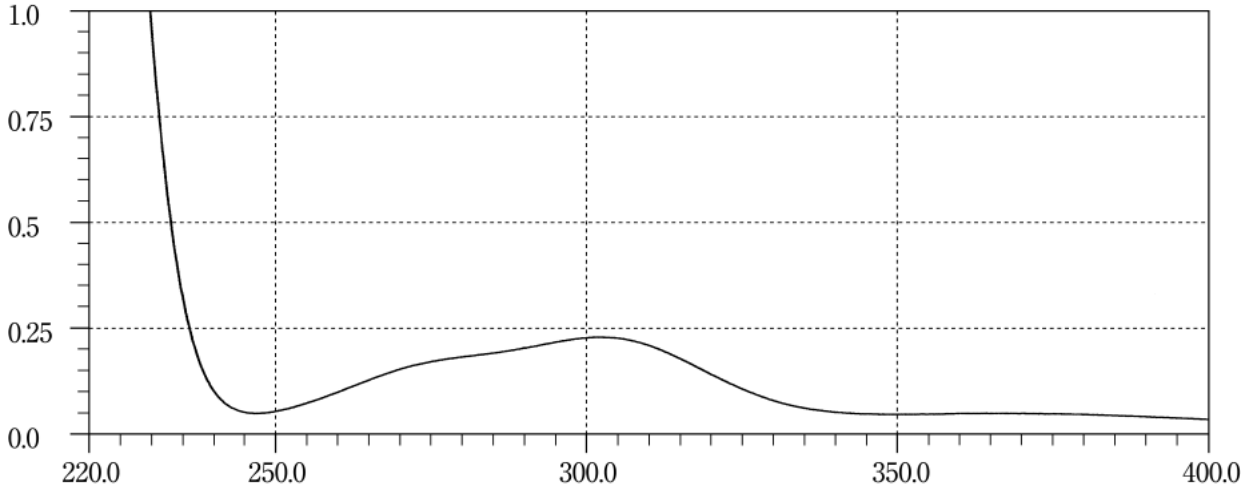
ジクロフェナミド



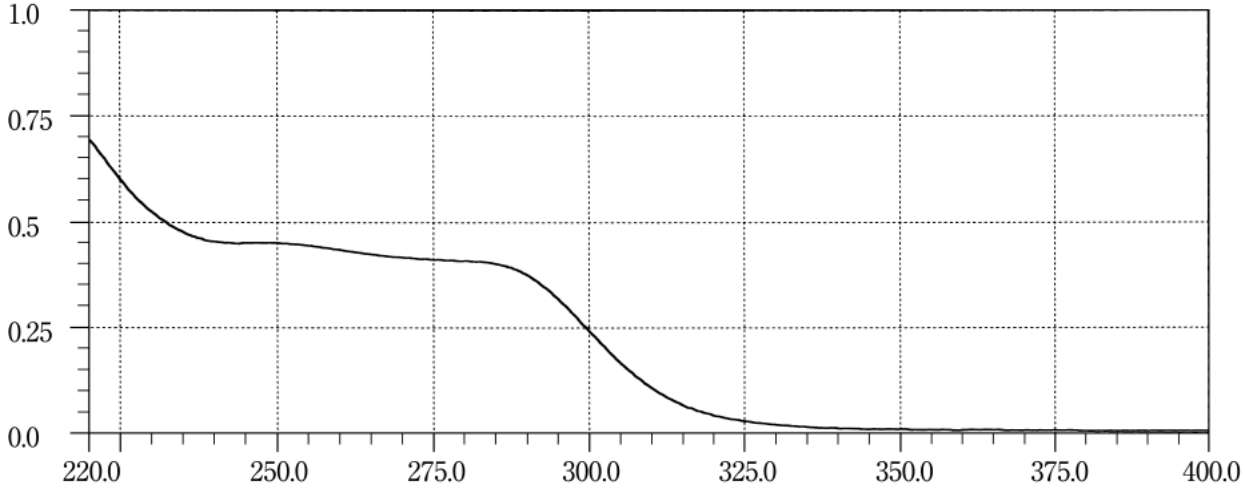
ジスチグミン臭化物



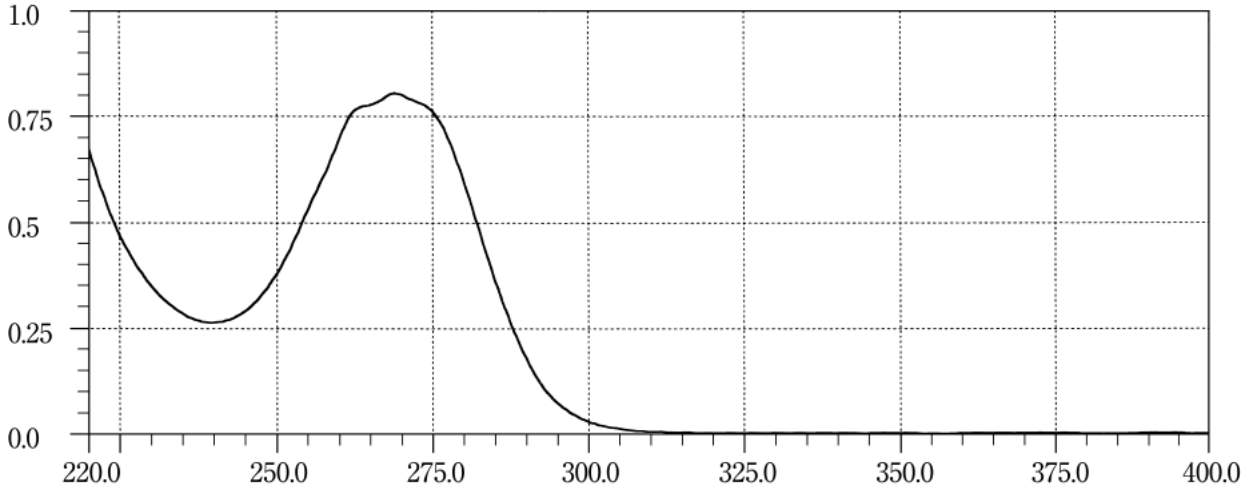
シスプラチン



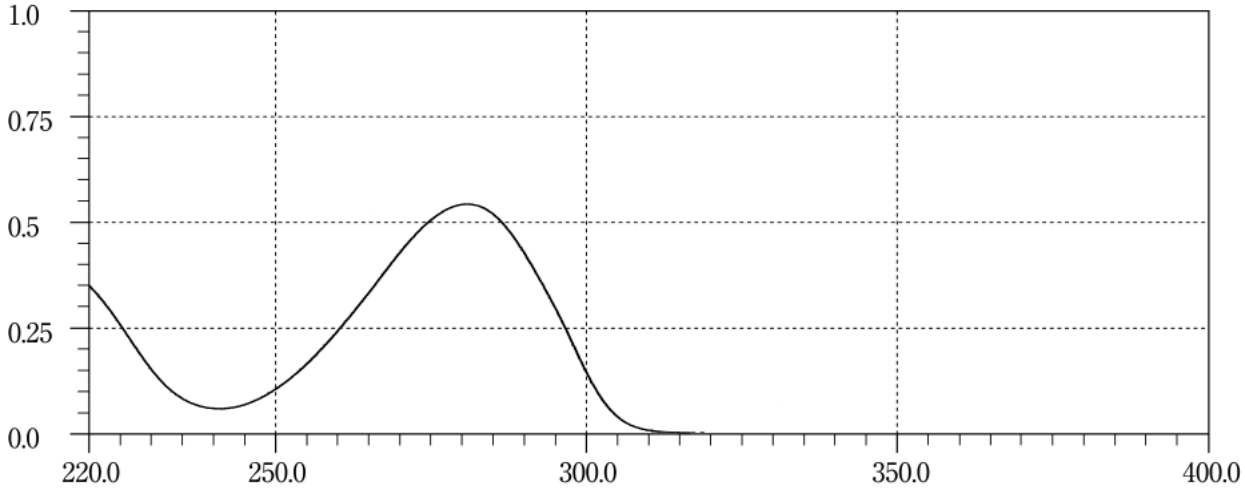
ジスルフィラム



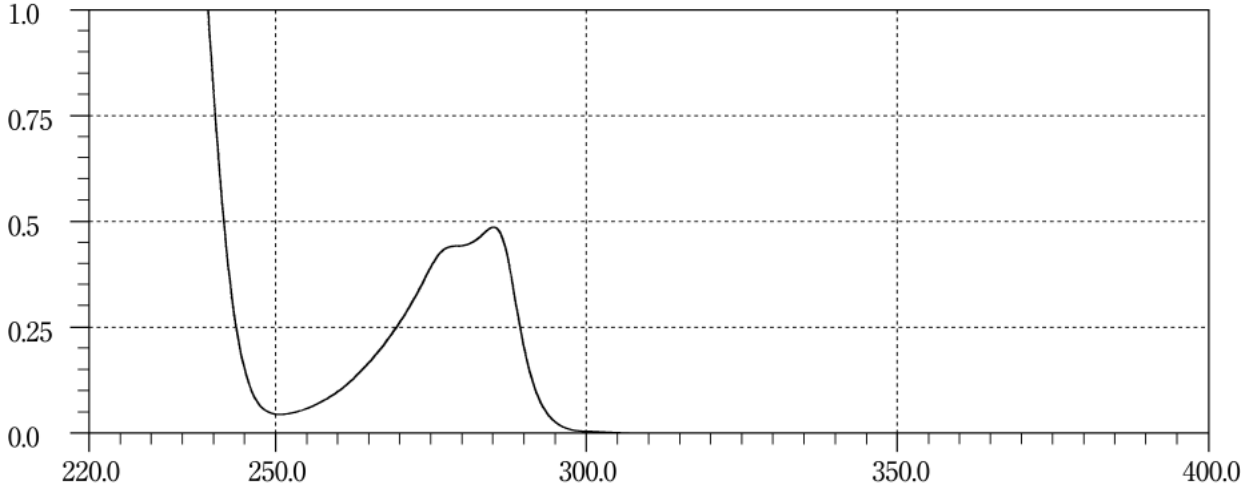
ジソピラミド



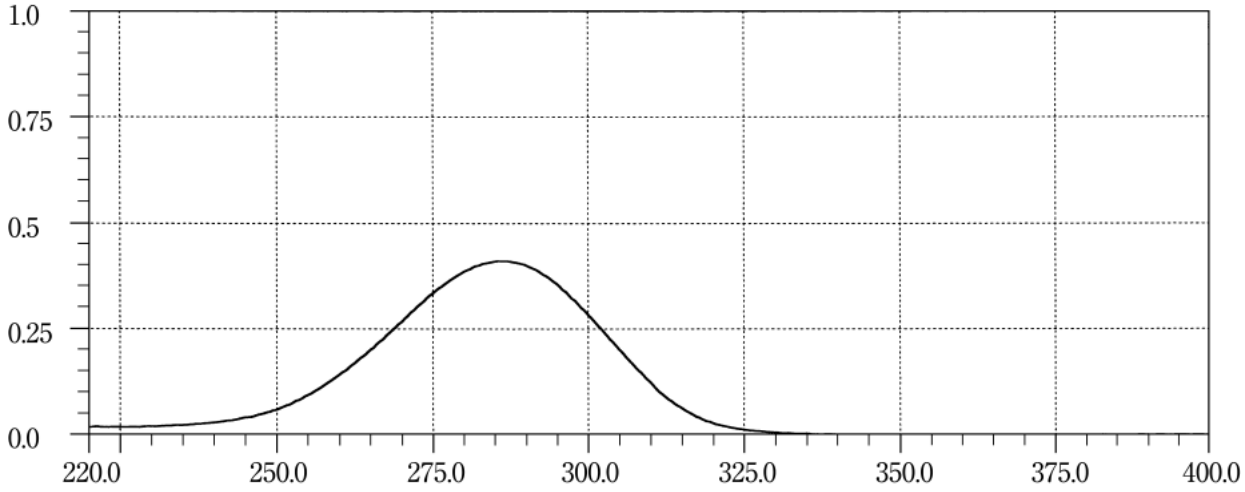
シタラビン



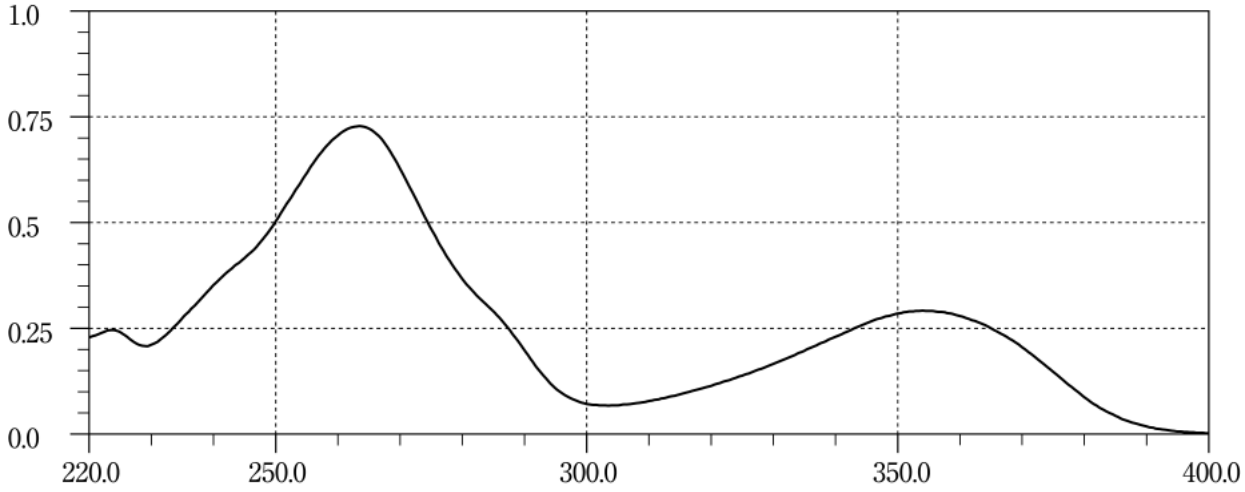
シッカニン



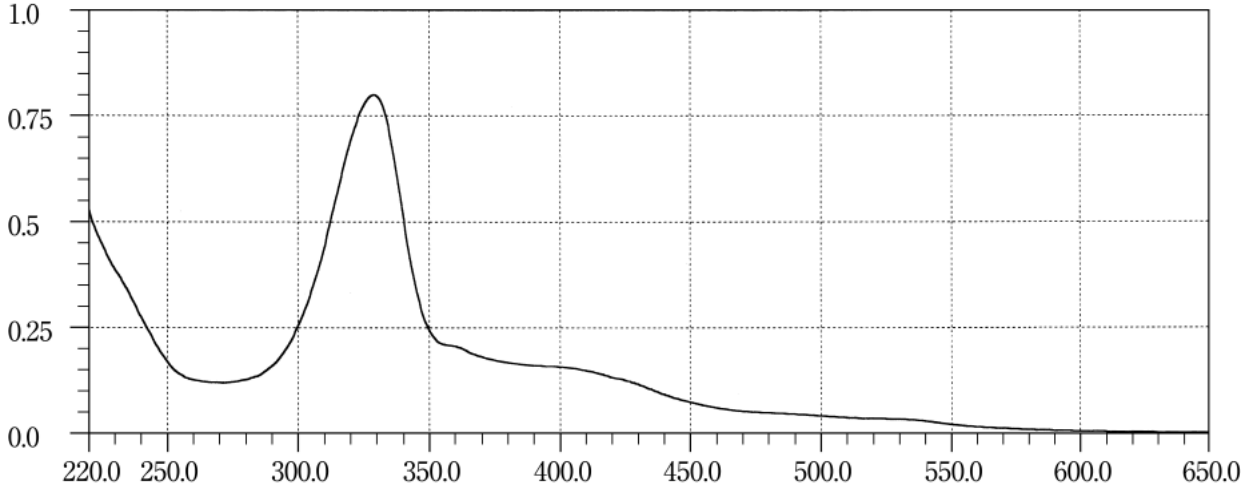
ジドロゲステロン



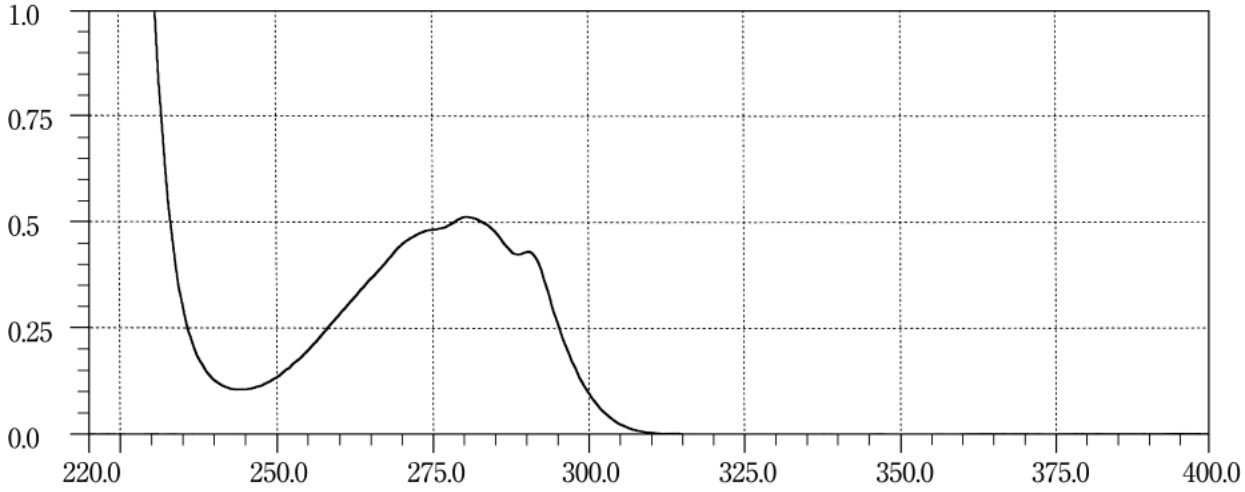
シノキサシン



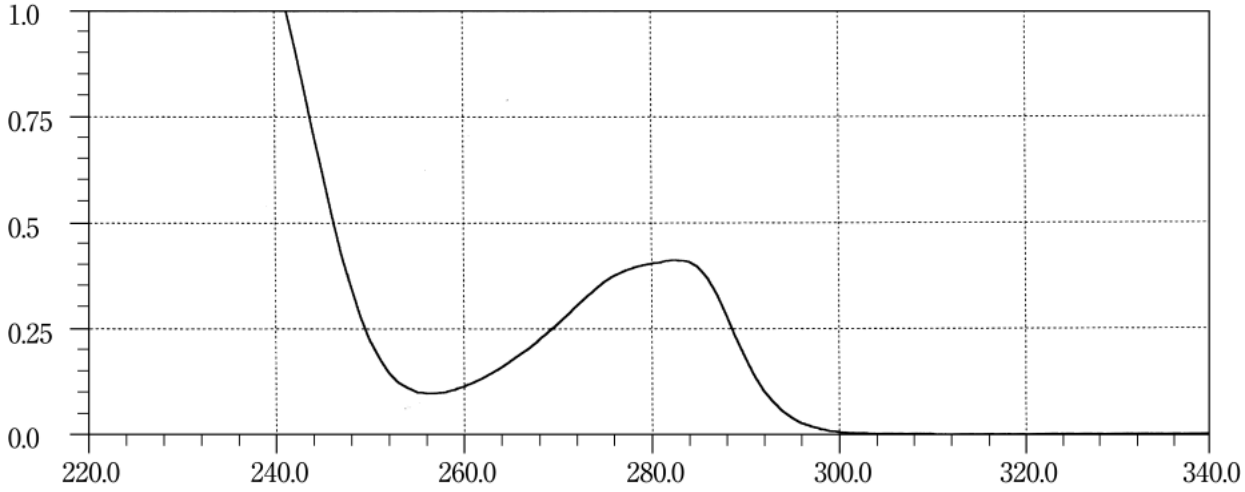
ジノプロスト



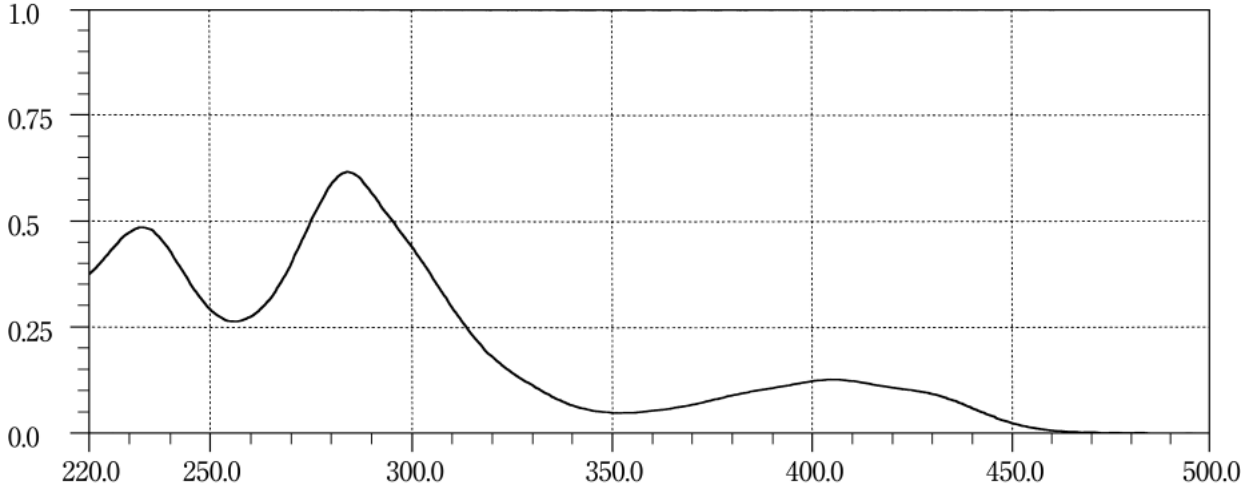
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩



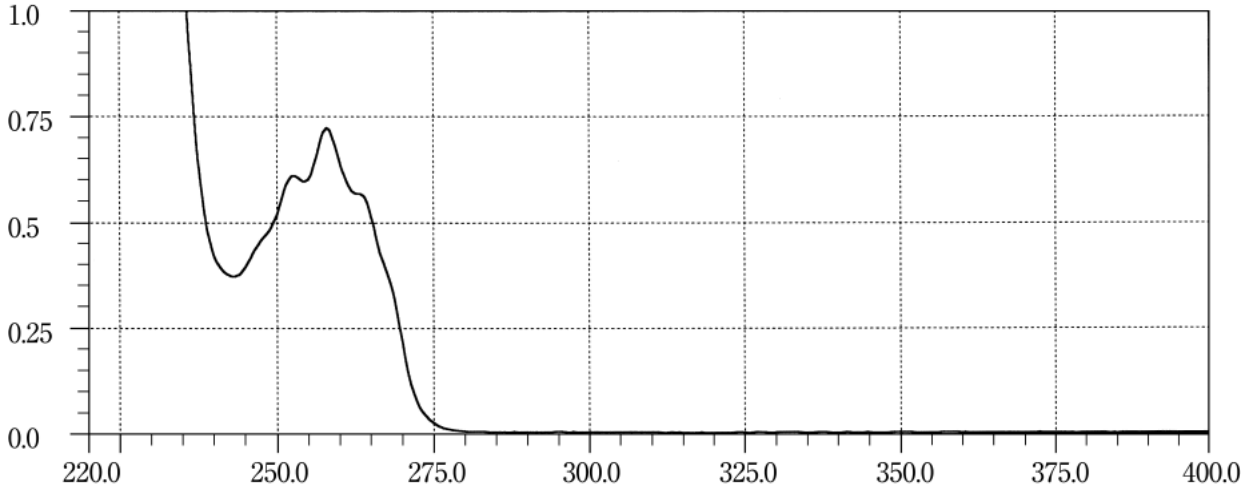
ジヒドロコデインリン酸塩



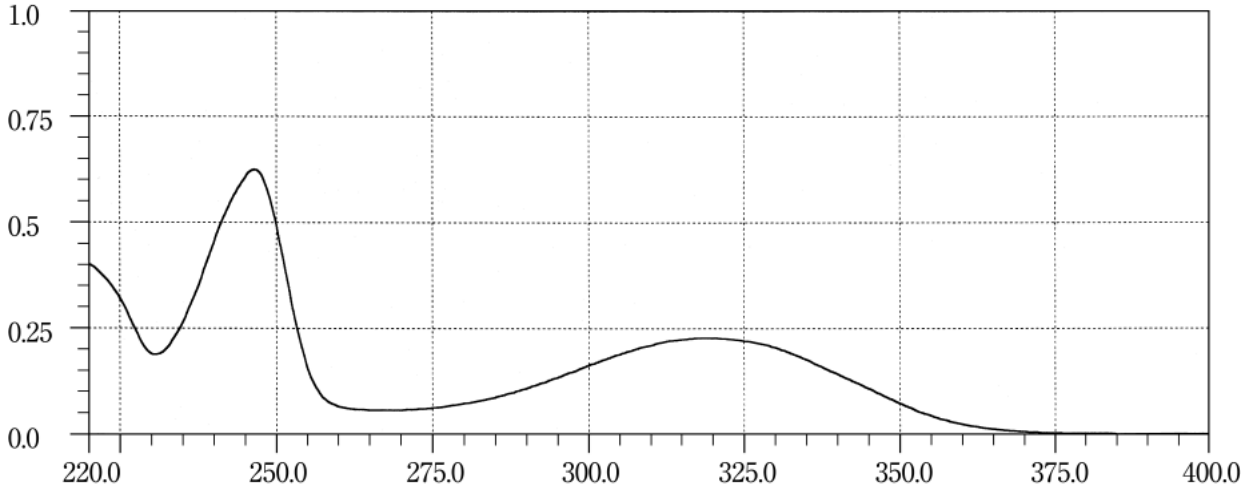
ジピリダモール



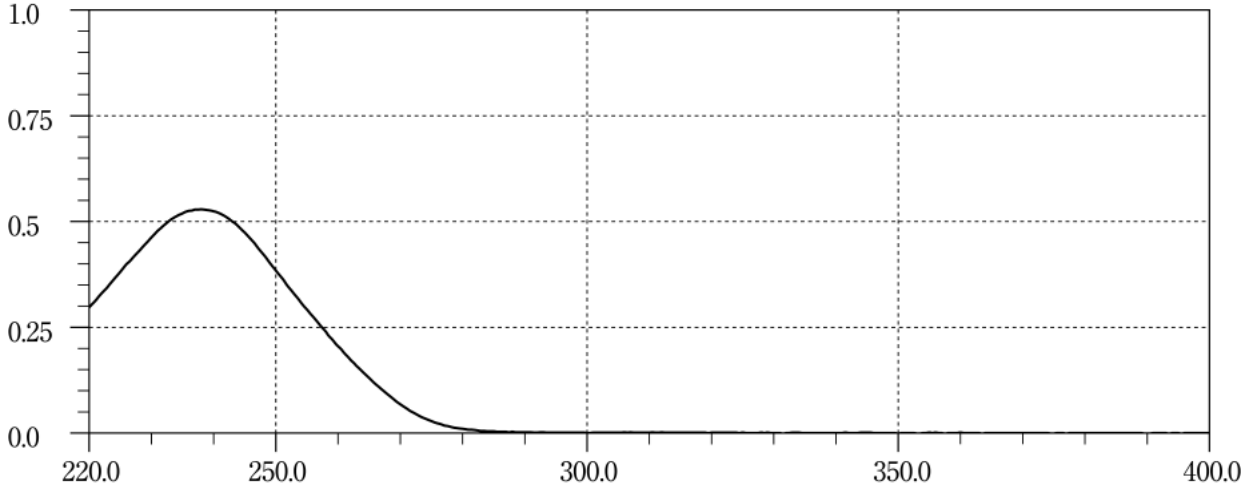
ジフェンヒドラミン塩酸塩



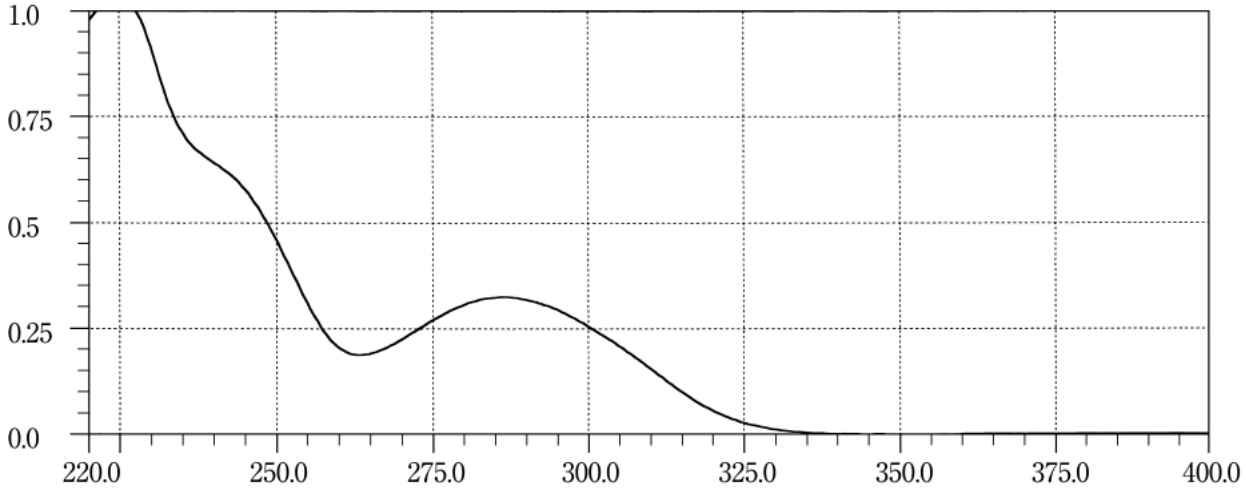
ジブカイン塩酸塩



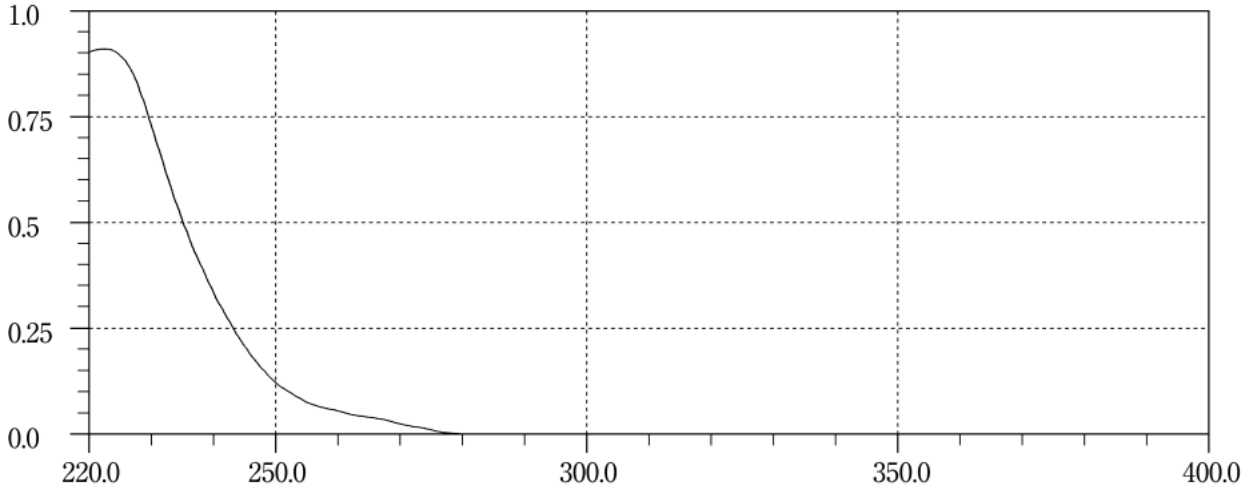
ジフルコルトロン吉草酸エステル



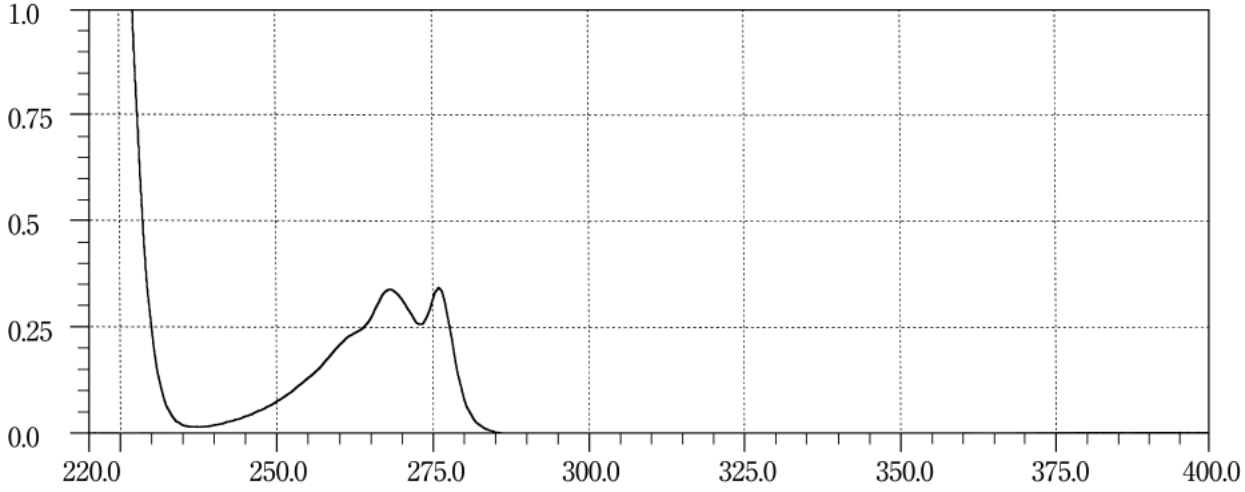
シプロヘプタジン塩酸塩水和物



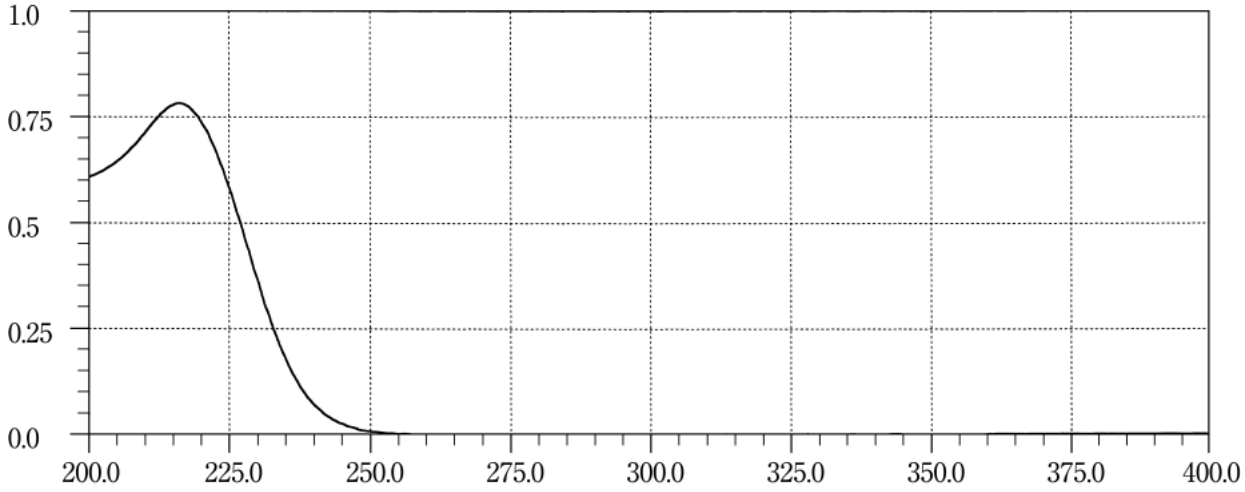
シベンゾリンコハク酸塩



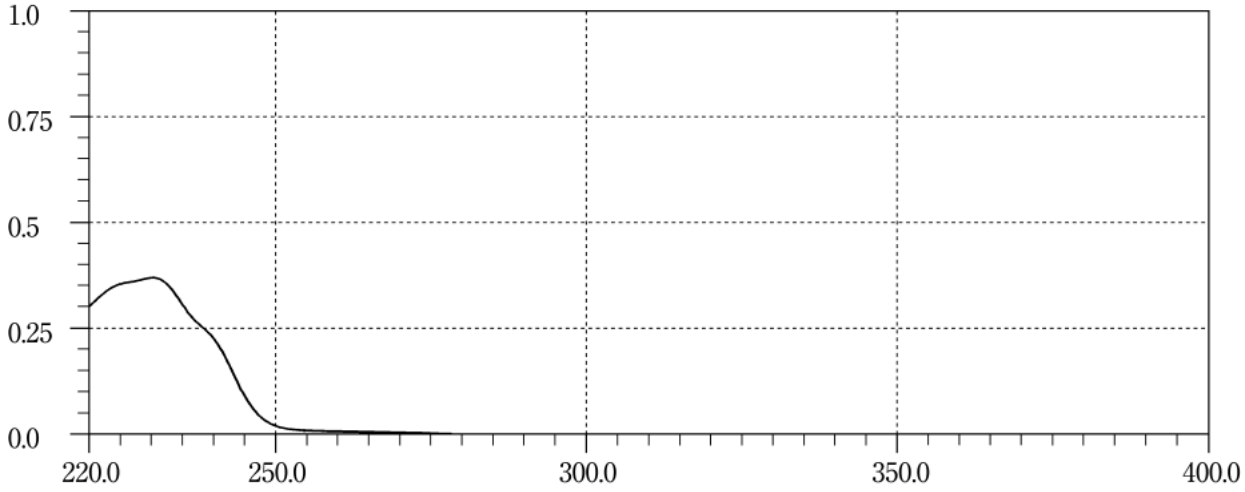
ジメモルファンリン酸塩



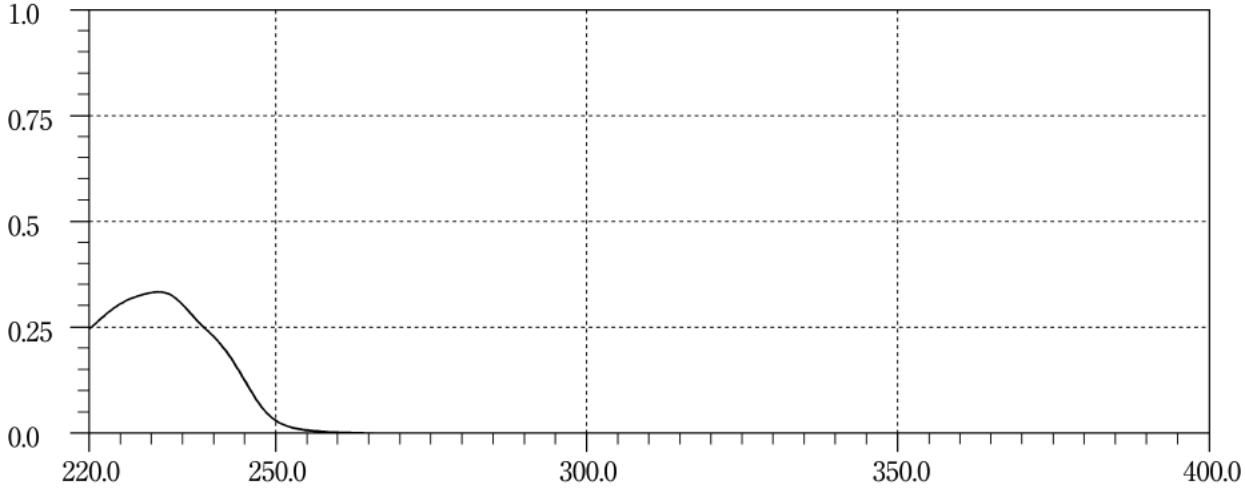
ジモルホラミン



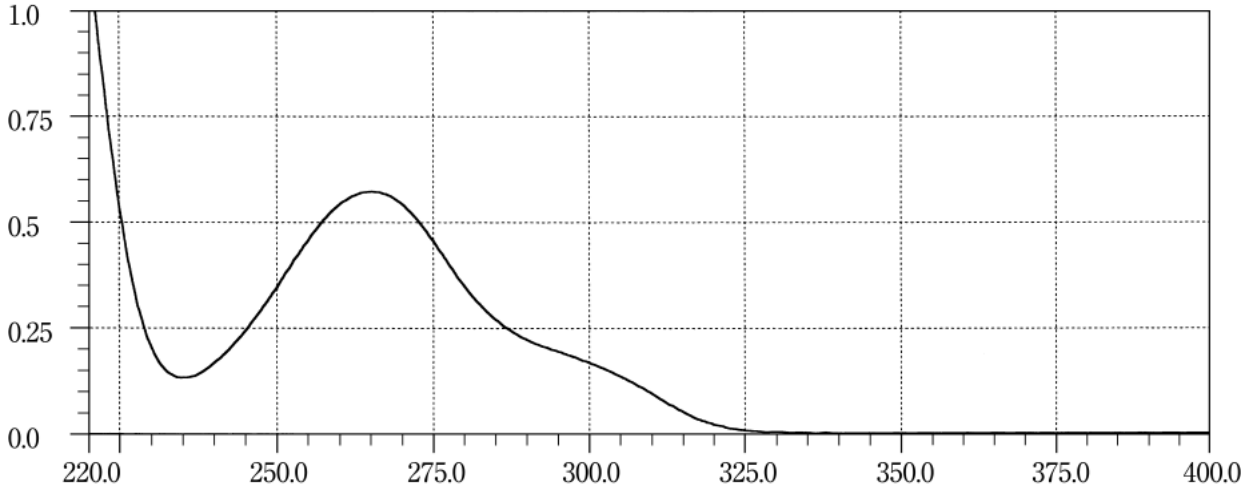
ジョサマイシン



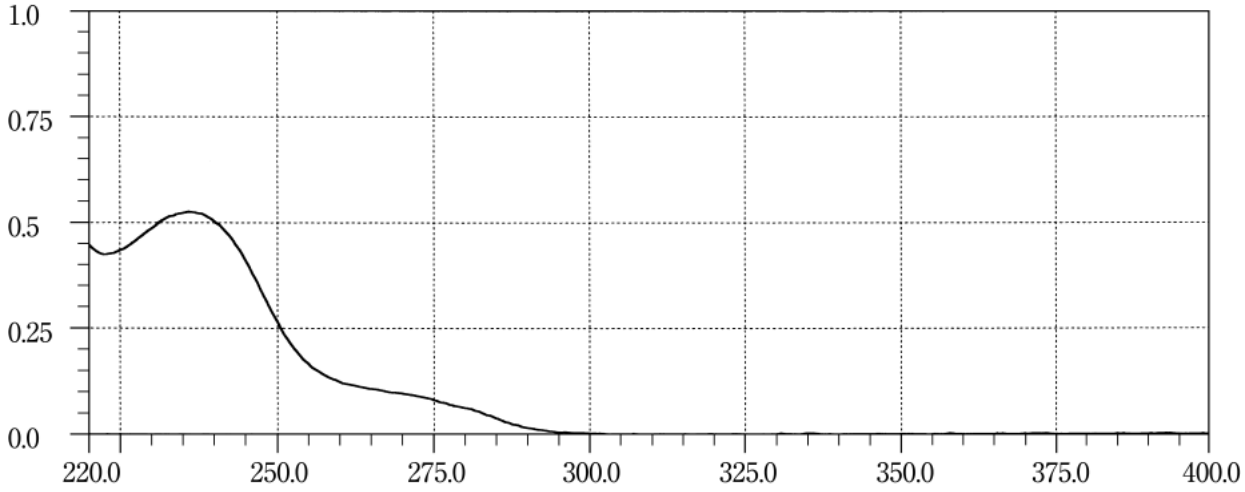
ジョサマイシンプロピオン酸エステル



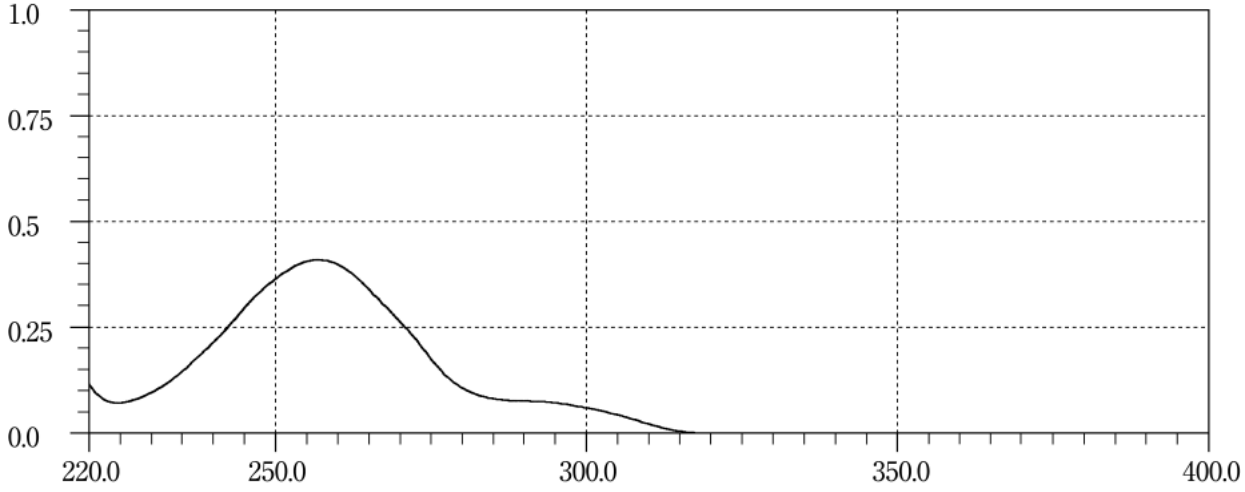
ジラゼプ塩酸塩水和物



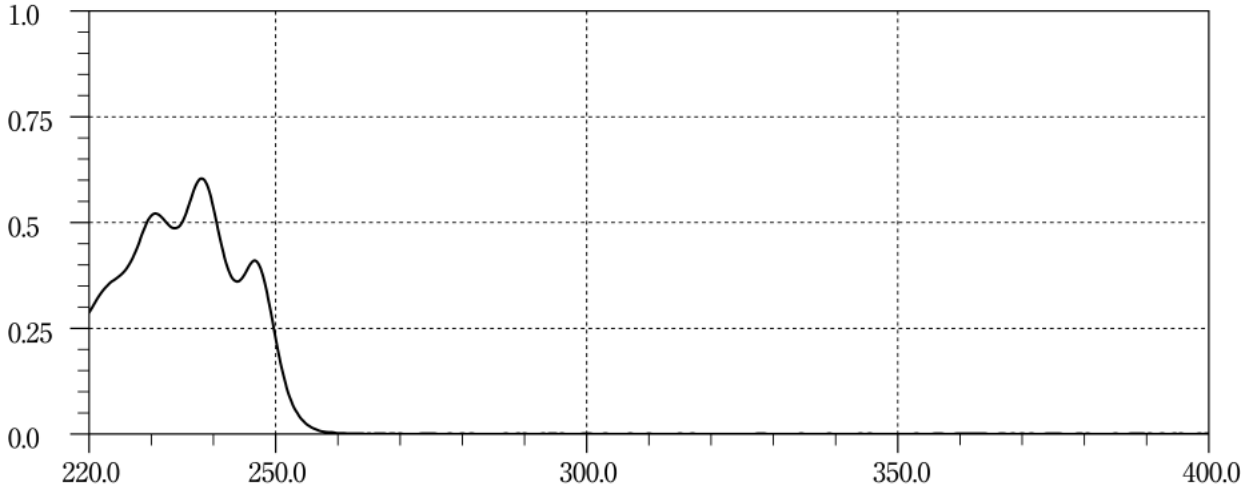
ジルチアゼム塩酸塩



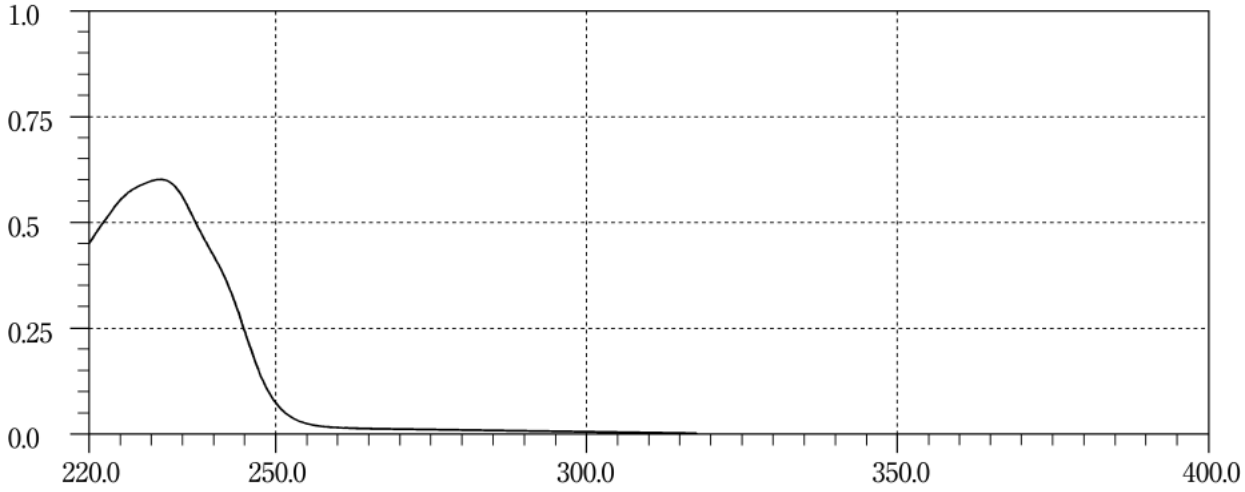
シロスタゾール



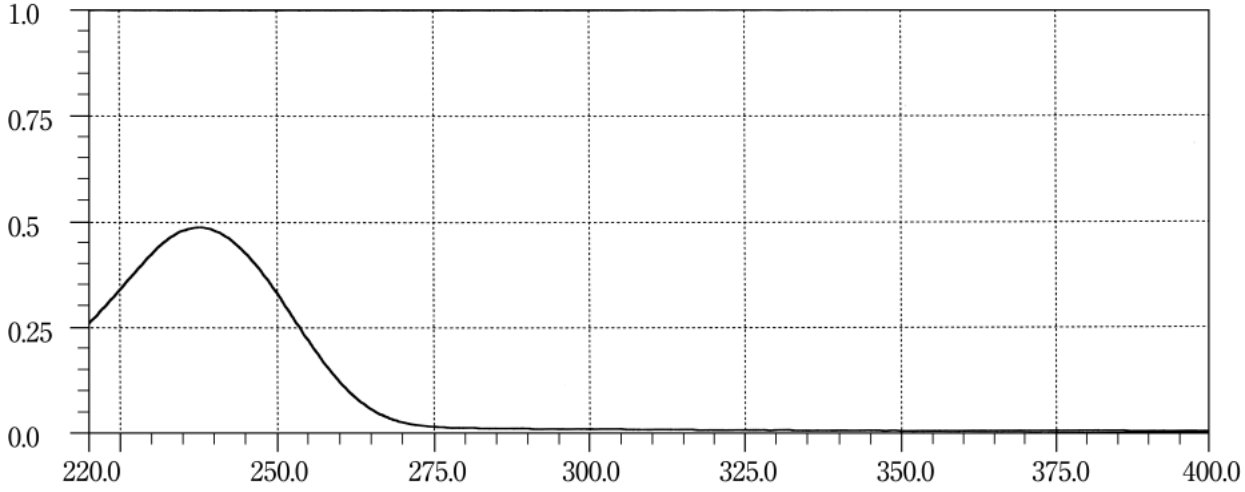
シンバスタチン



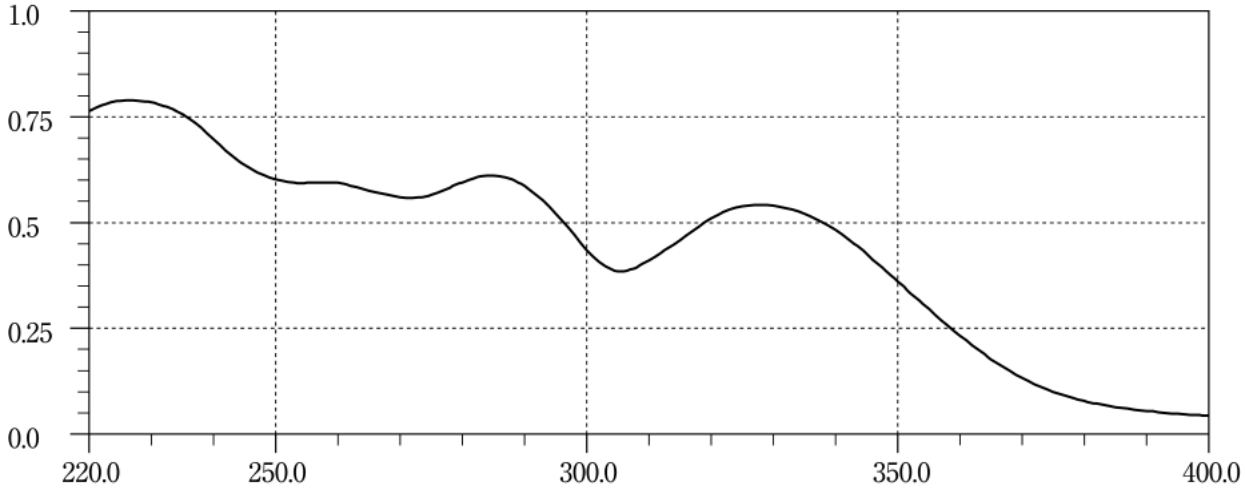
スピラマイシン酢酸エステル



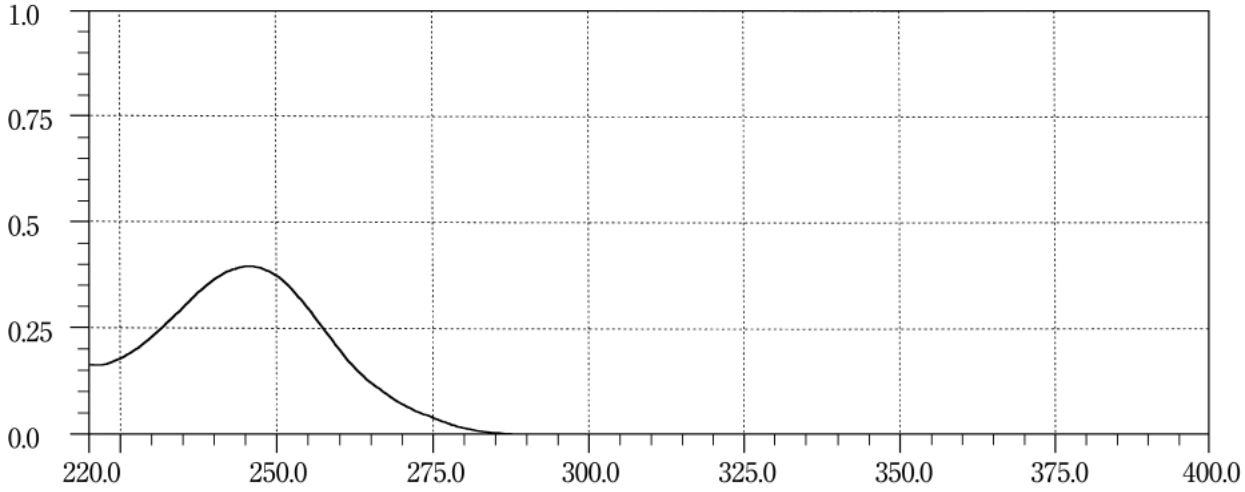
スピロノラクトン



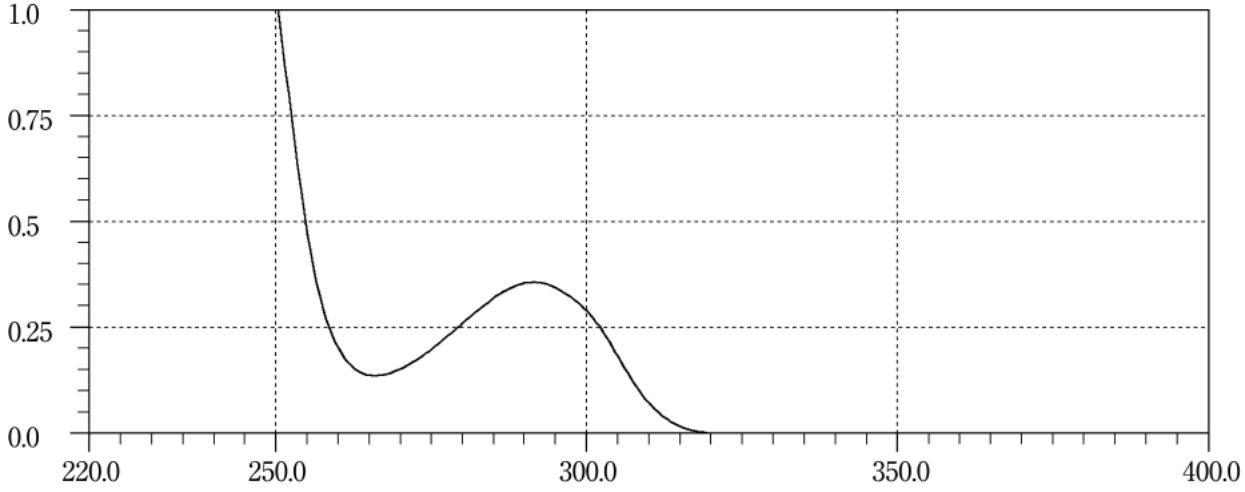
スリンダク



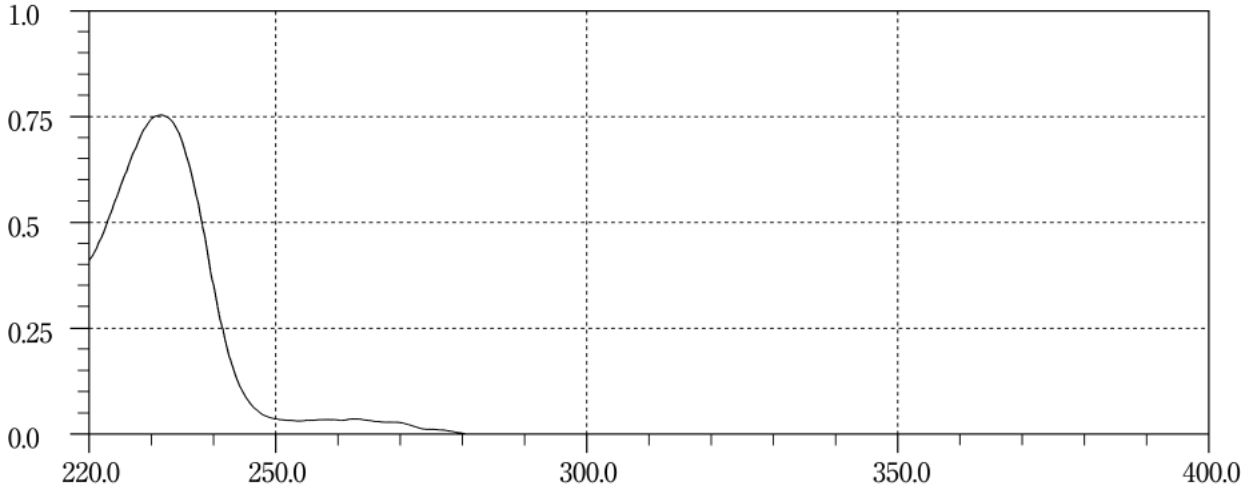
スルチアム



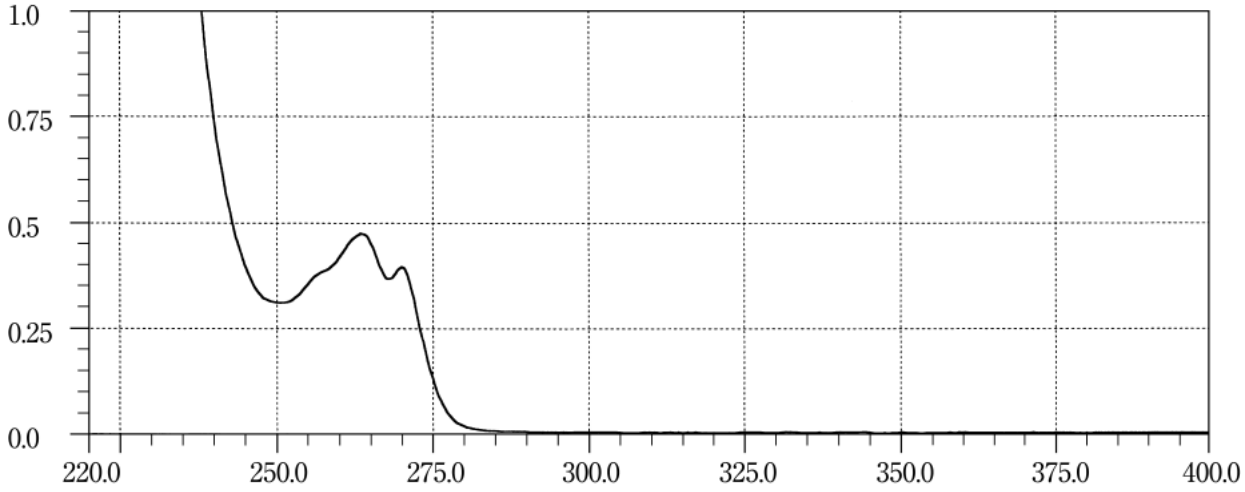
スルピリド



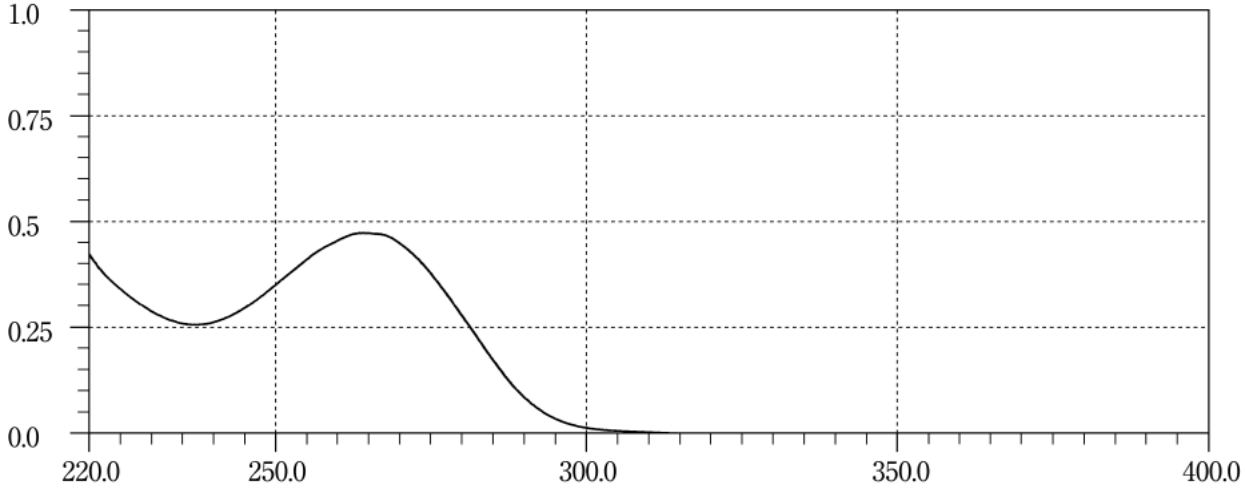
セチリジン塩酸塩



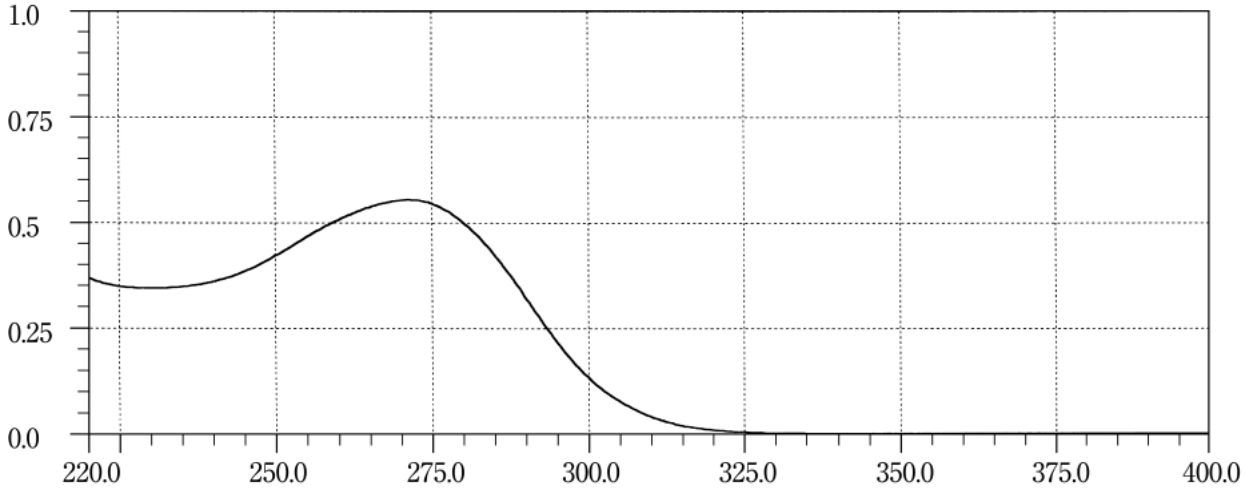
セトラキサート塩酸塩



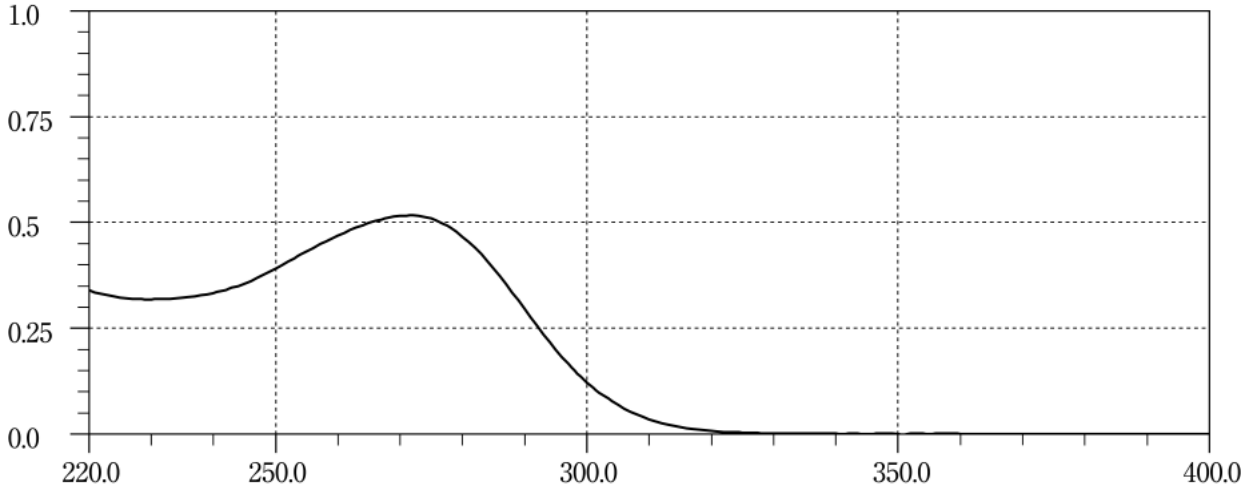
セファクロル



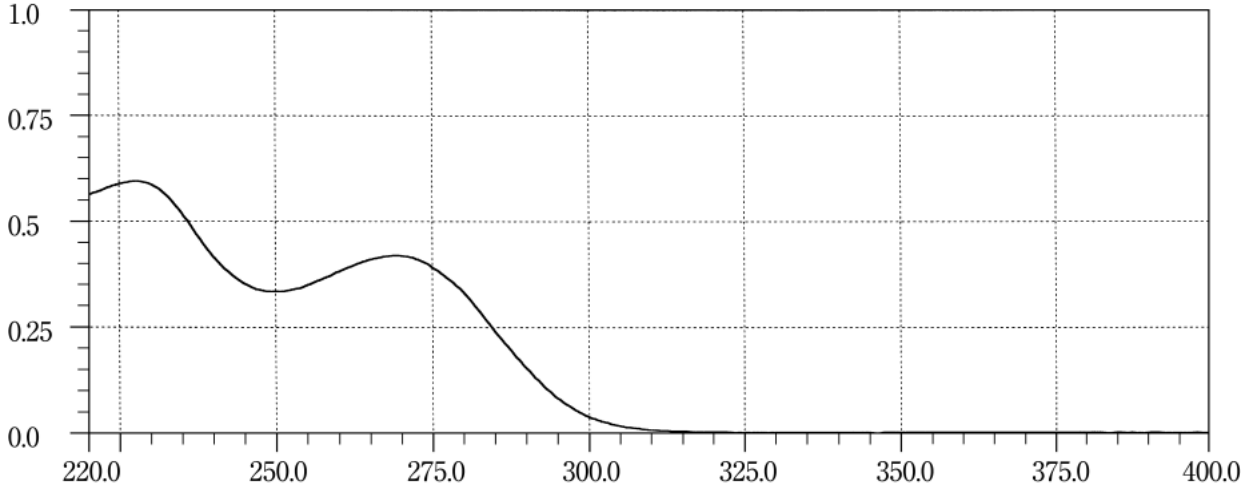
セファゾリンナトリウム



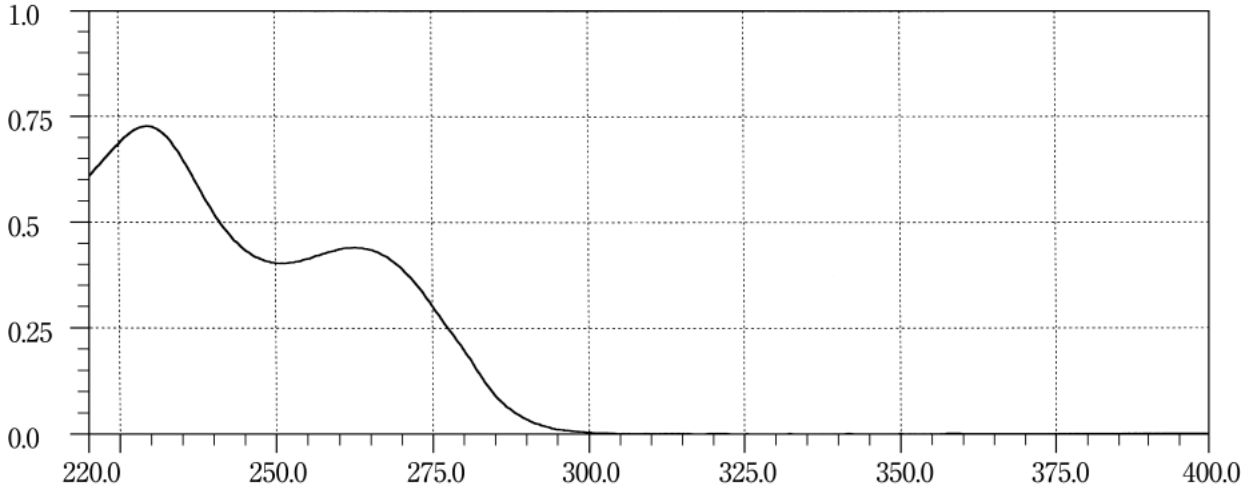
セファゾリンナトリウム水和物



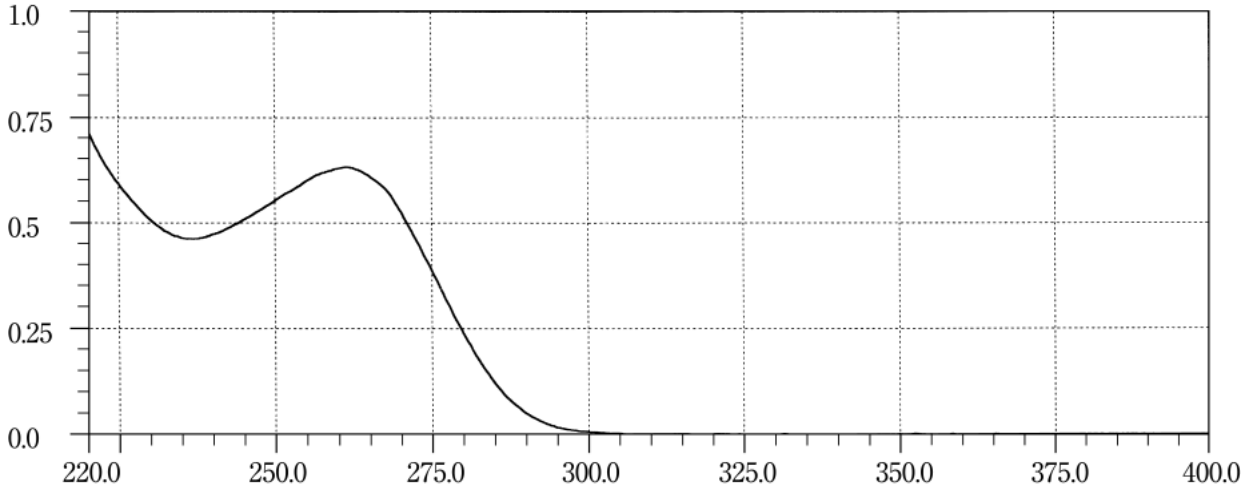
セファトリジンプロピレングリコール



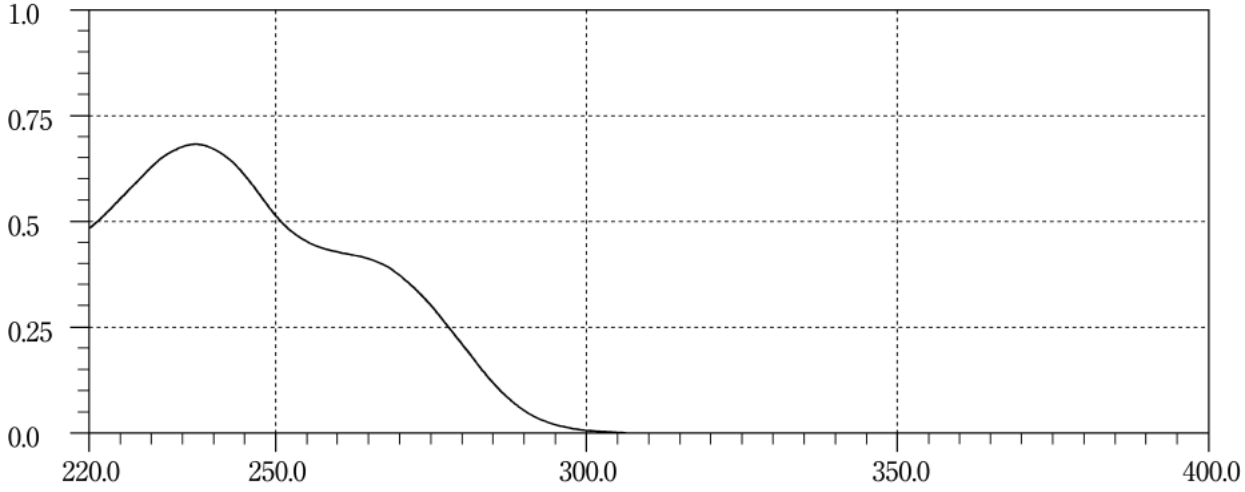
セファドロキシル



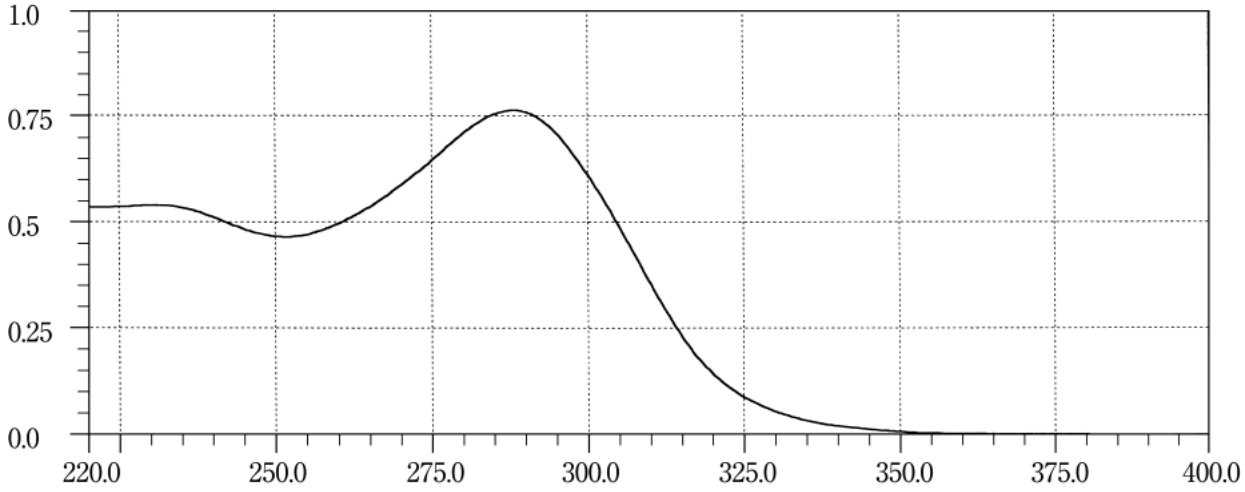
セファレキシン



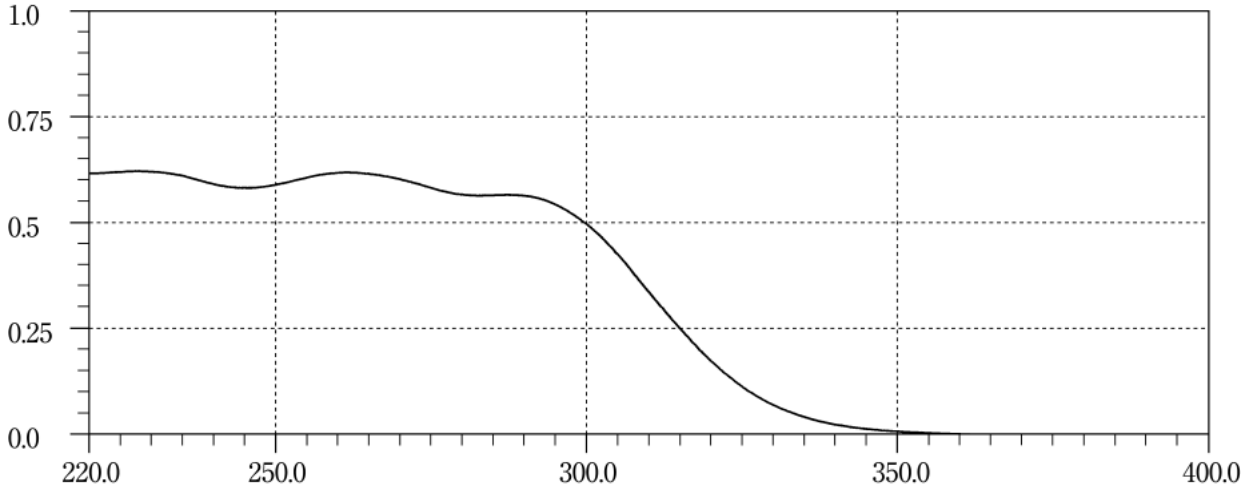
セファロチンナトリウム



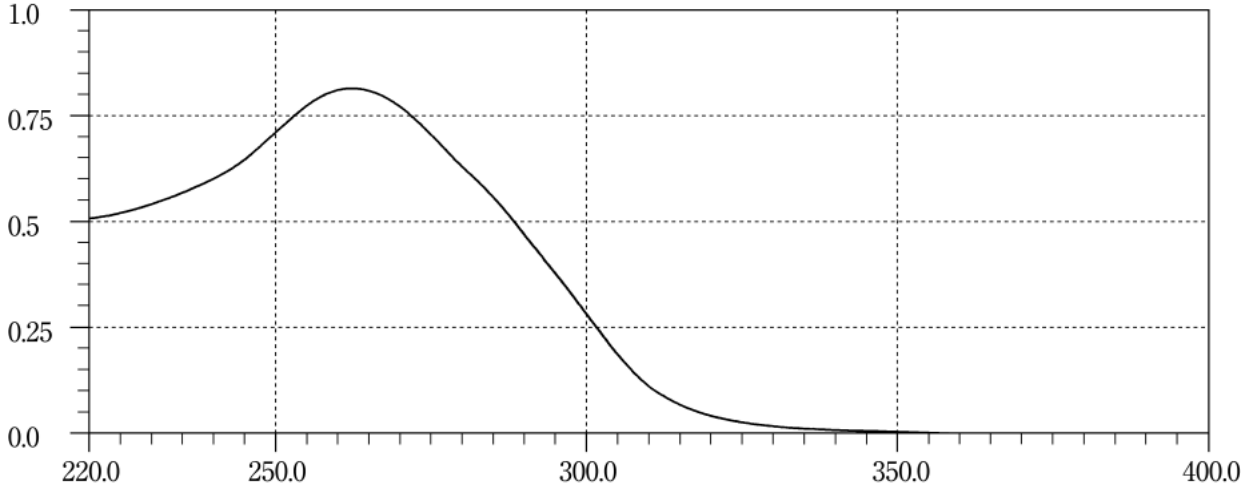
セフィキシム水和物



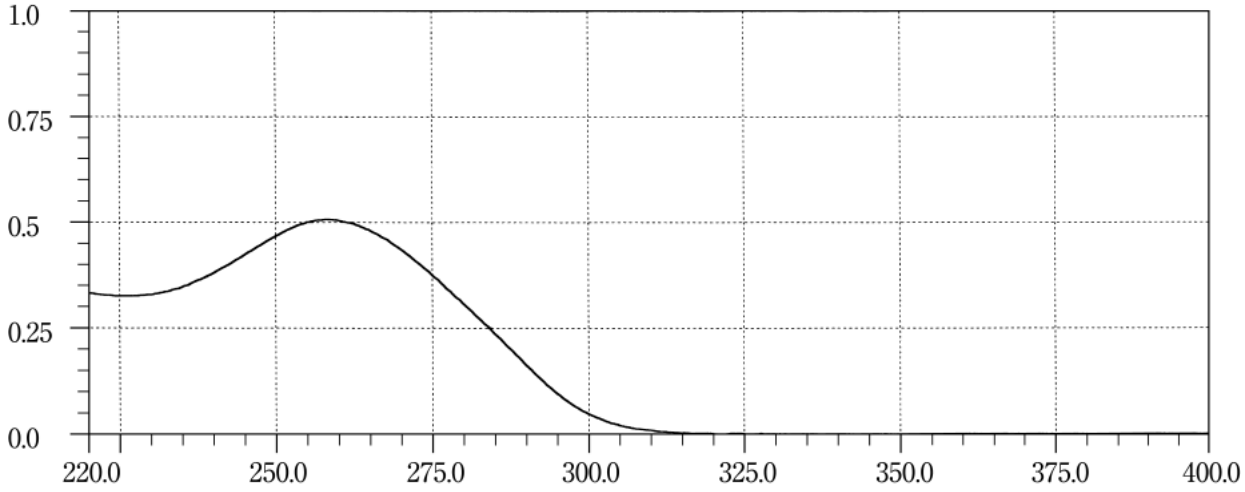
セフォジジムナトリウム



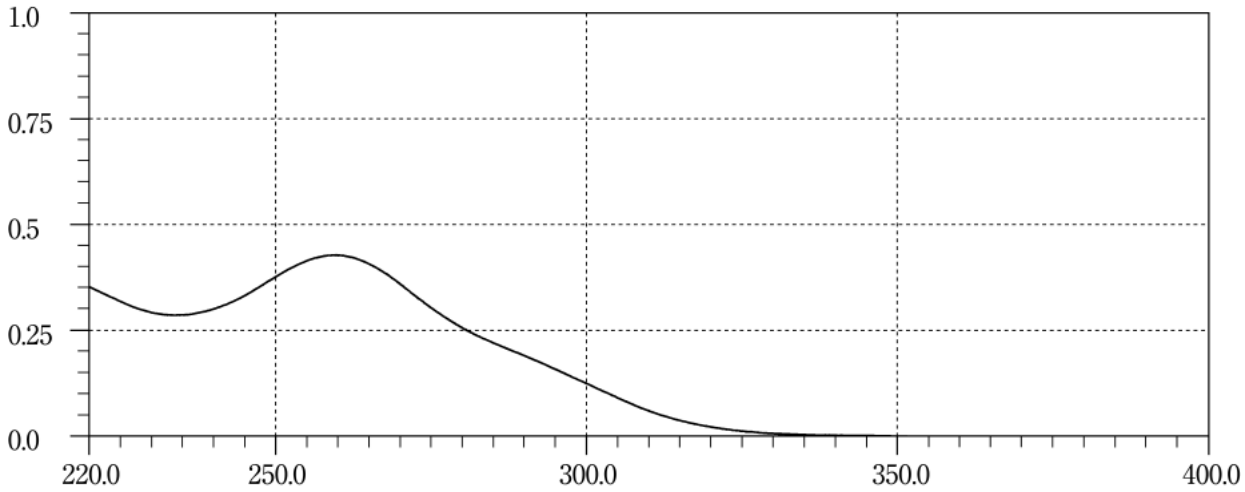
セフォタキシムナトリウム



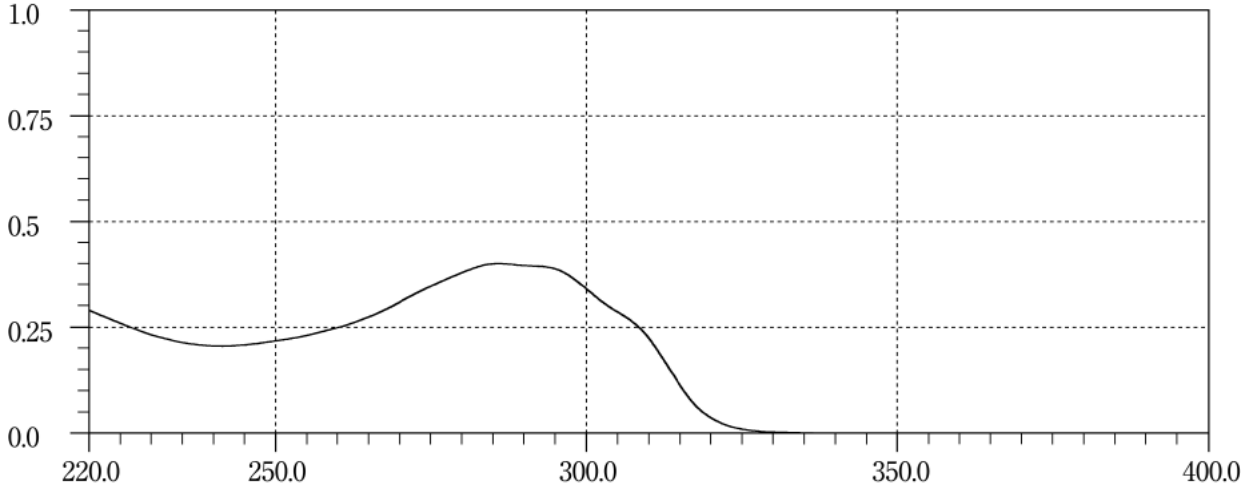
セフォチアム塩酸塩



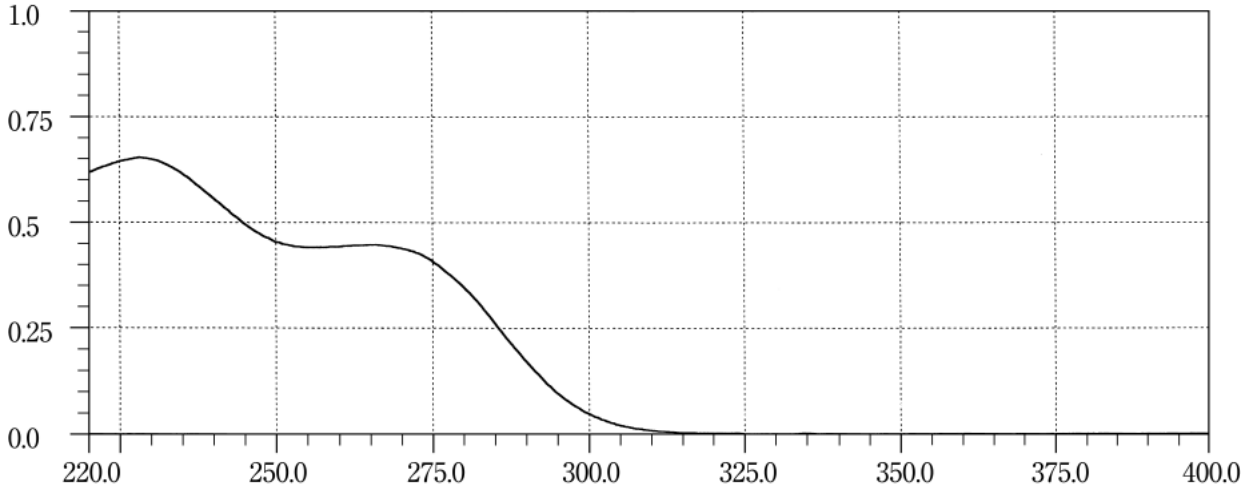
セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩



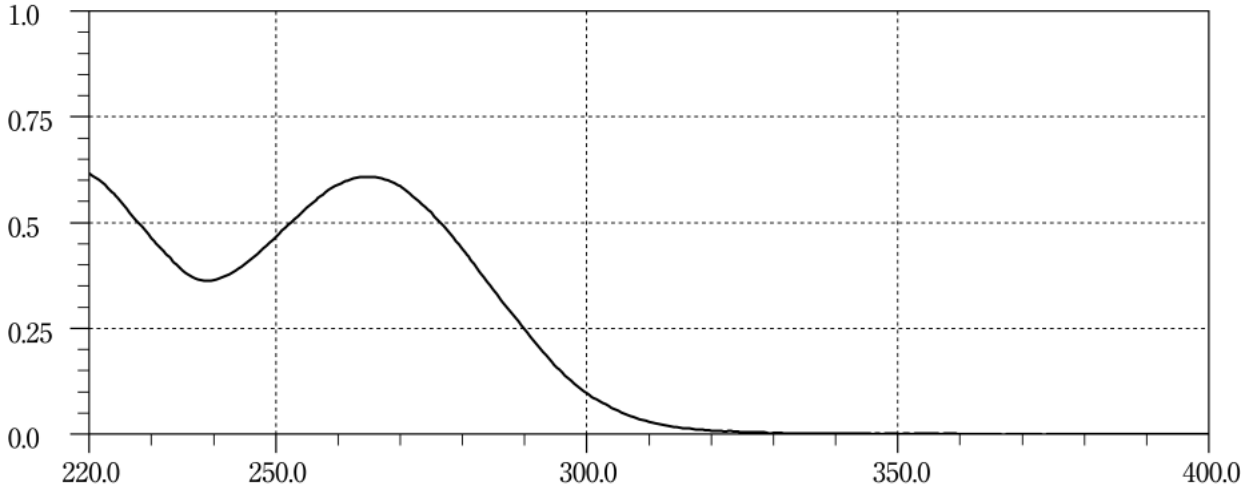
セフォテタン



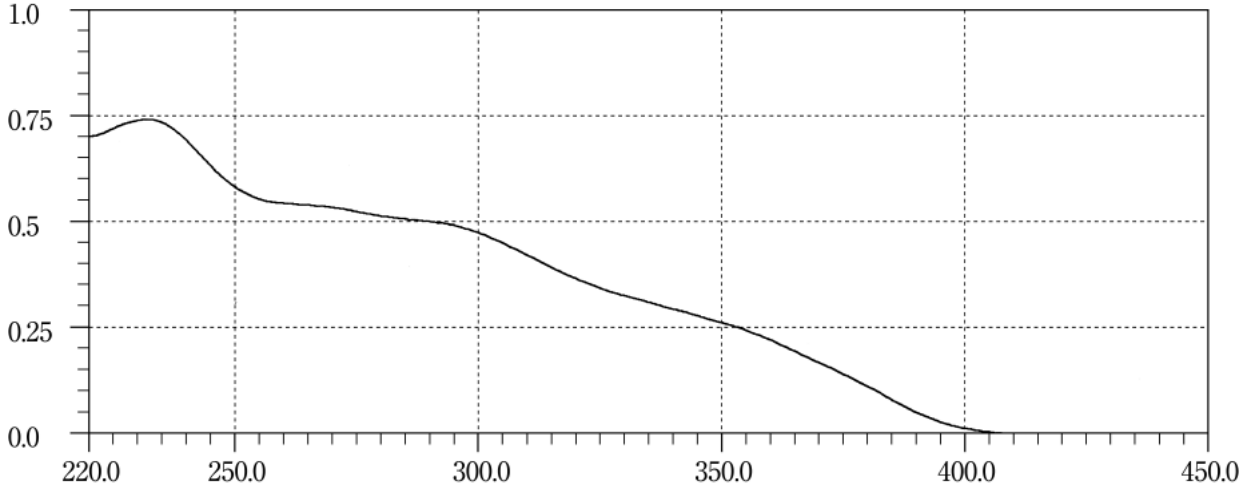
セフォペラゾンナトリウム



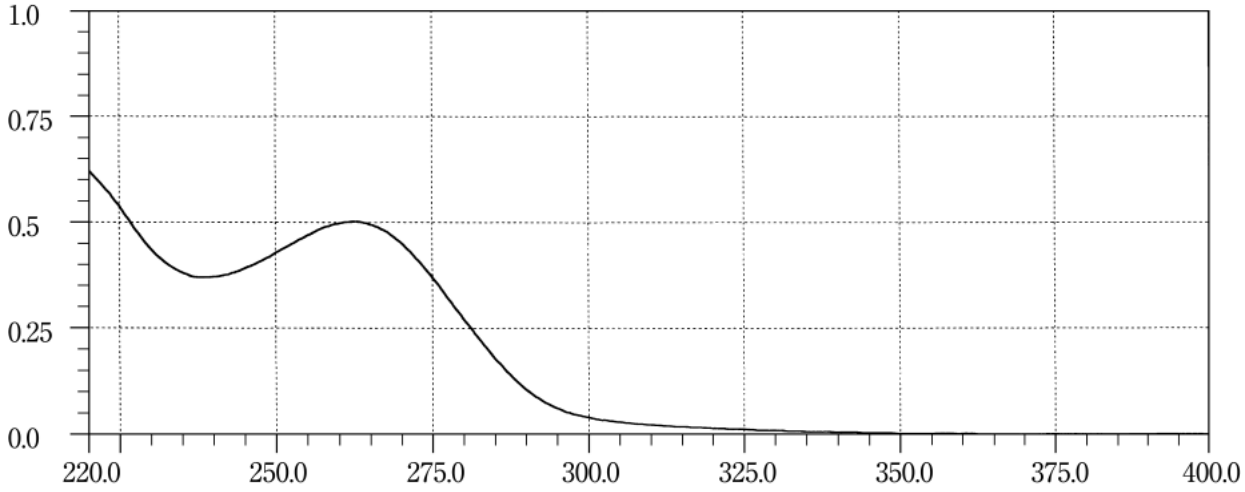
セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物



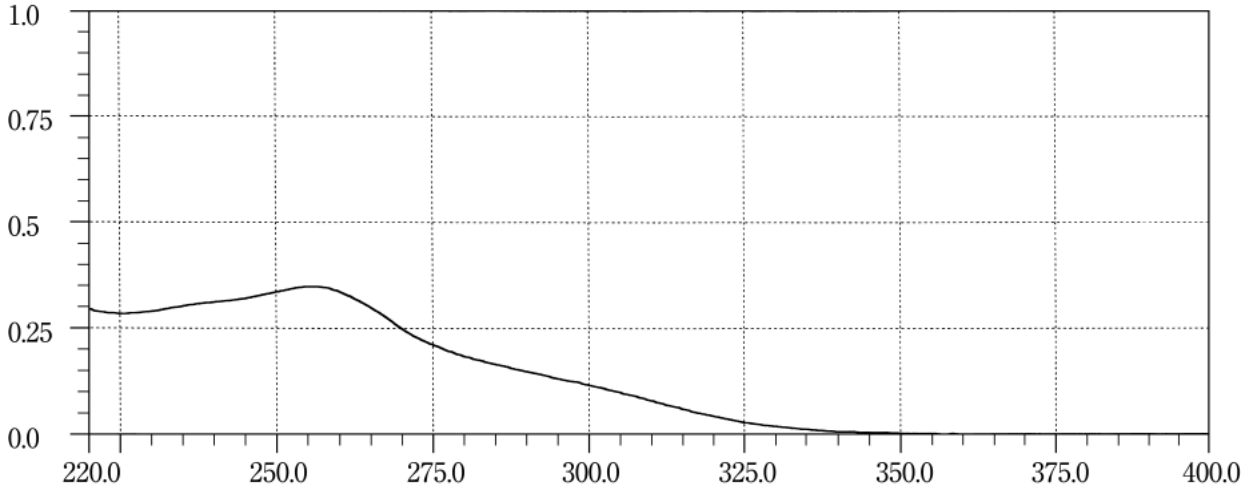
セフジトレン　ピボキシル



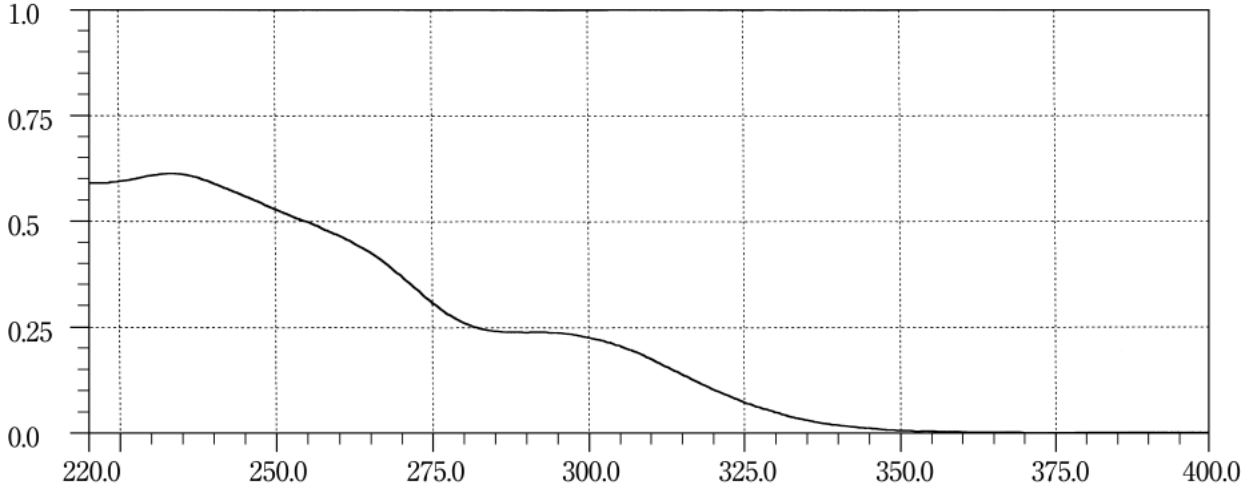
セフスロジンナトリウム



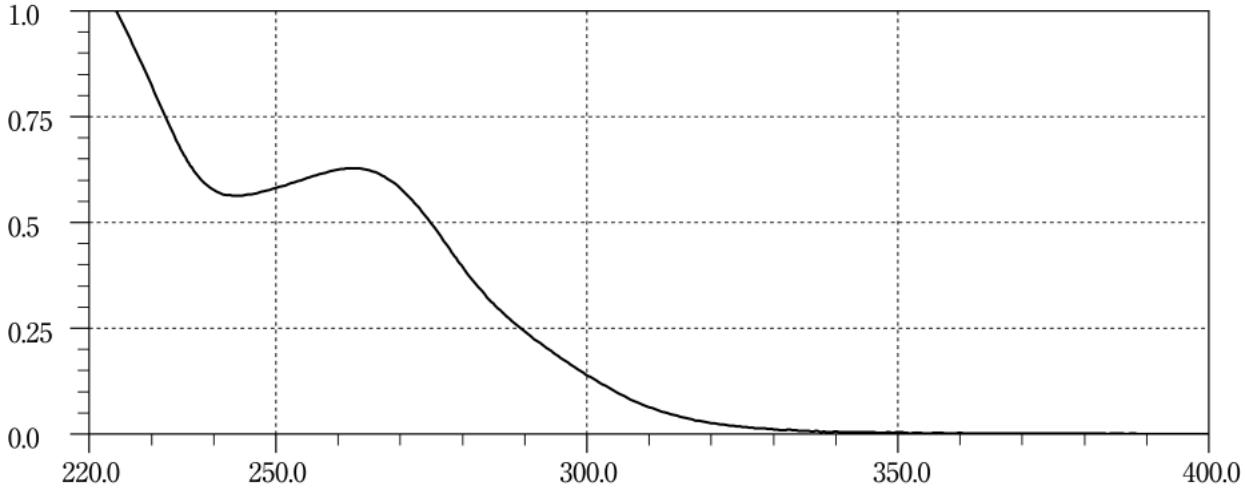
セフタジジム水和物



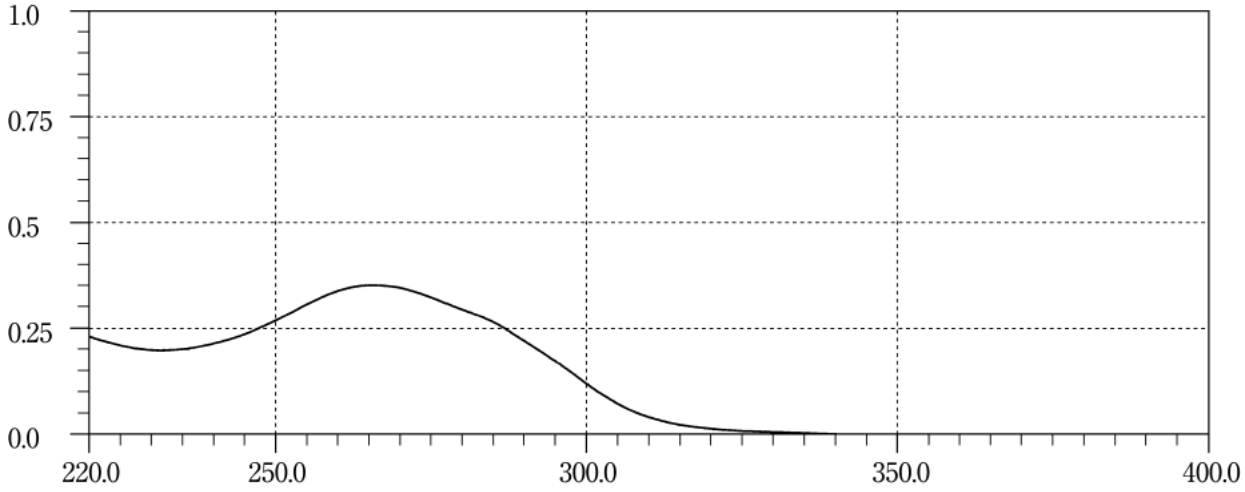
セフチゾキシムナトリウム



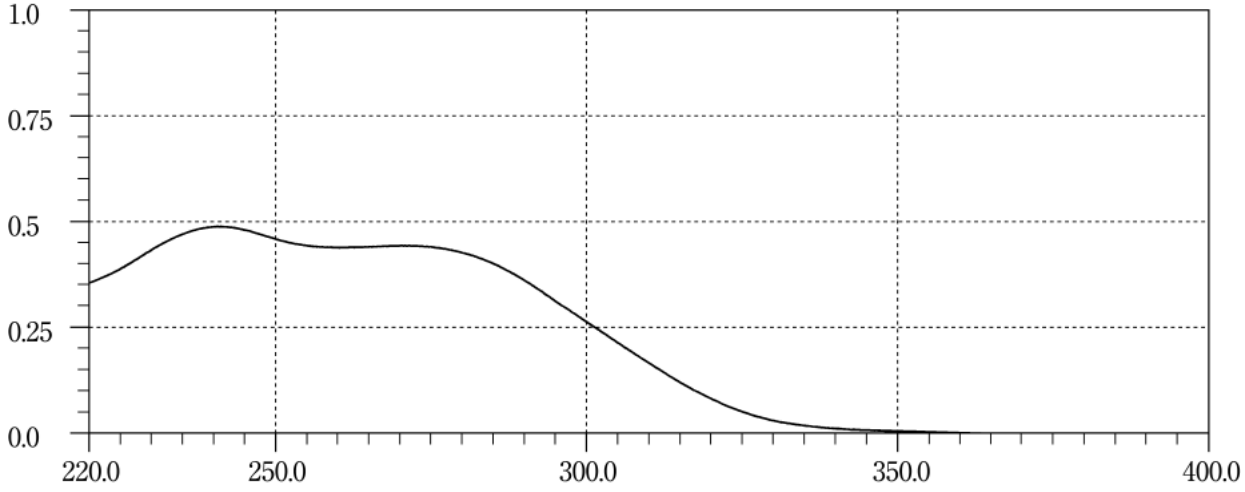
セフチブテン水和物



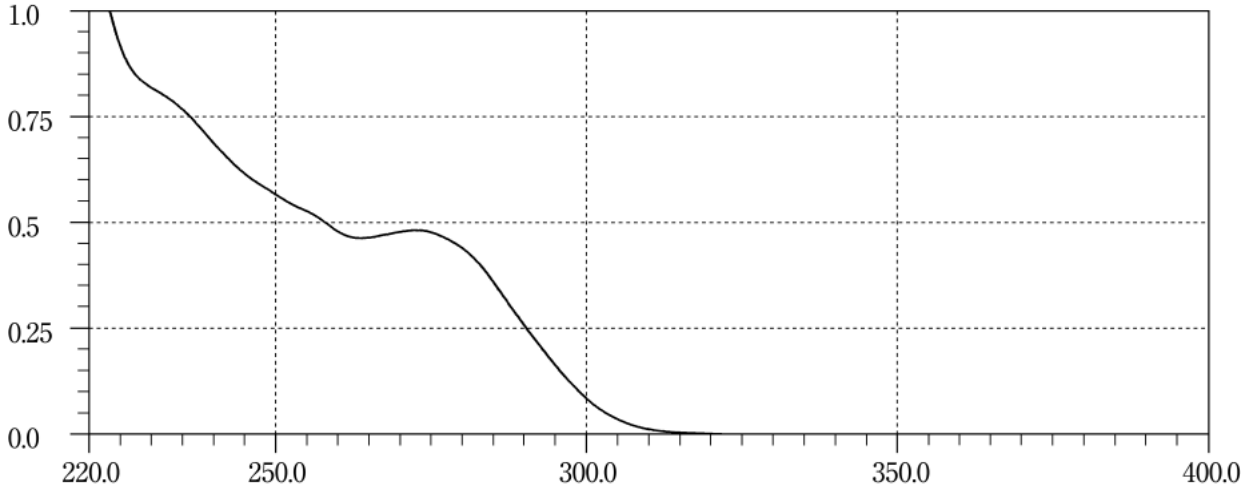
セフテラム　ピボキシル



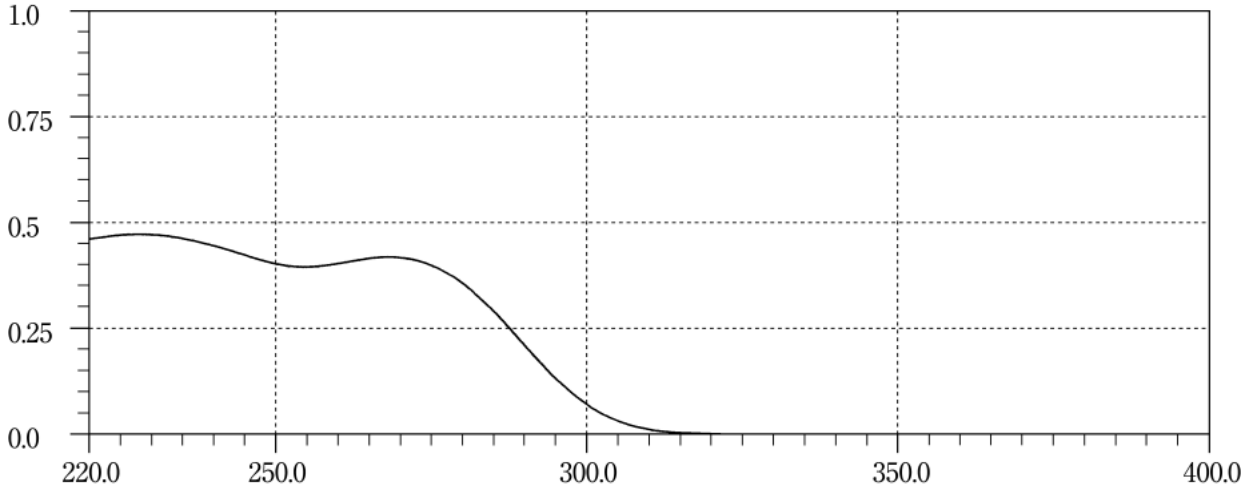
セフトリアキソンナトリウム水和物



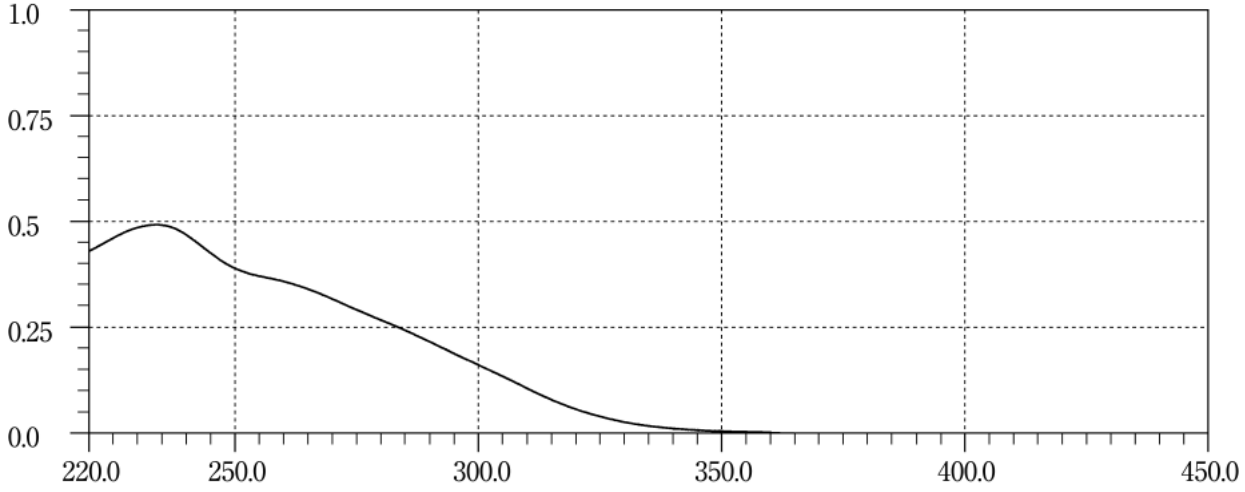
セフピラミドナトリウム



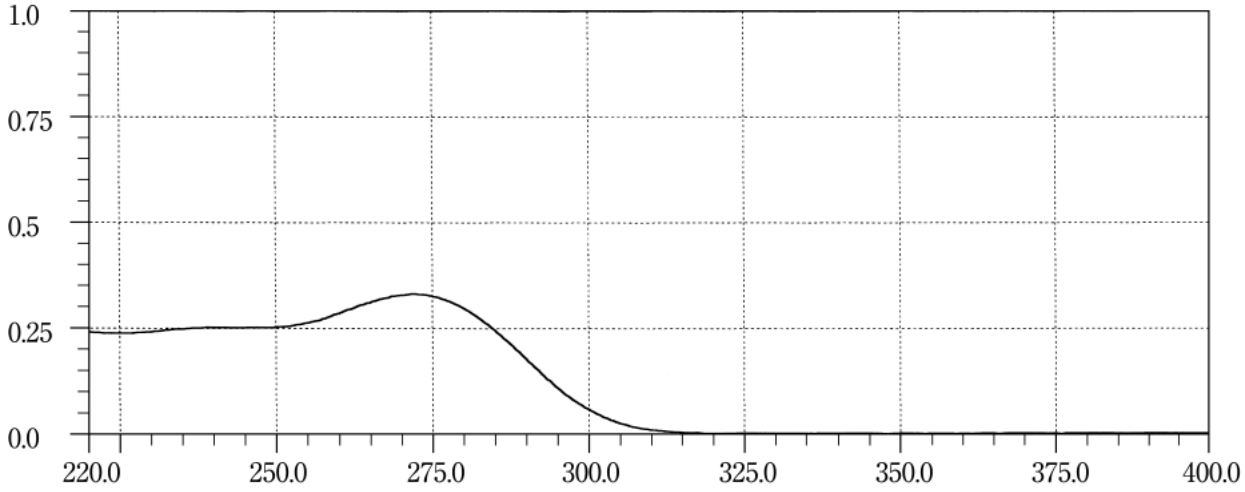
セフブペラゾンナトリウム



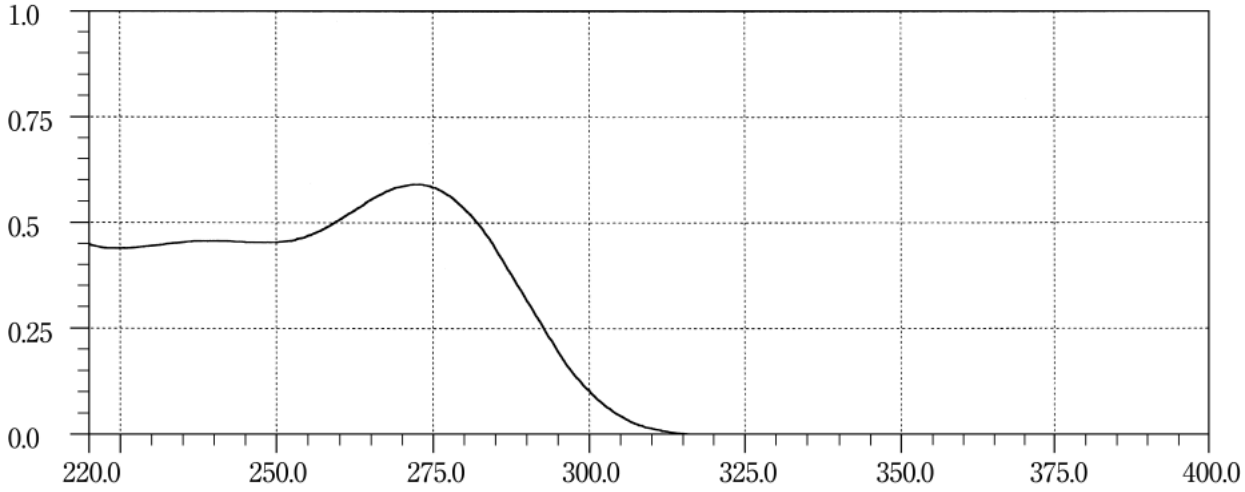
セフポドキシム　プロキセチル



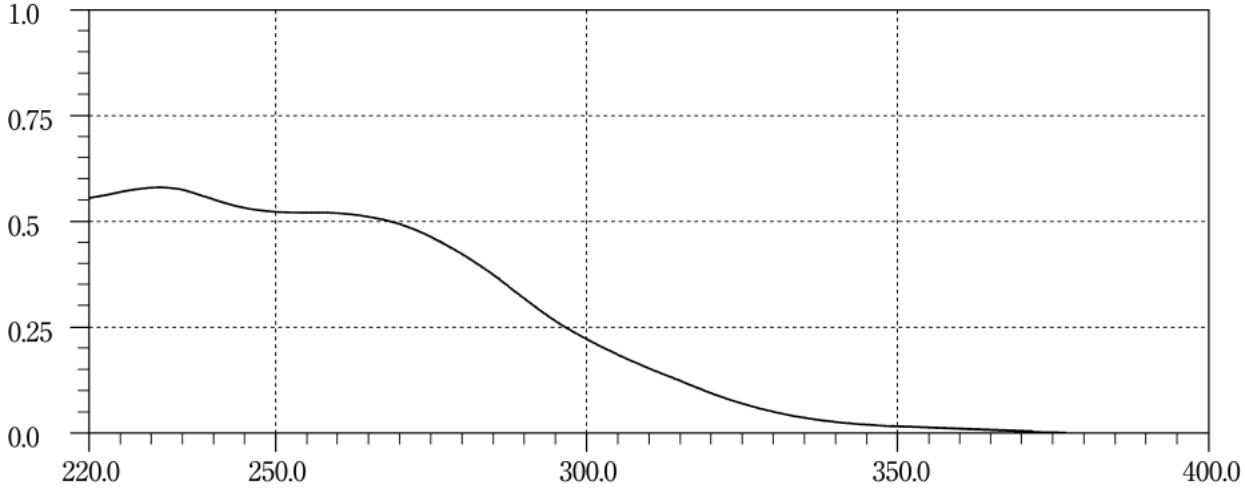
セフミノクスナトリウム水和物



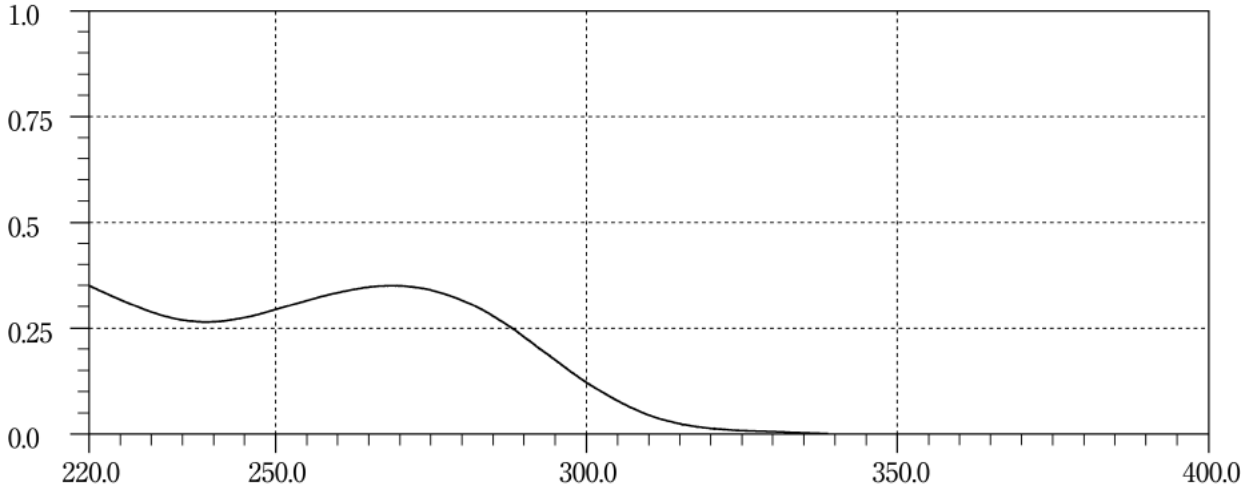
セフメタゾールナトリウム



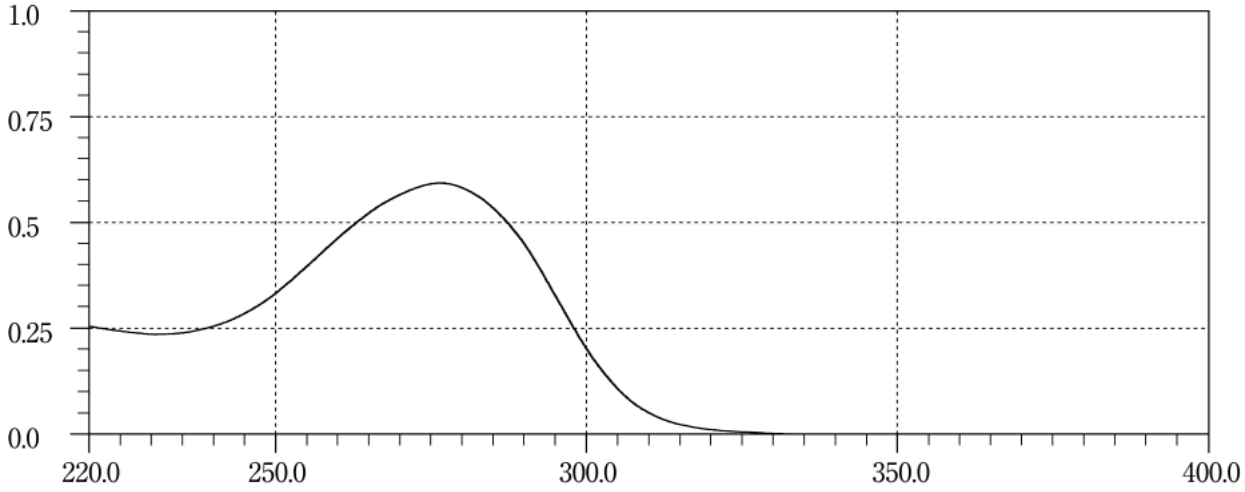
セフメノキシム塩酸塩



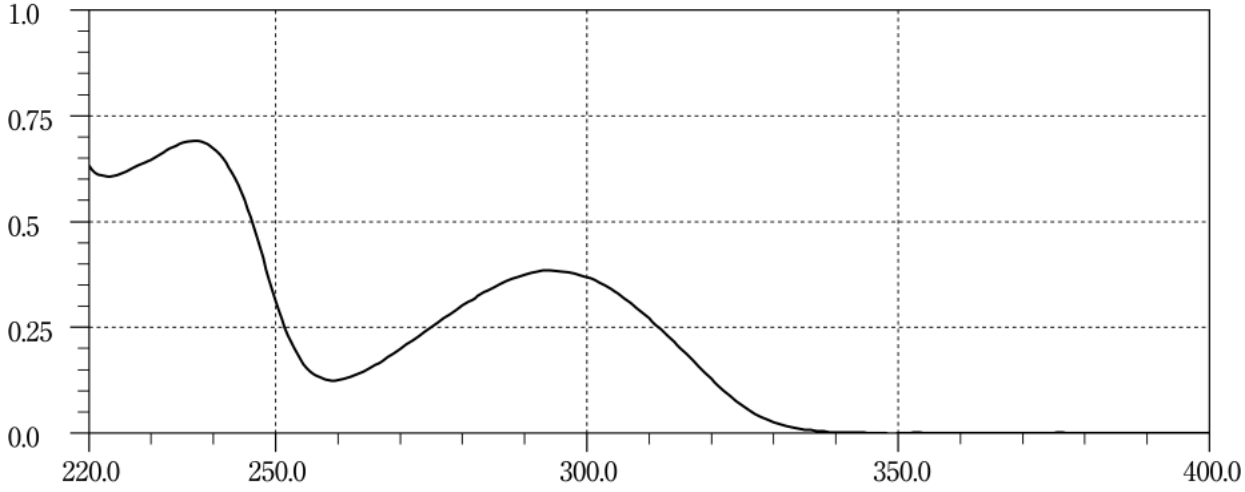
セフロキサジン水和物



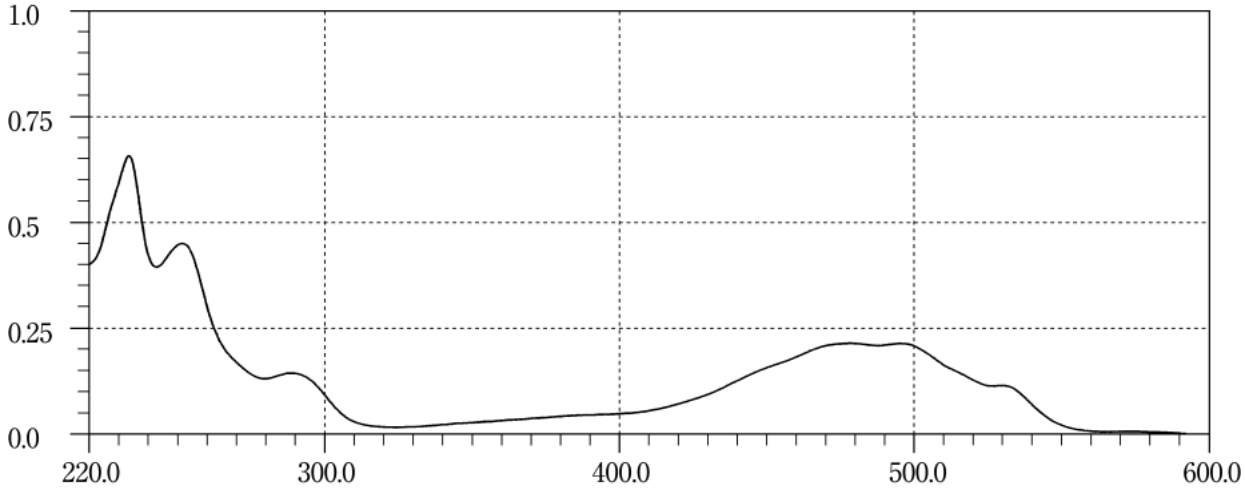
セフロキシム　アキセチル



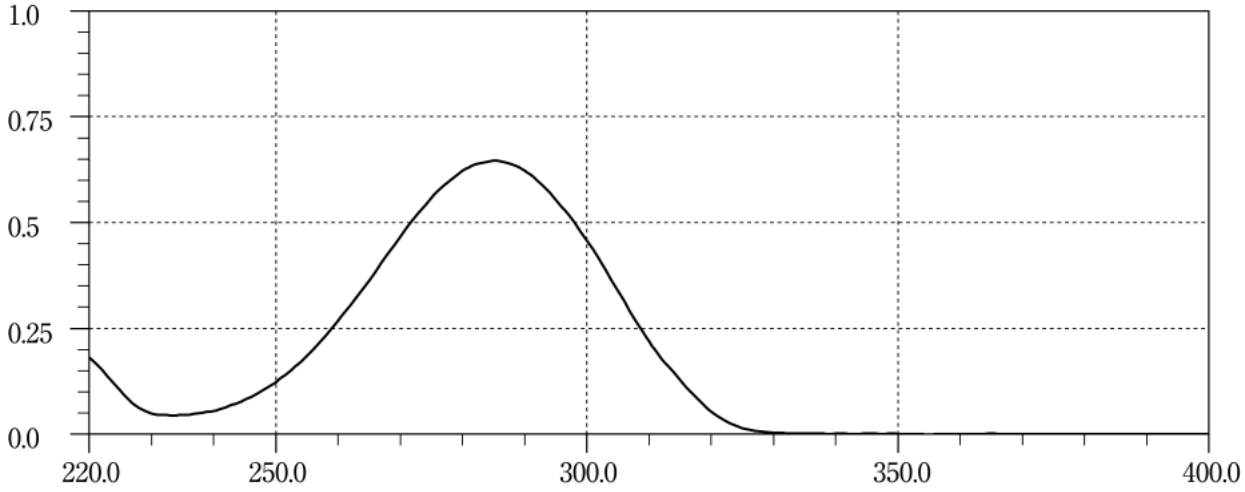
ゾルピデム酒石酸塩



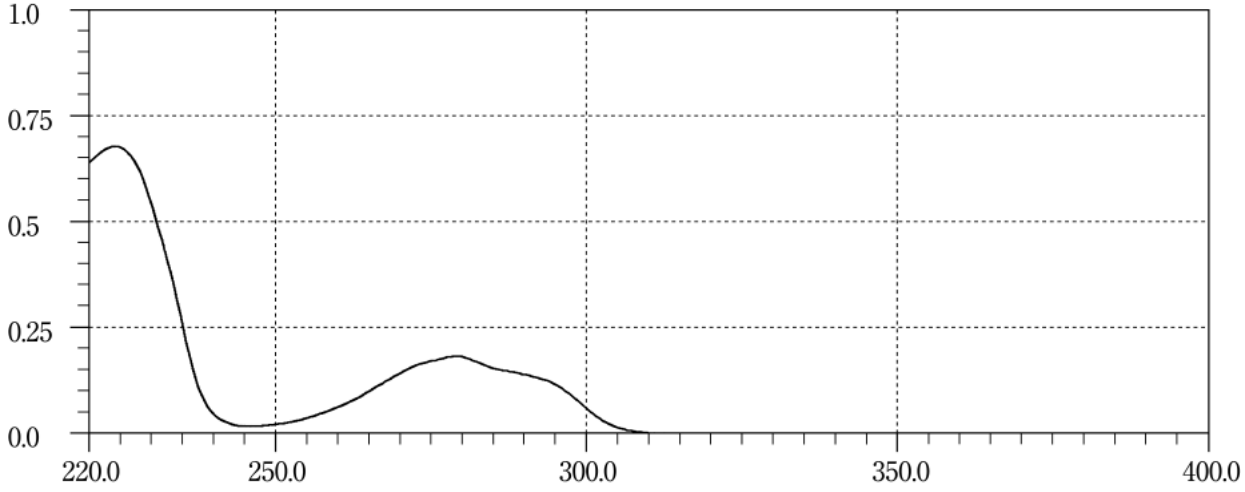
ダウノルビシン塩酸塩



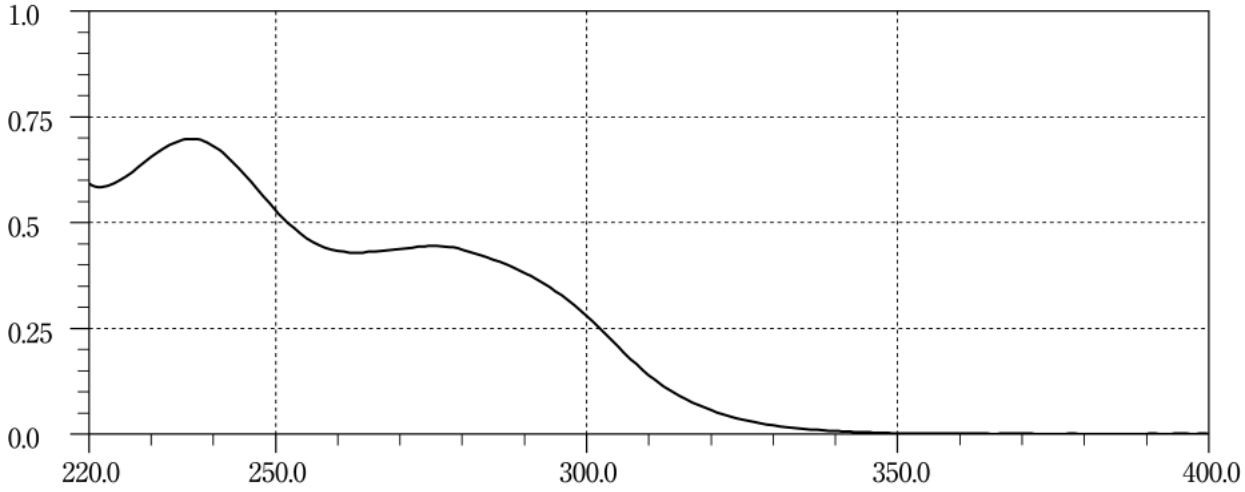
ダナゾール



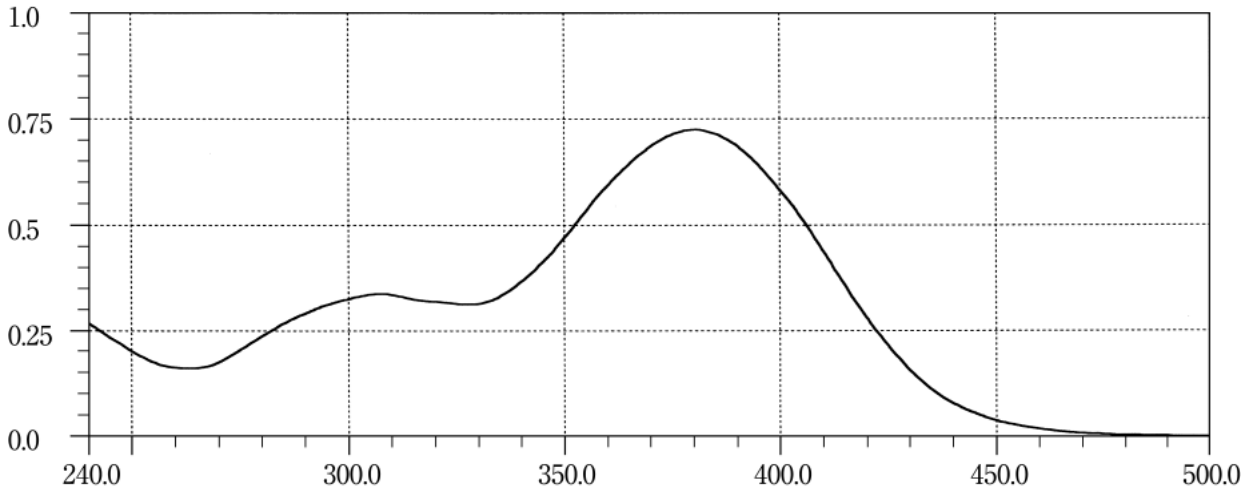
タムスロシン塩酸塩



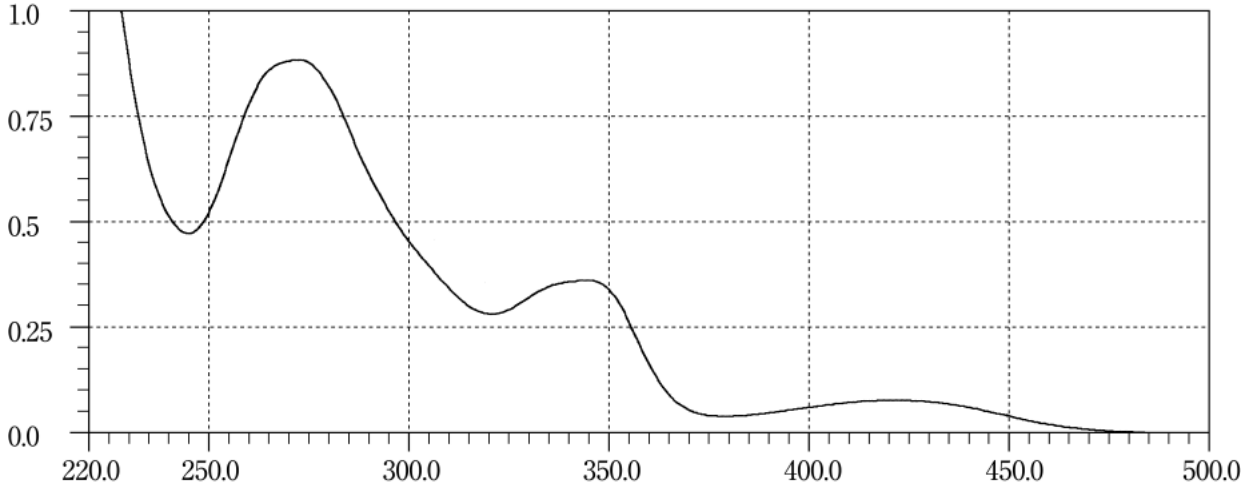
タモキシフェンクエン酸塩



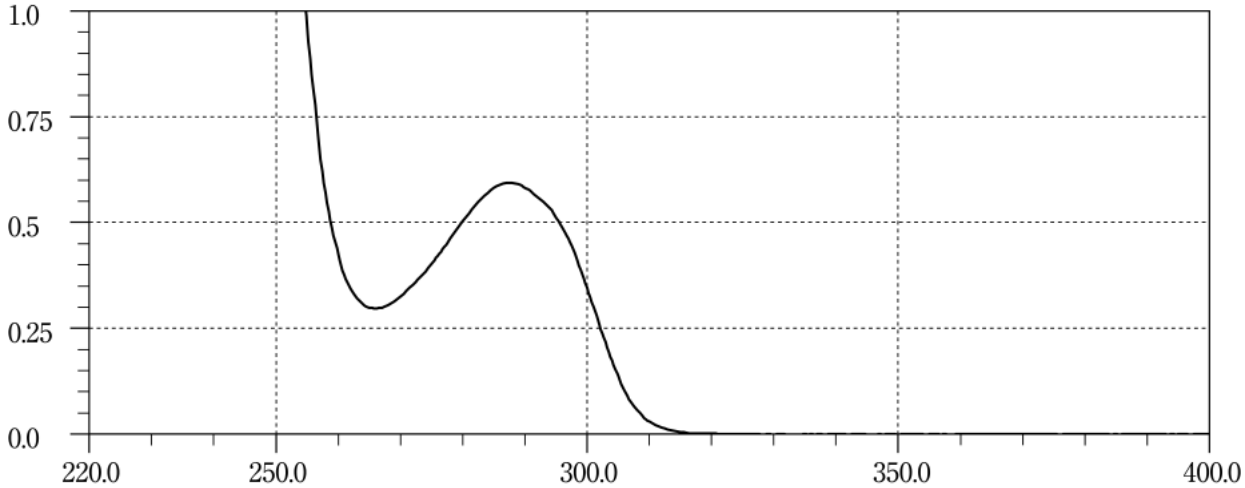
ダントロレンナトリウム水和物



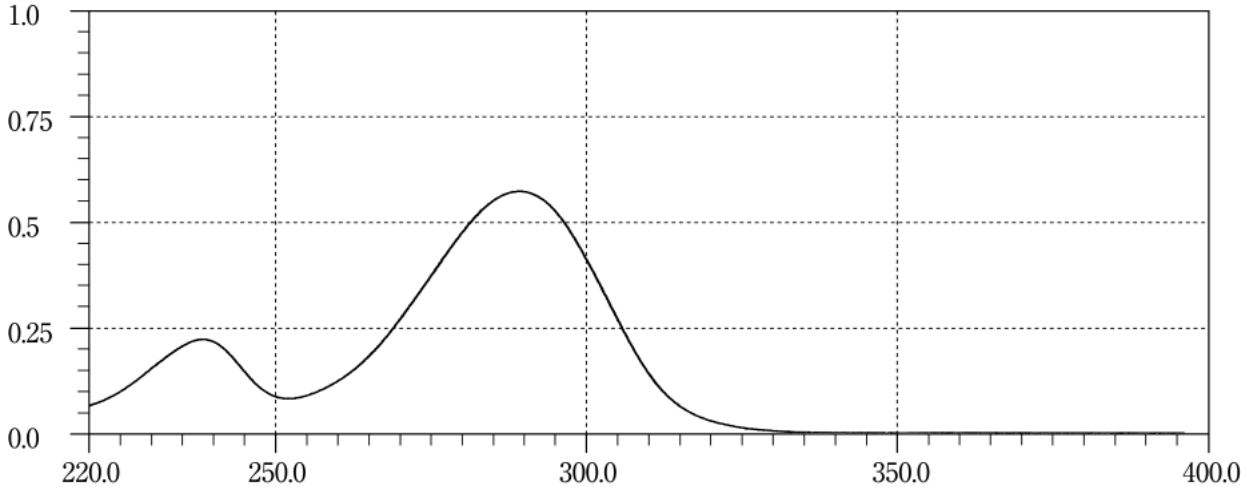
タンニン酸ベルベリン



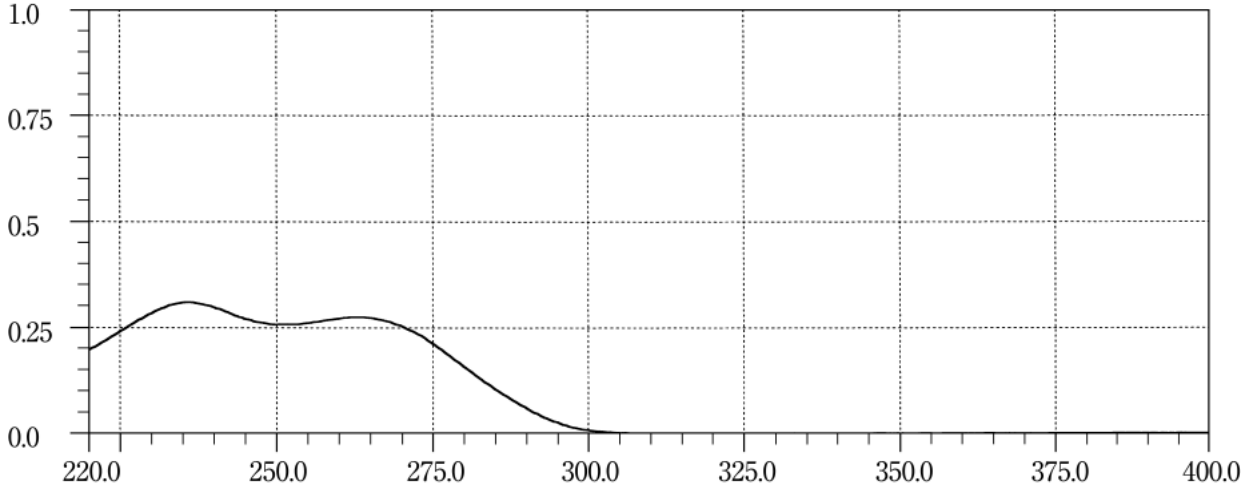
チアプリド塩酸塩



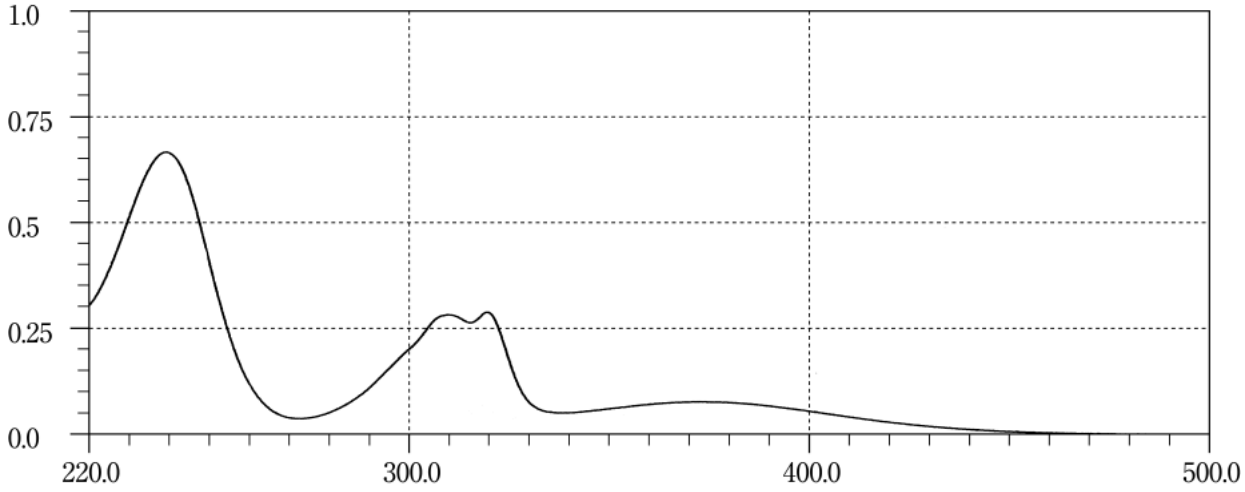
チアミラールナトリウム



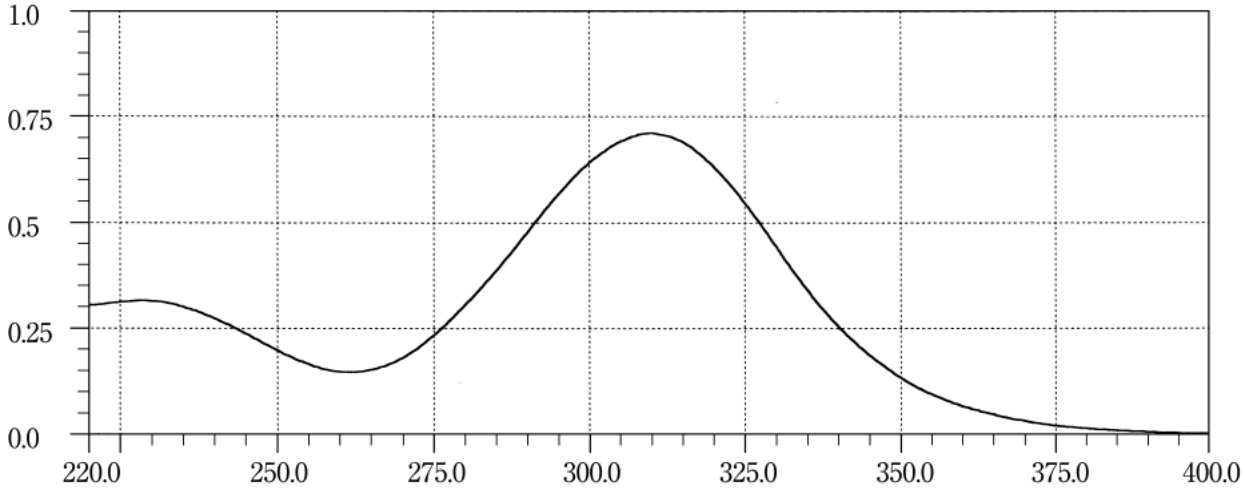
チアミン塩化物塩酸塩



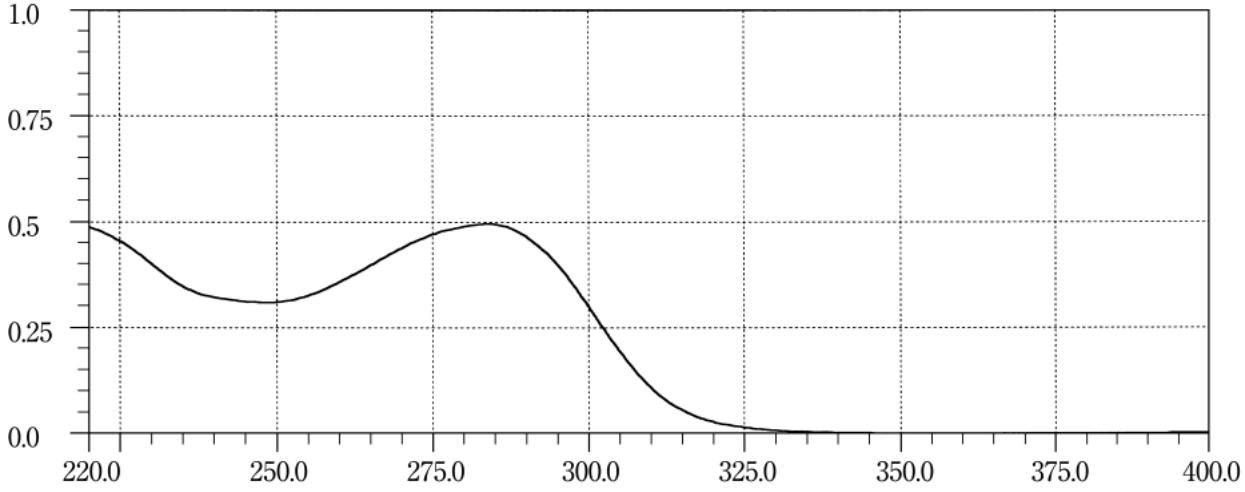
チザニジン塩酸塩



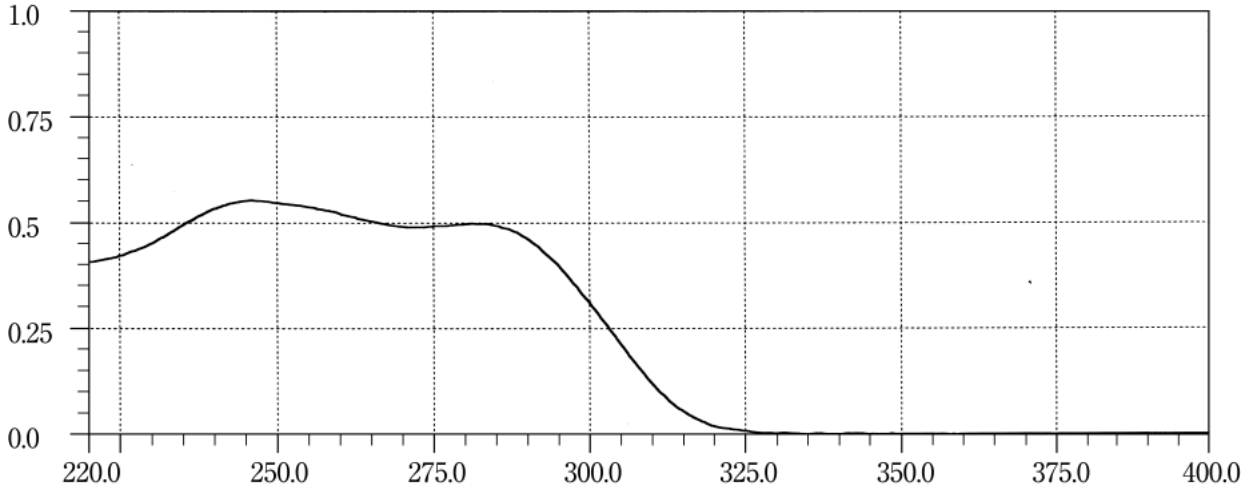
チニダゾール



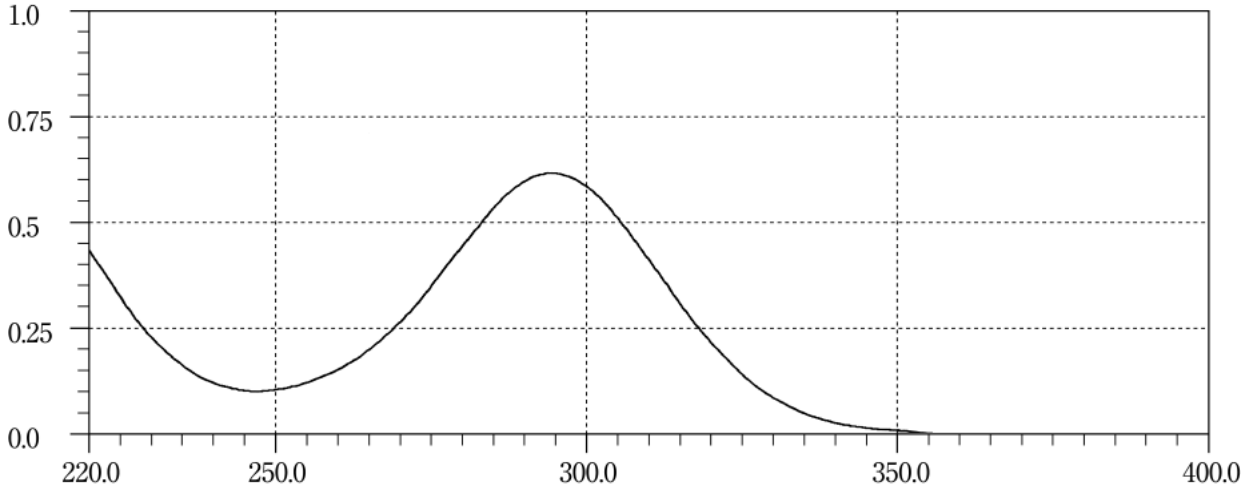
チペピジンヒベンズ酸塩



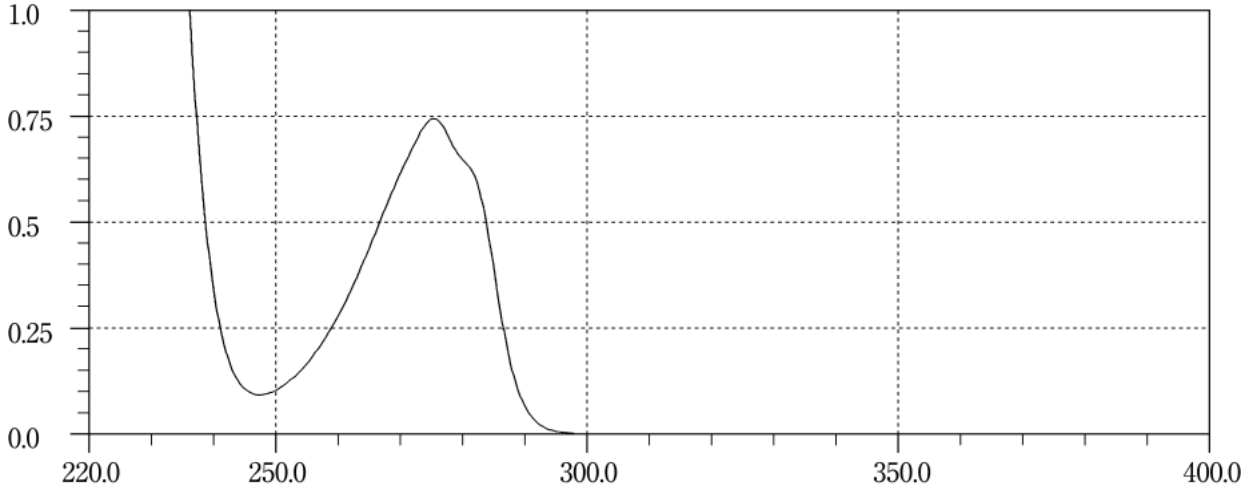
チメピジウム臭化物水和物



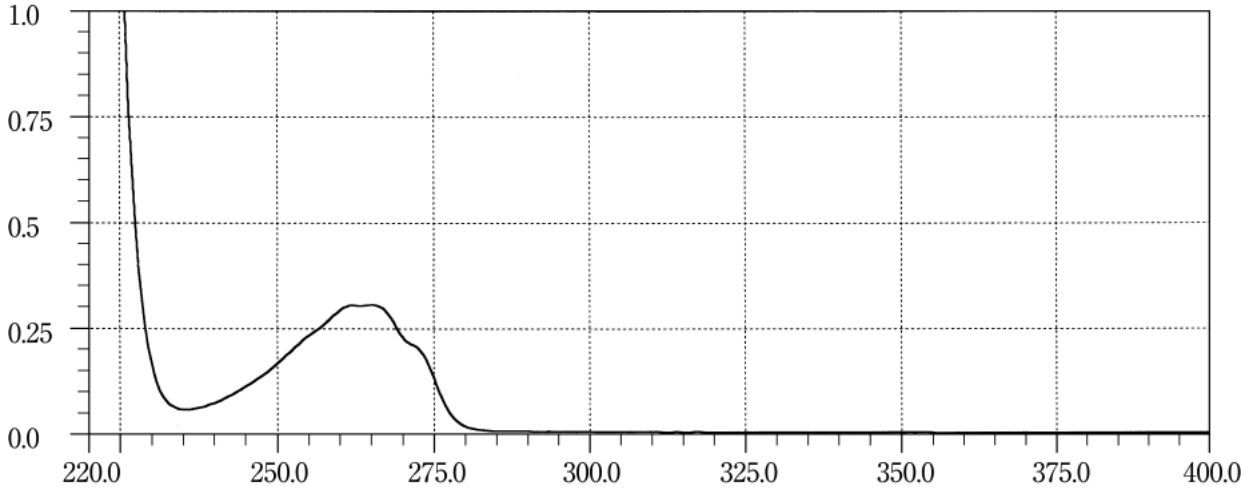
チモロールマレイン酸塩



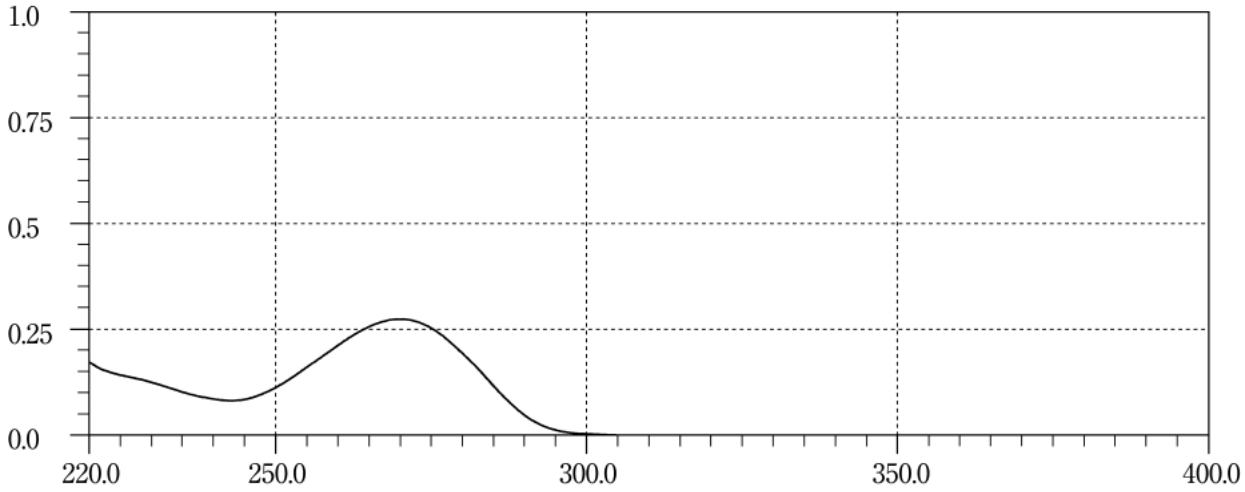
L－チロシン



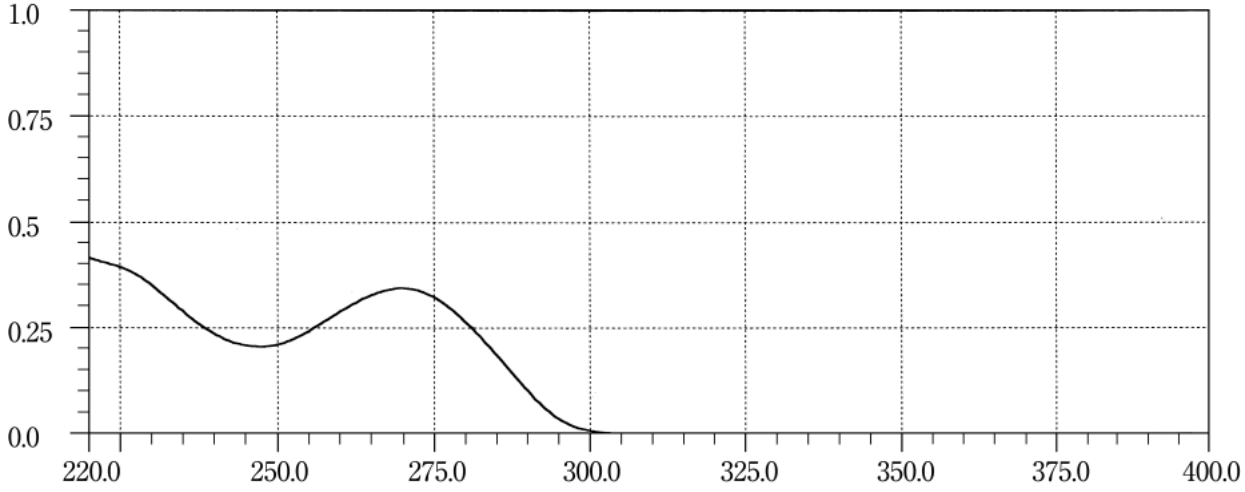
ツロブテロール塩酸塩



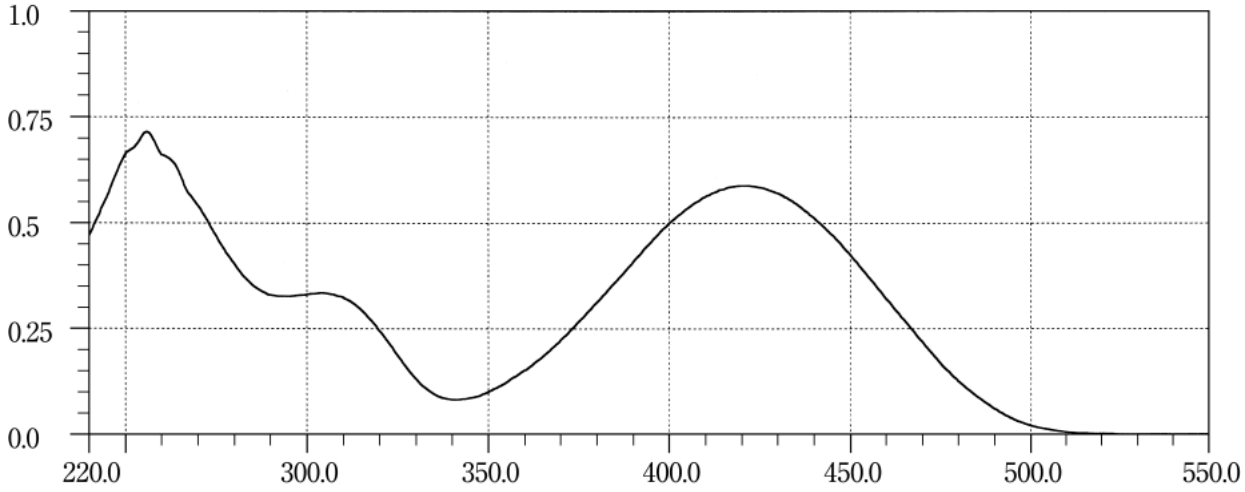
テオフィリン



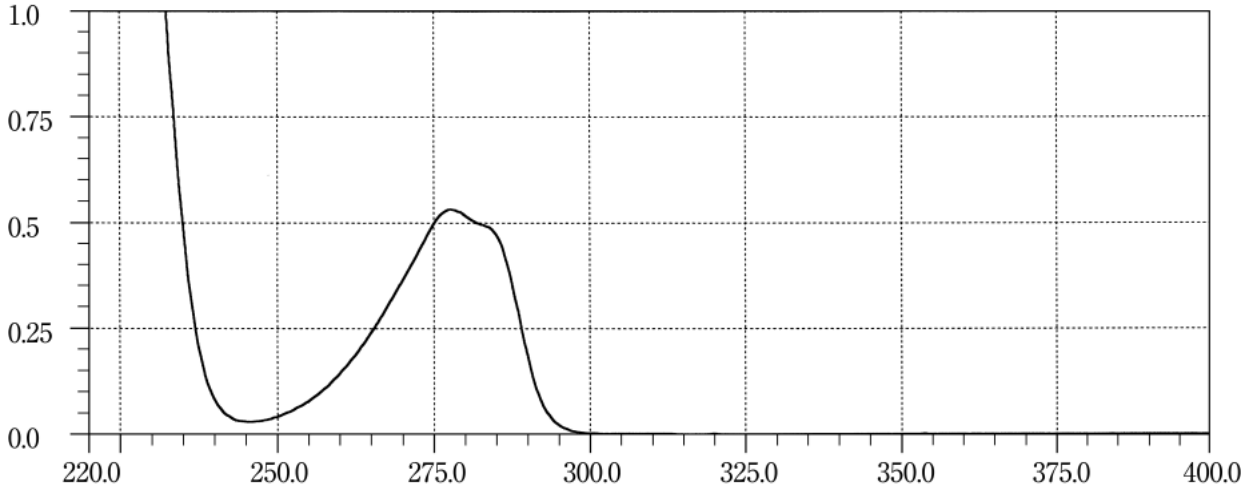
テガフール



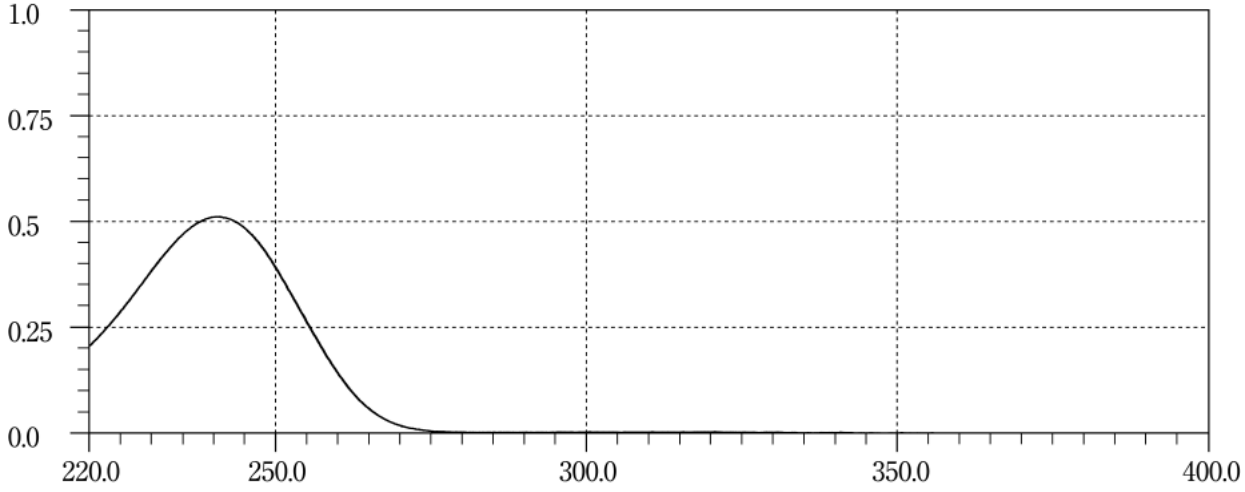
デキサメタゾン



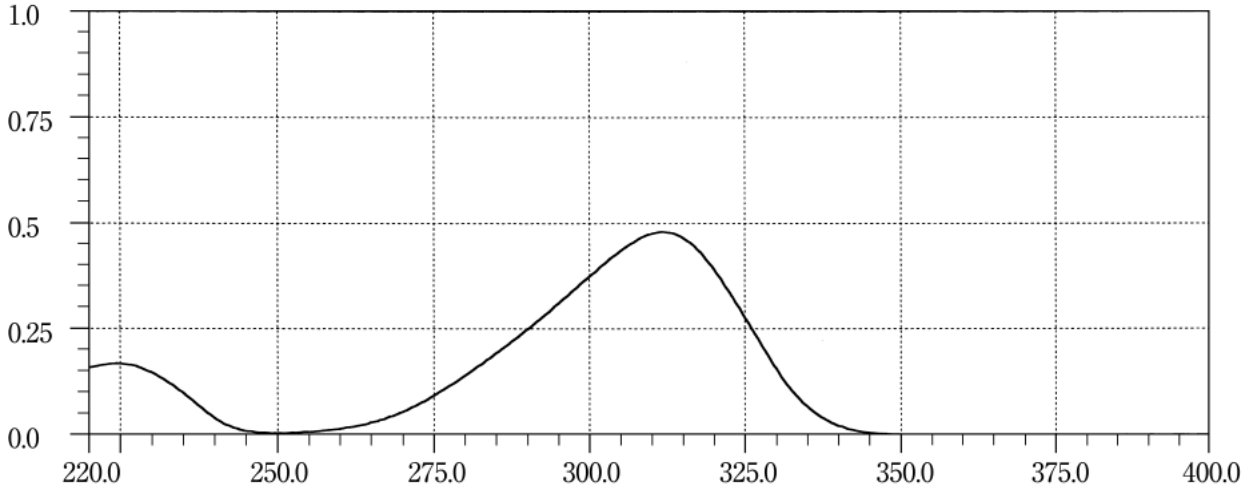
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物



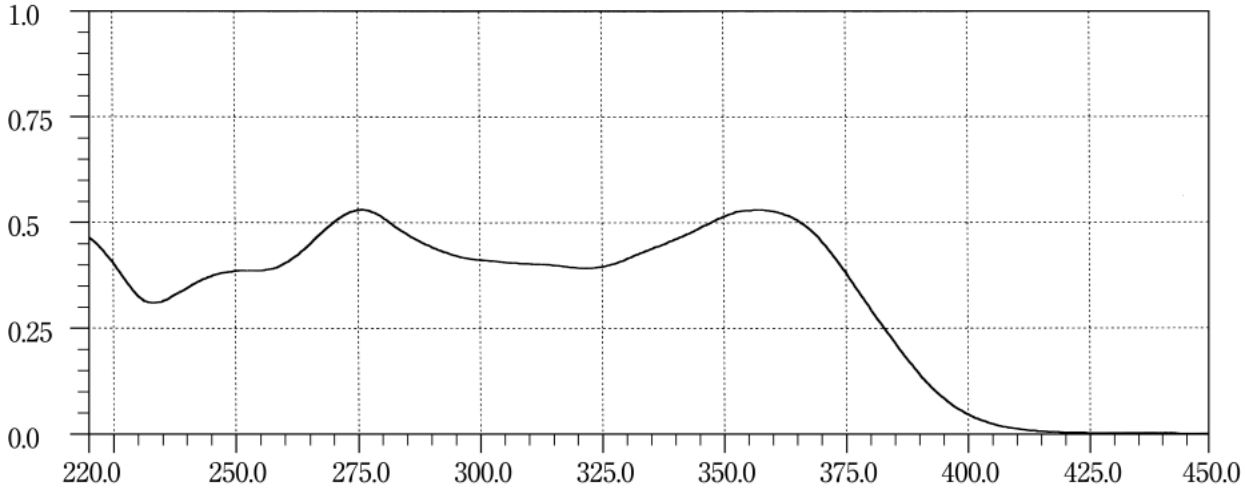
テストステロンプロピオン酸エステル



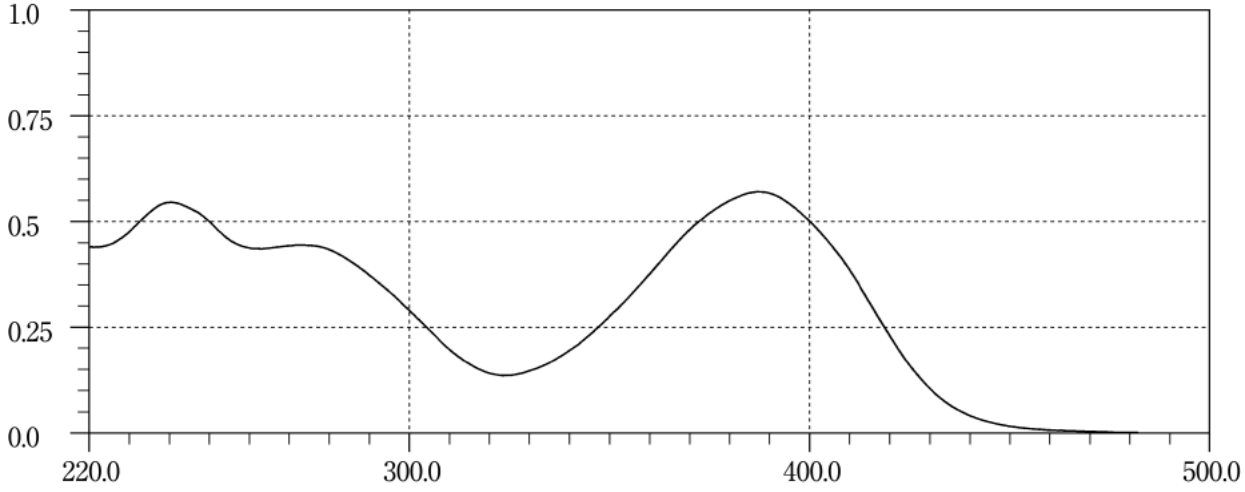
テトラカイン塩酸塩



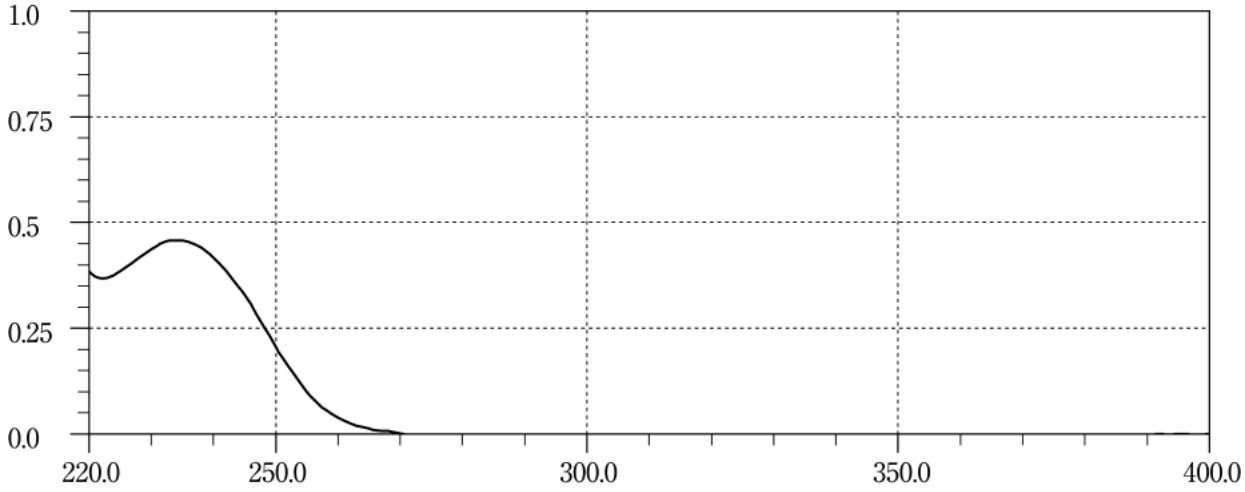
テトラサイクリン塩酸塩



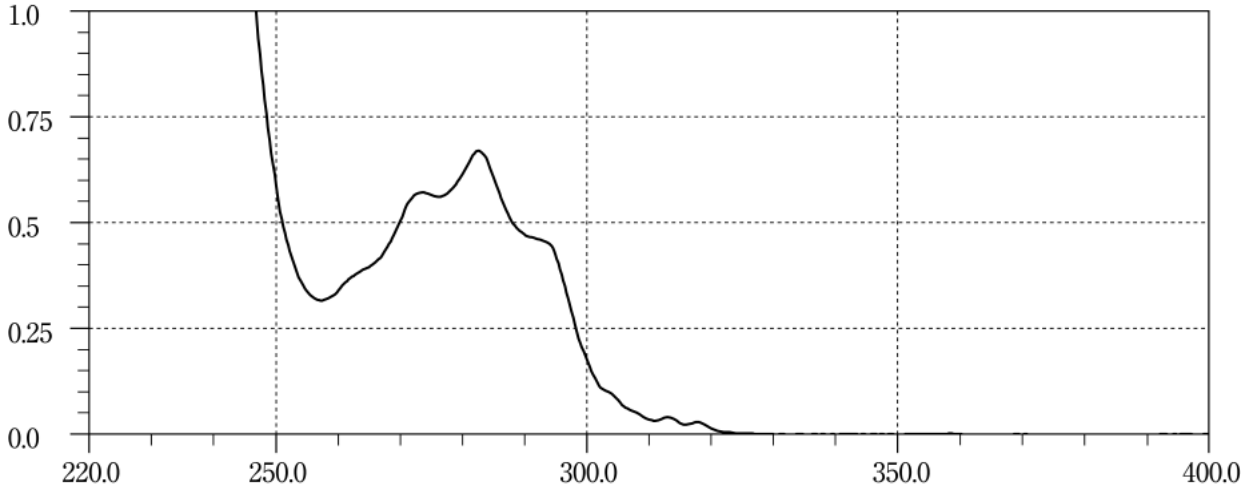
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩



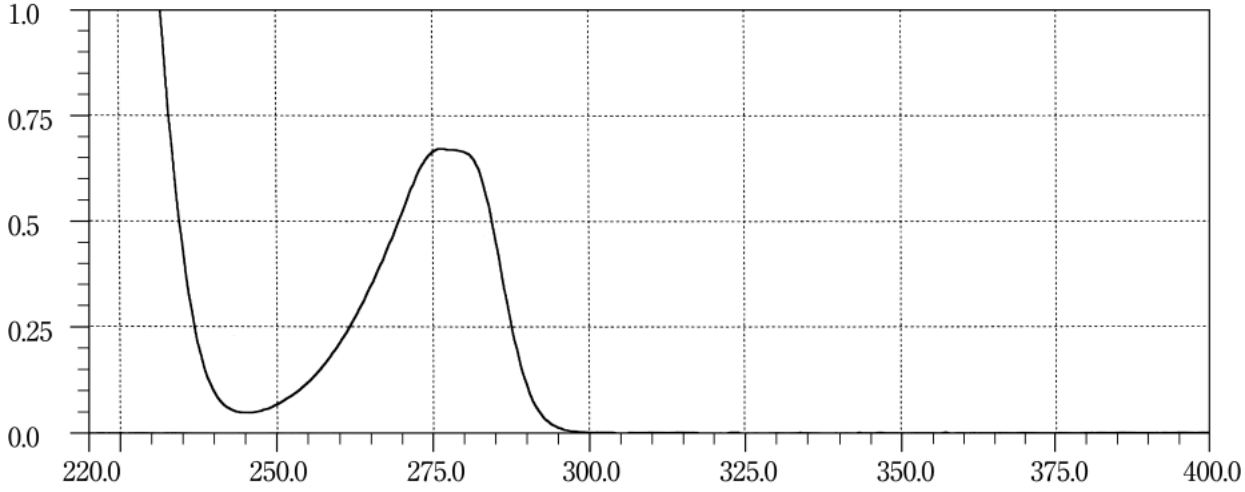
テモカプリル塩酸塩



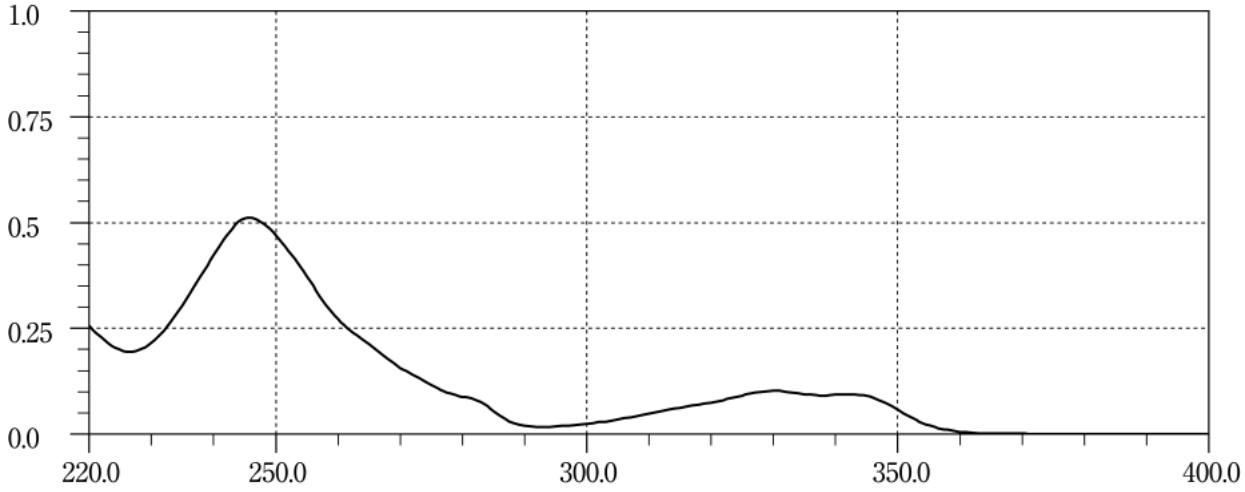
テルビナフィン塩酸塩



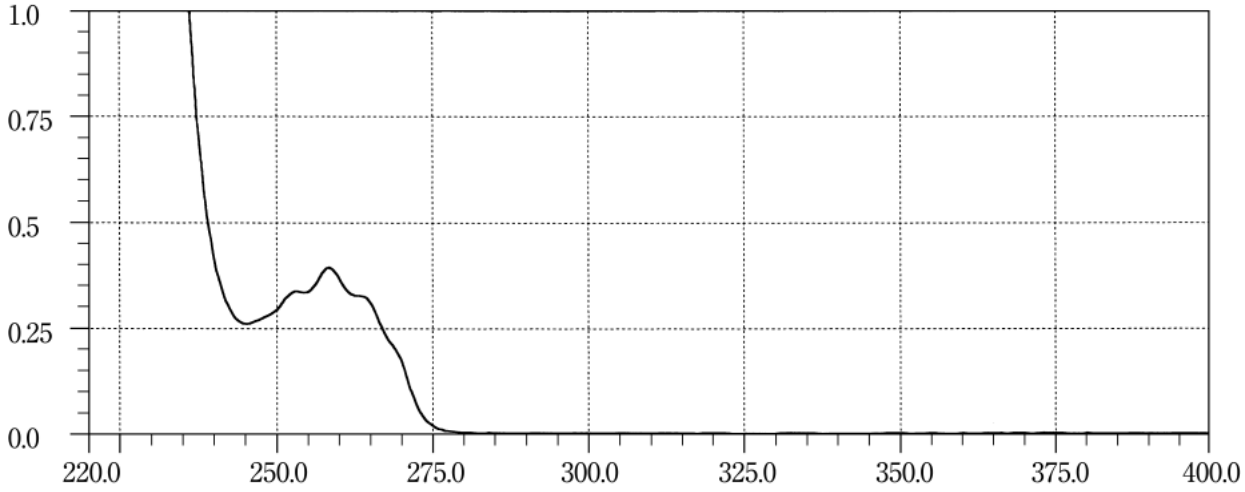
テルブタリン硫酸塩



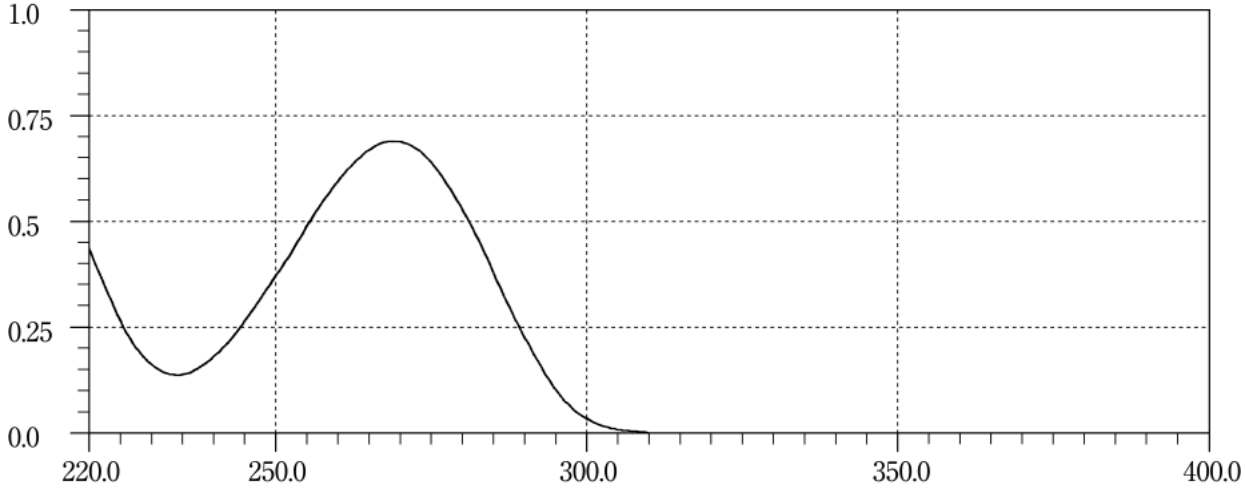
ドキサゾシンメシル酸塩



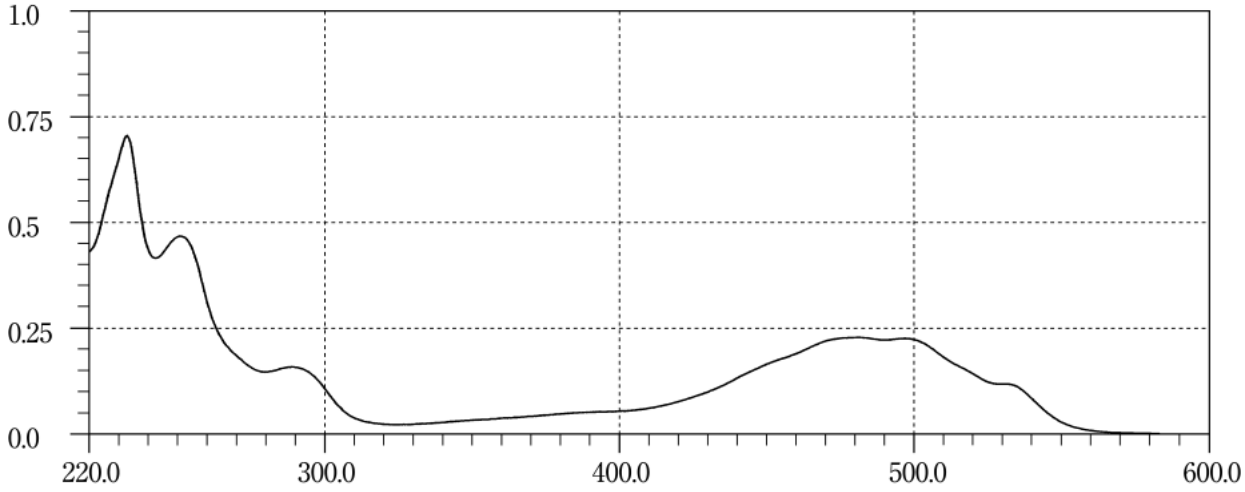
ドキサプラム塩酸塩水和物



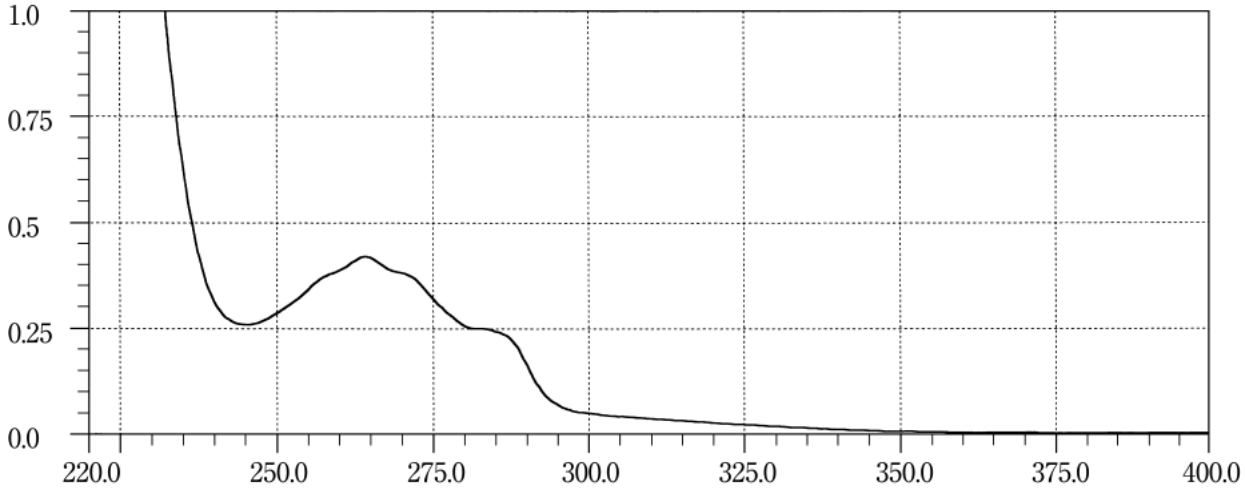
ドキシフルリジン



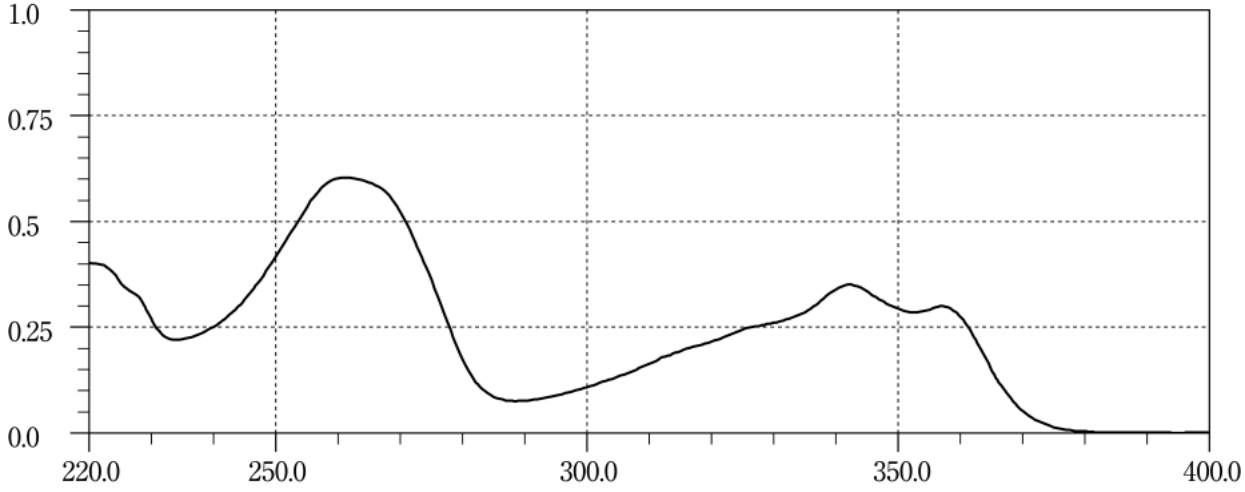
ドキソルビシン塩酸塩



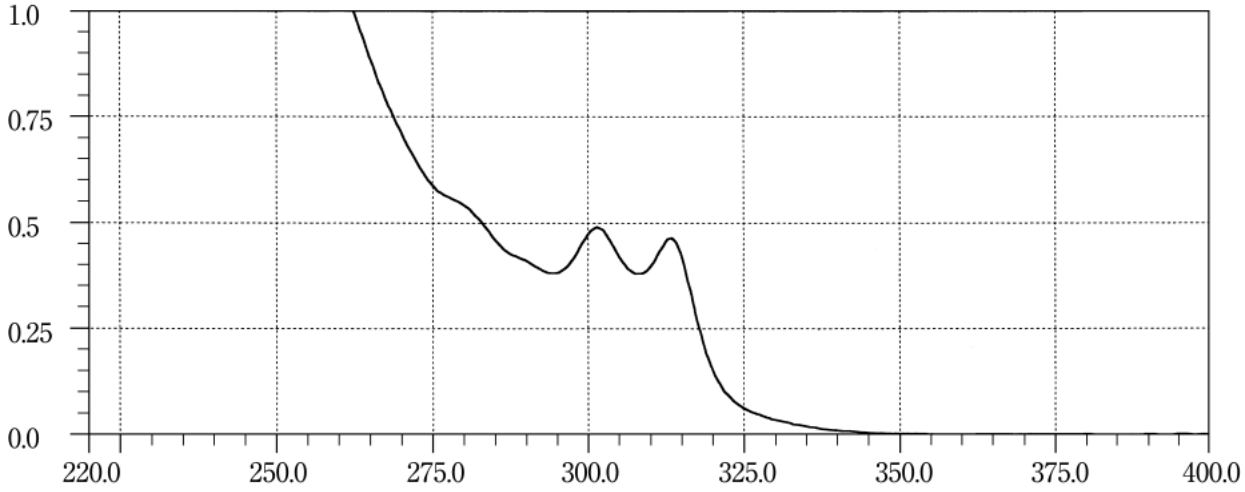
トコフェロールニコチン酸エステル



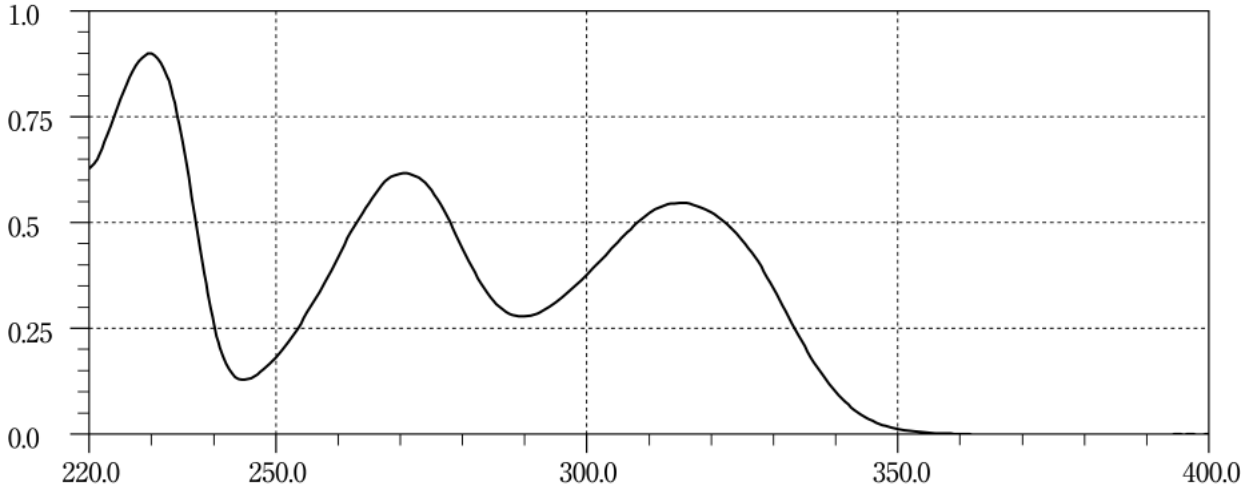
トスフロキサシントシル酸塩水和物



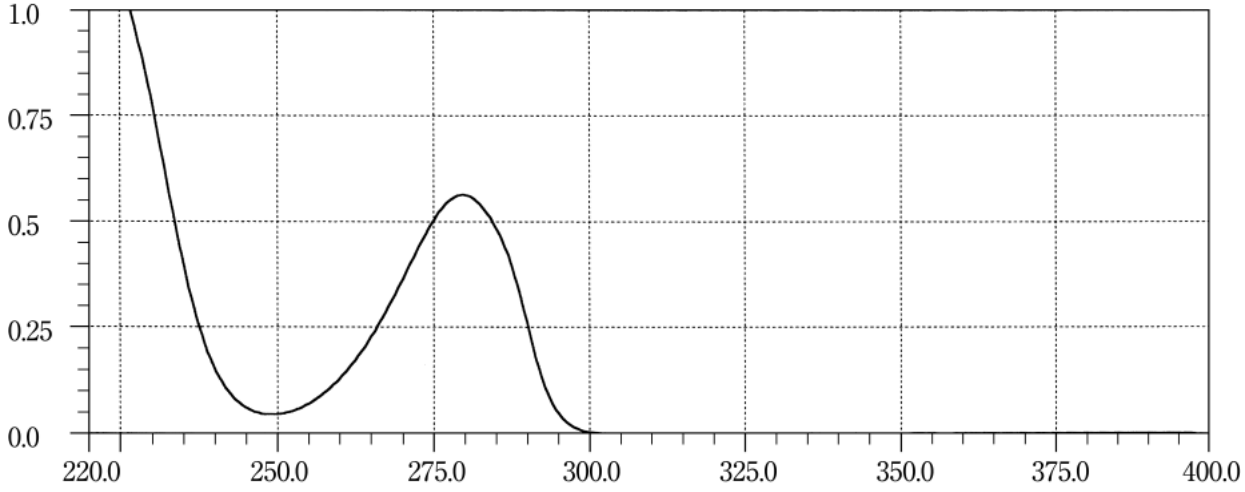
トドララジン塩酸塩水和物



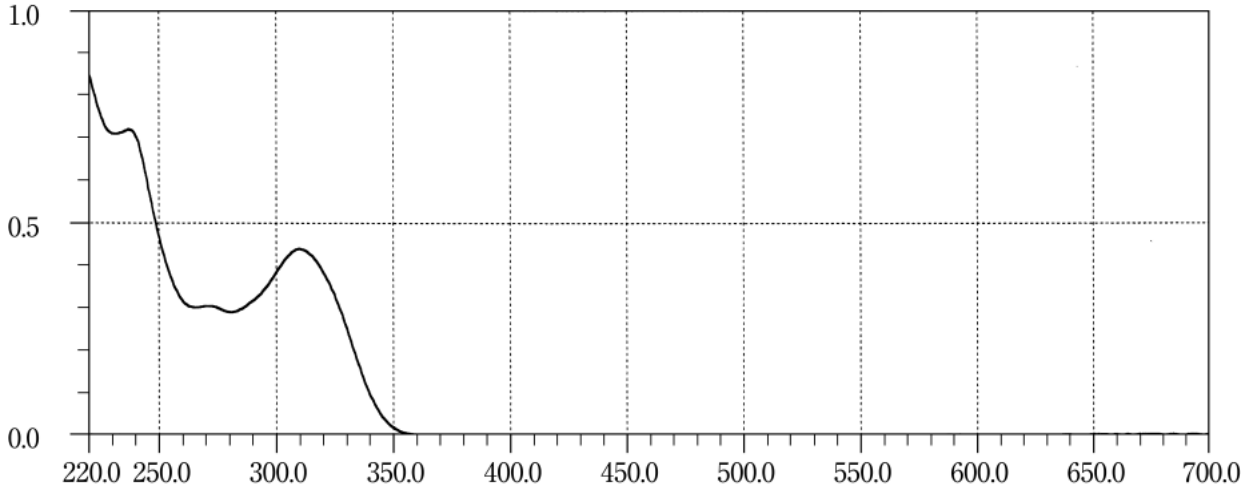
ドネペジル塩酸塩



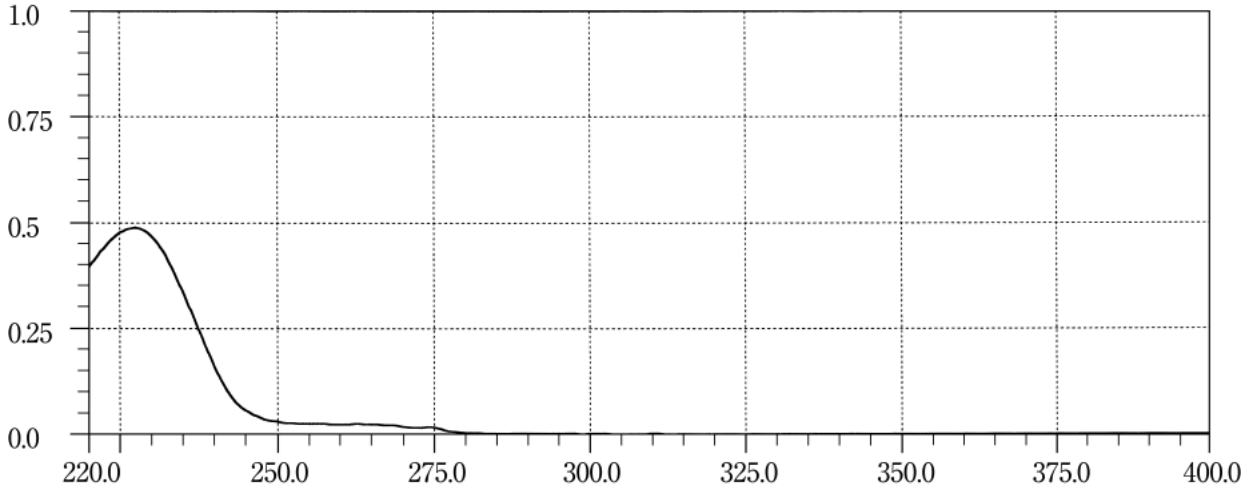
ドパミン塩酸塩



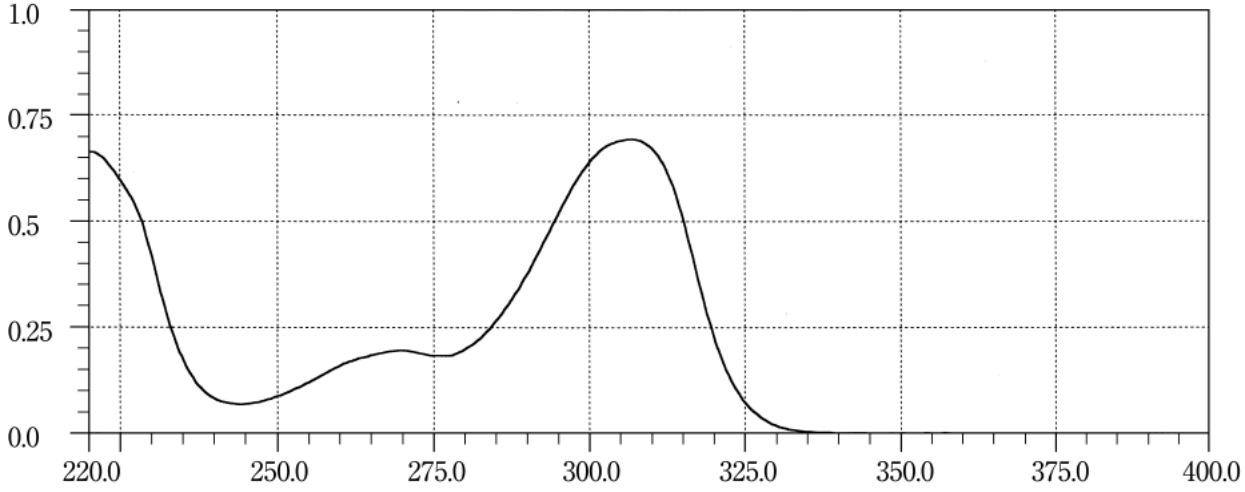
トフィソパム



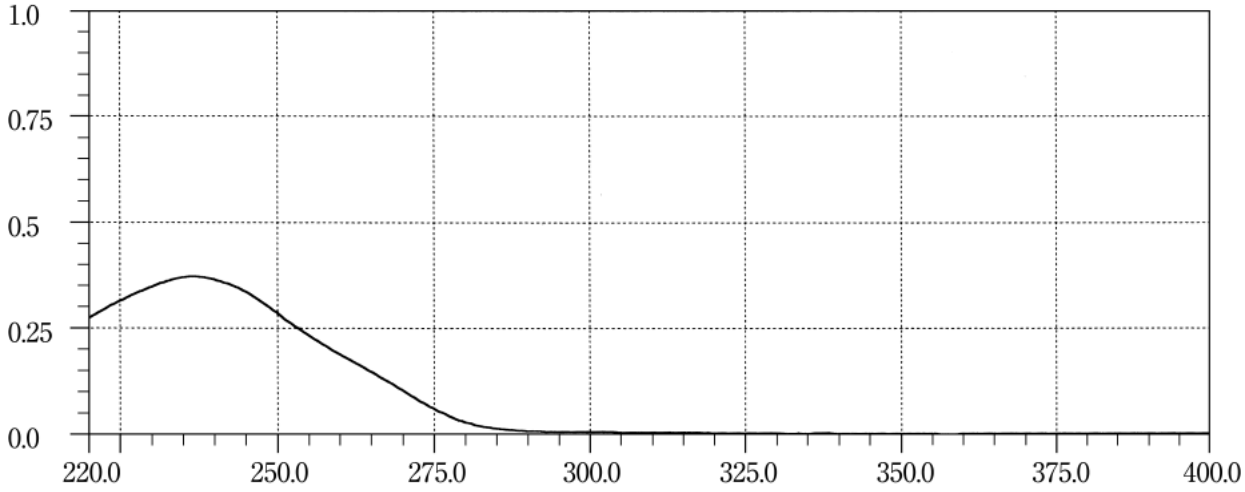
トラザミド



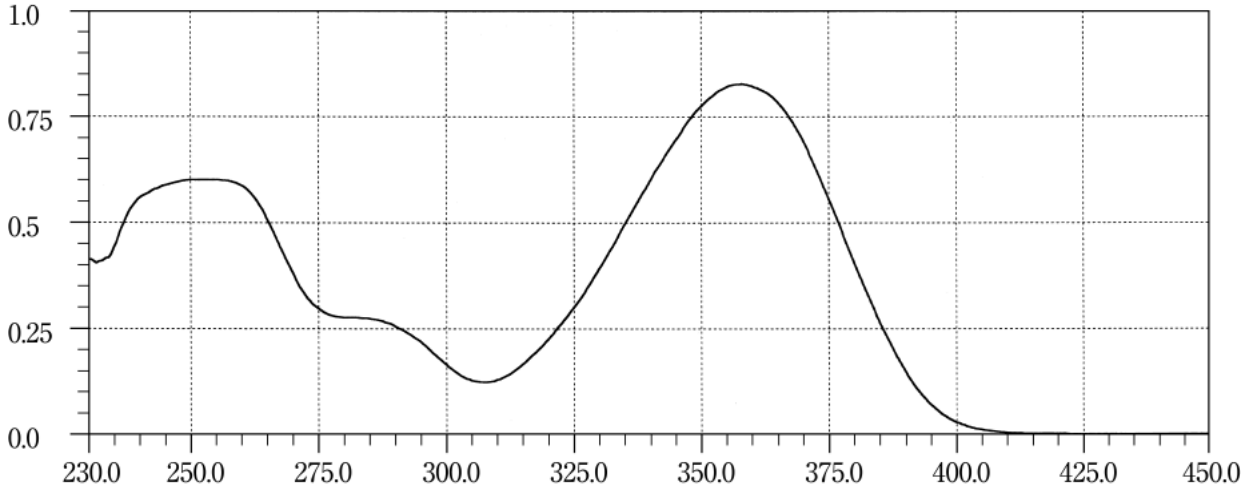
トラピジル



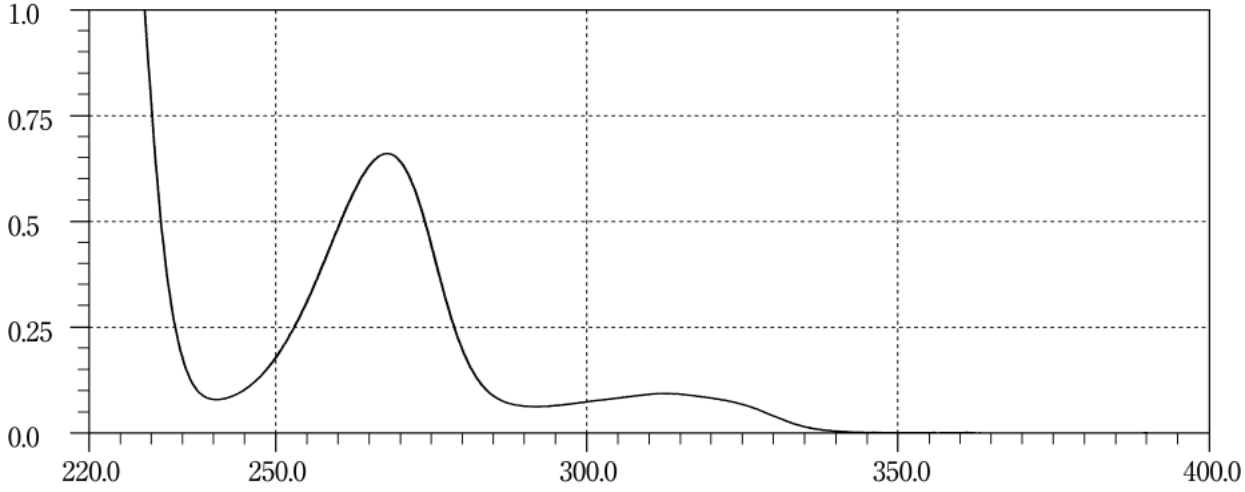
トリアムシノロンアセトニド



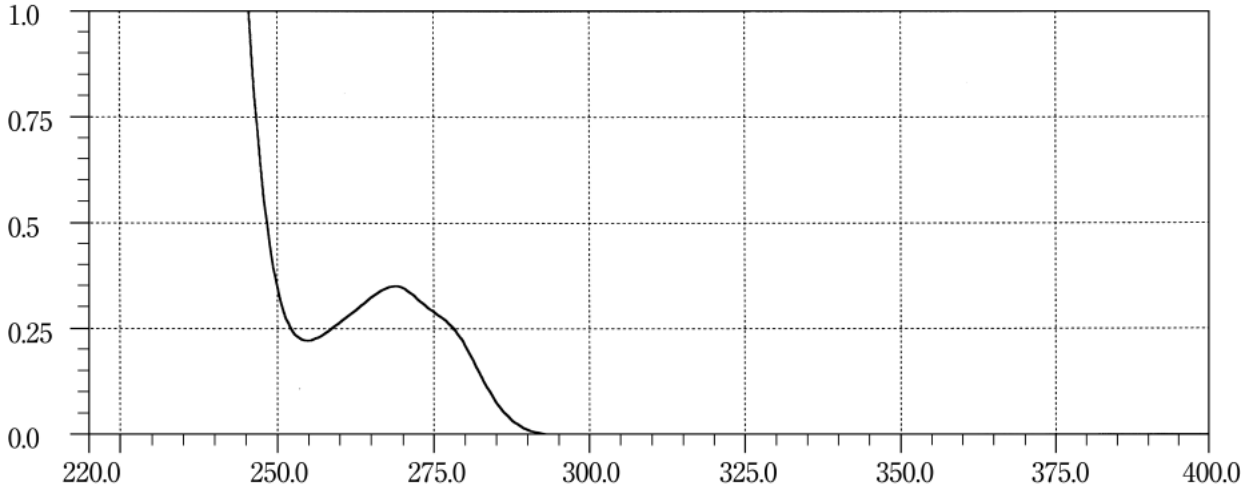
トリアムテレン



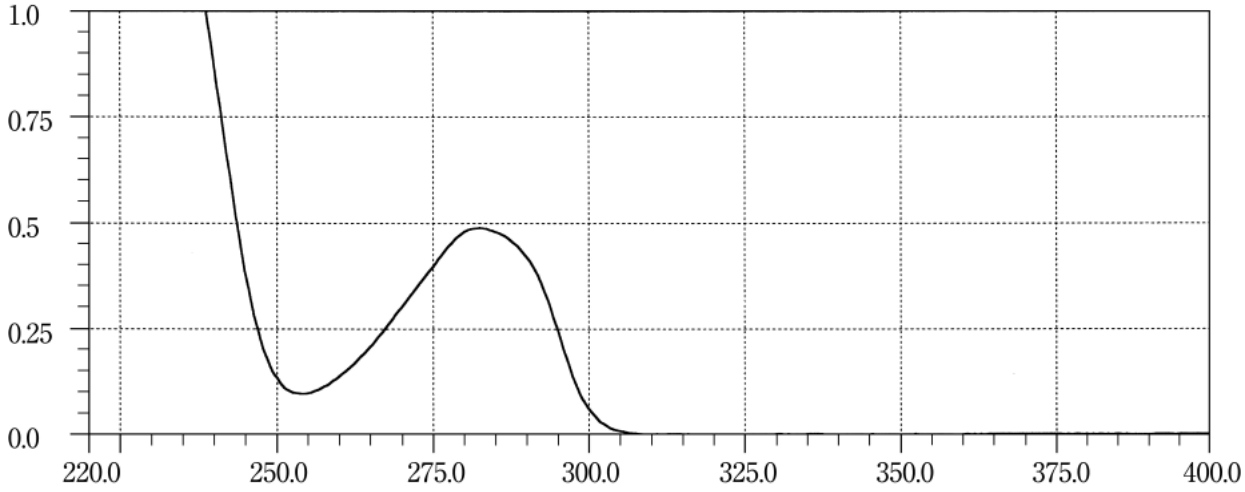
トリクロルメチアジド



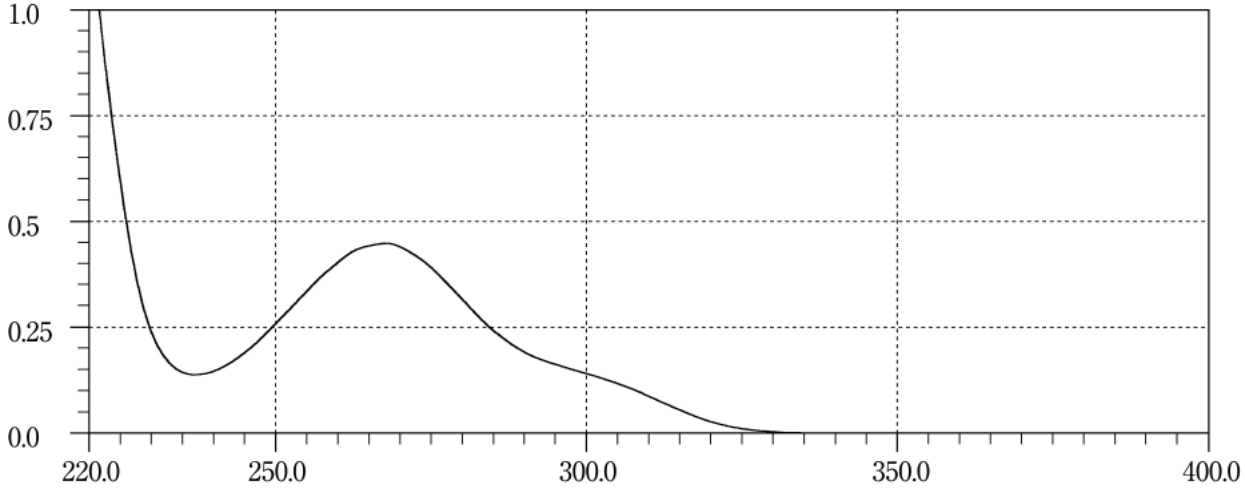
トリメタジジン塩酸塩



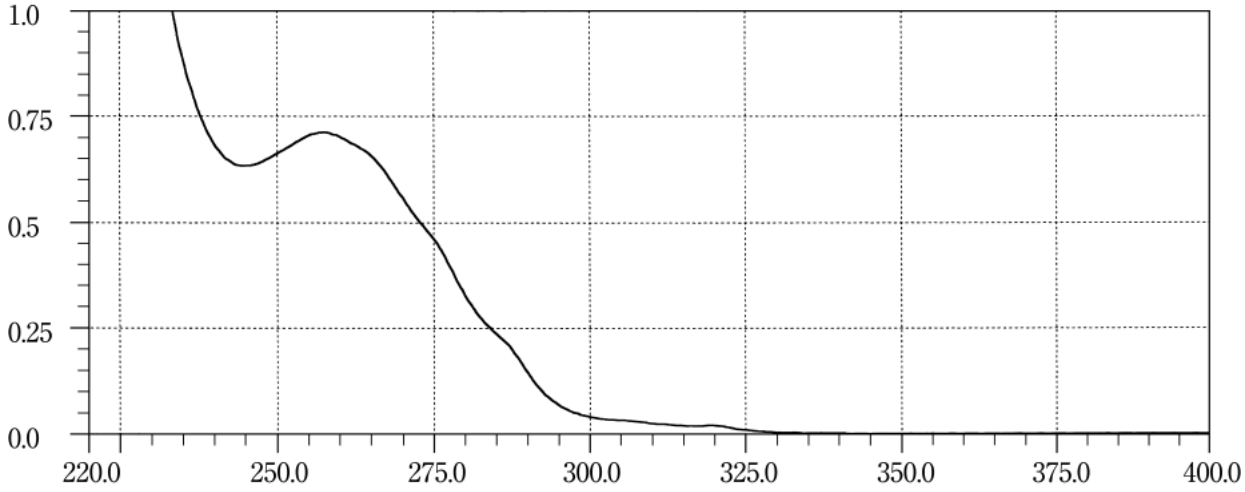
トリメトキノール塩酸塩水和物



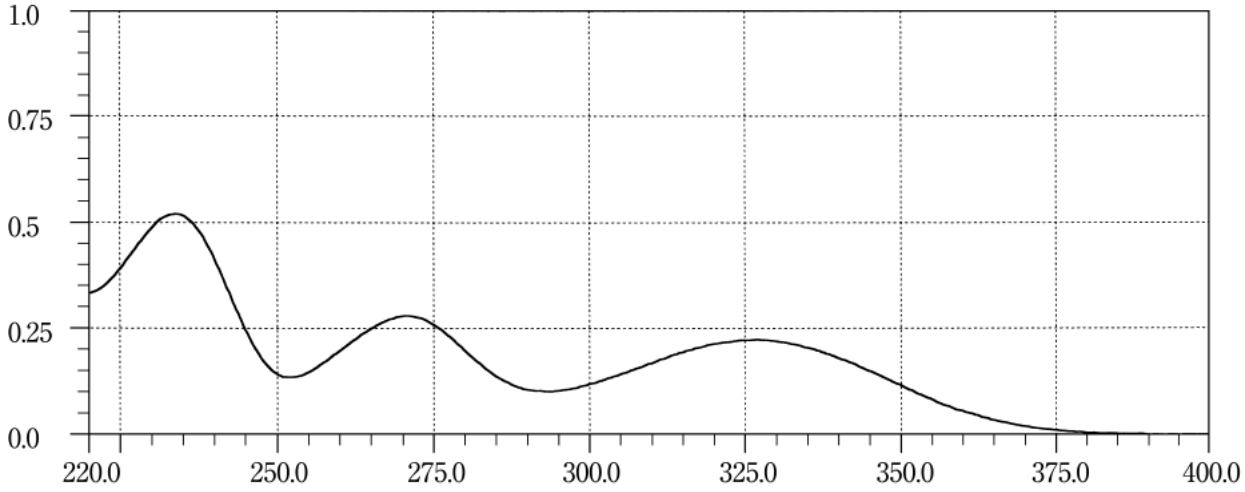
トリメブチンマレイン酸塩



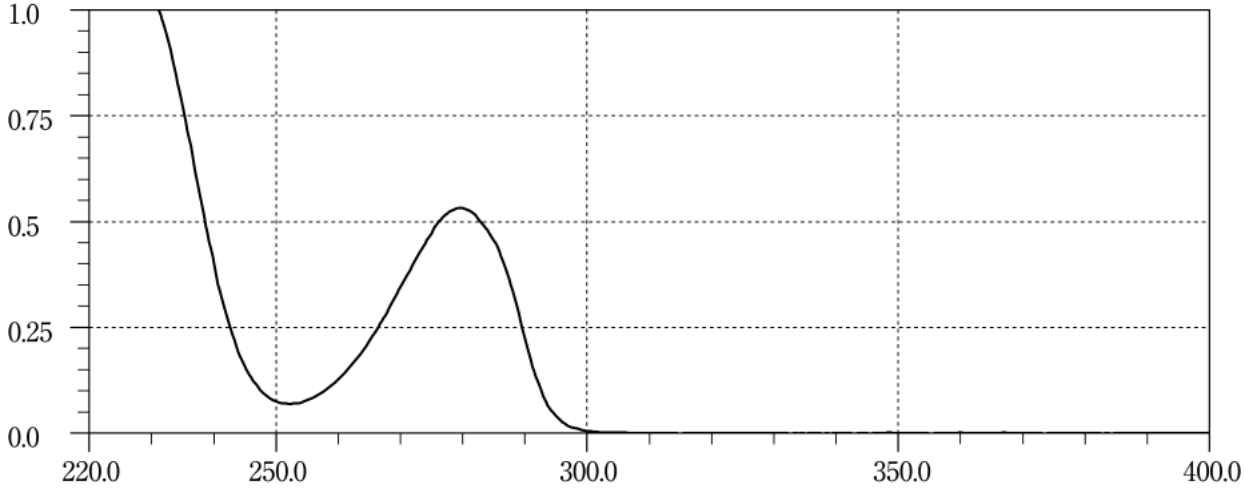
トルナフタート



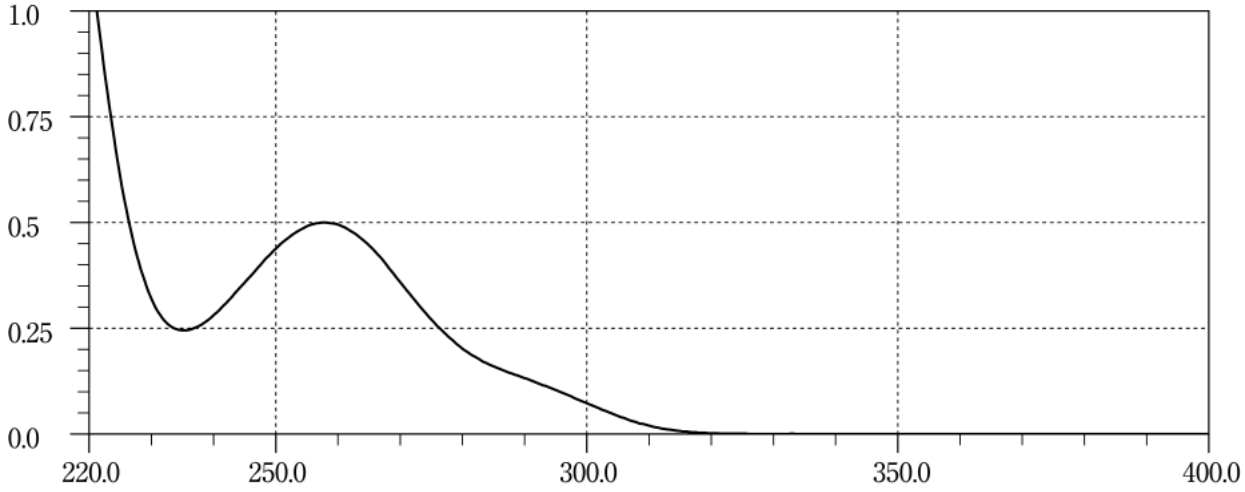
トレピブトン



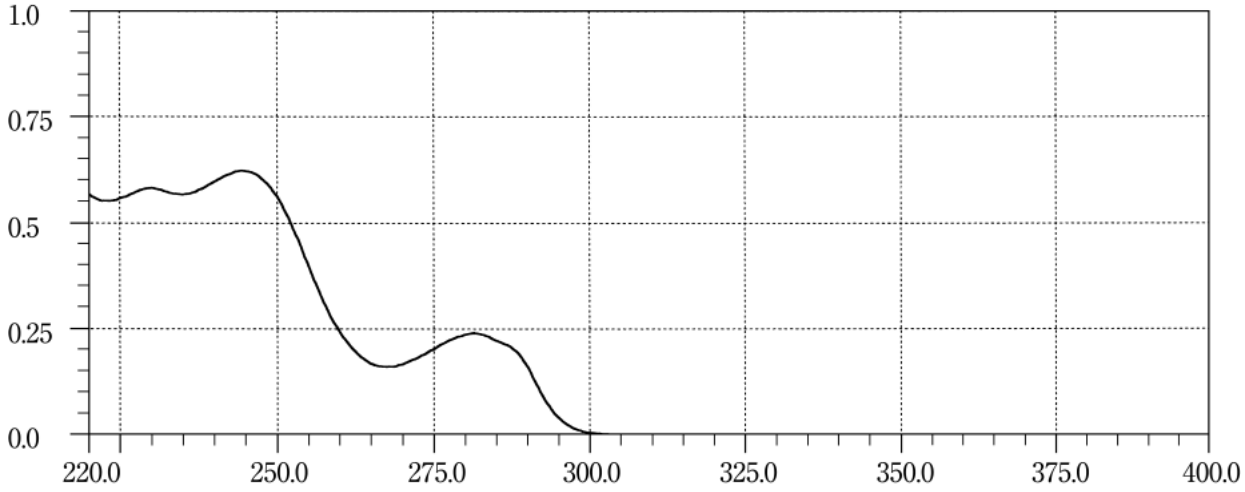
ドロキシドパ



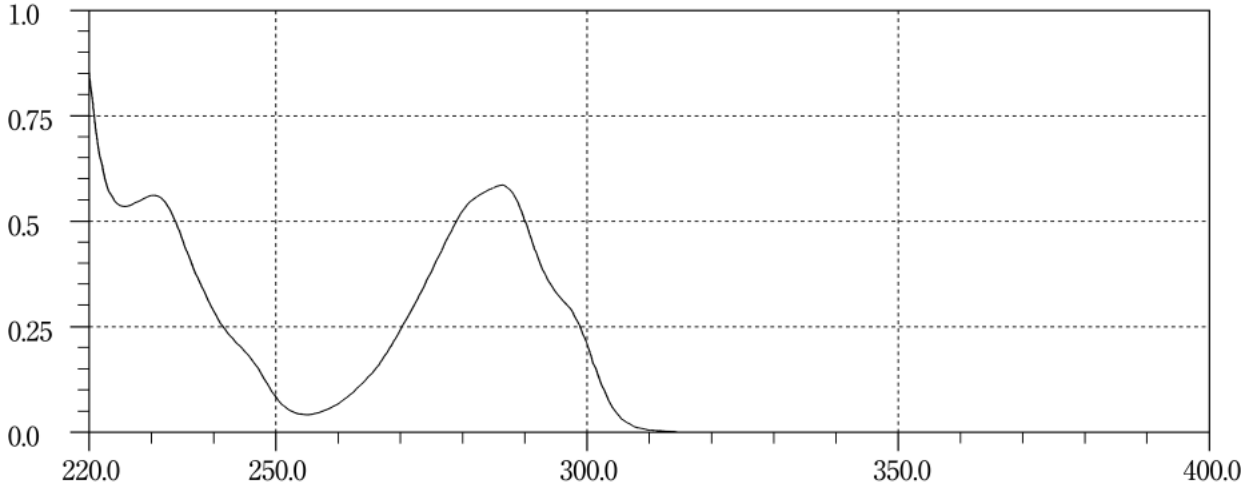
トロキシピド



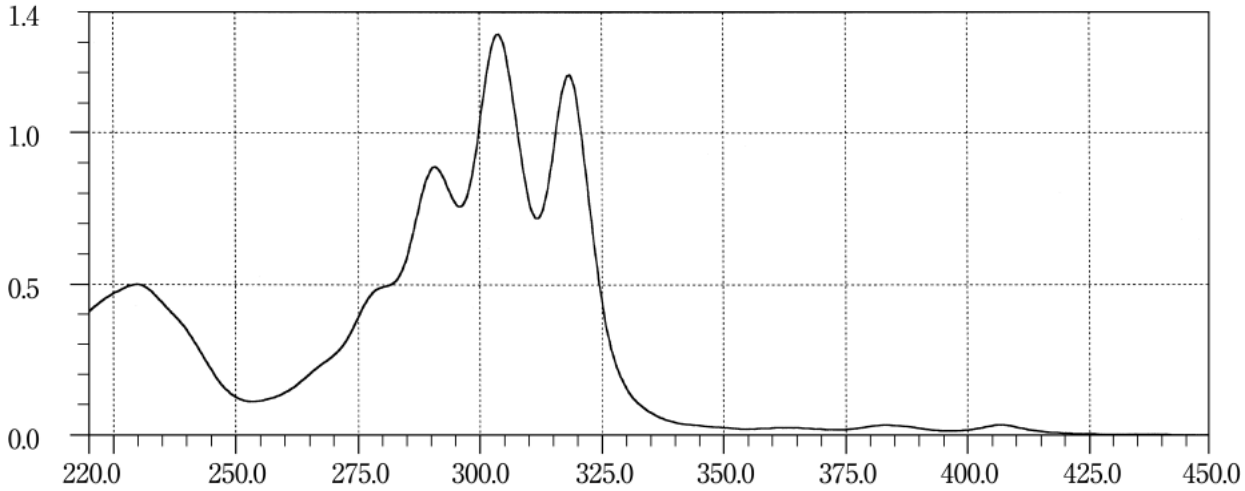
ドロペリドール



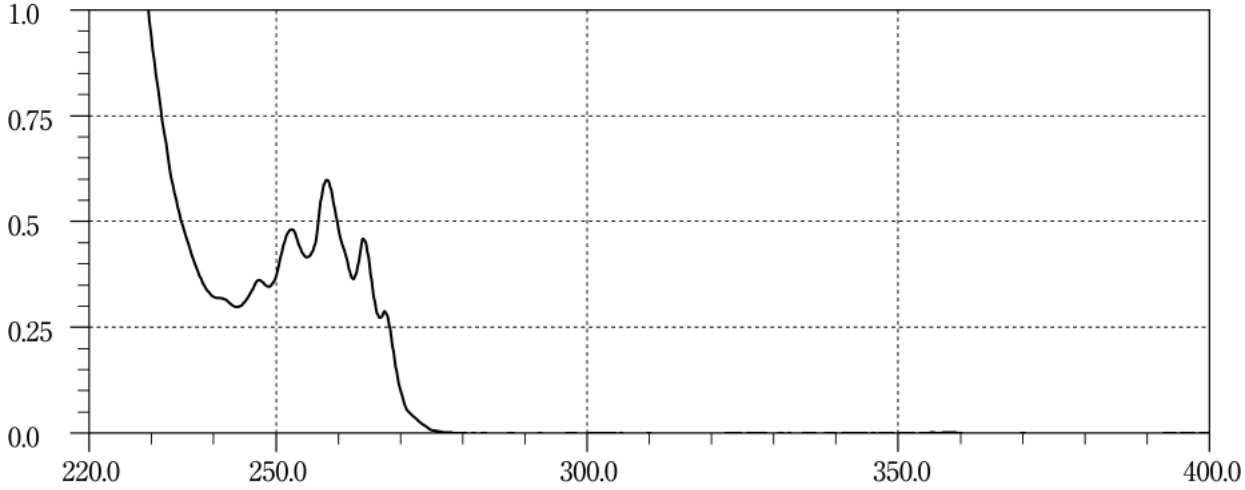
ドンペリドン



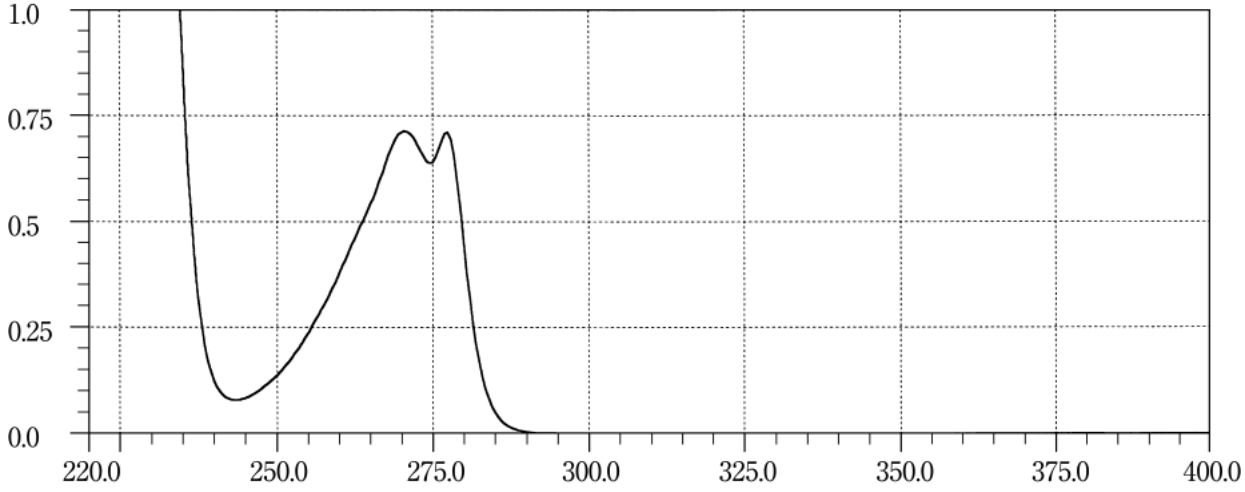
ナイスタチン



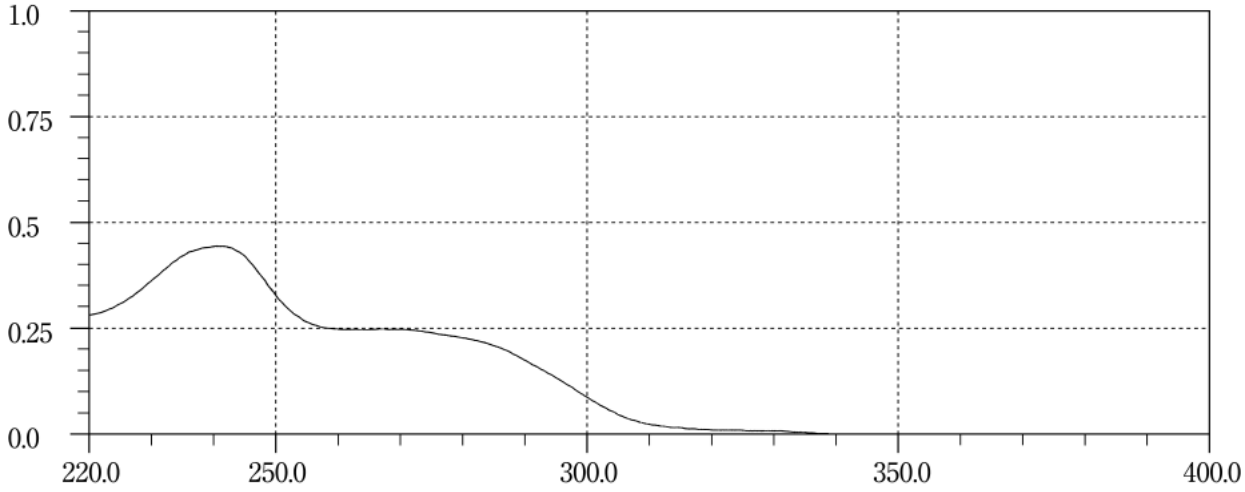
ナテグリニド



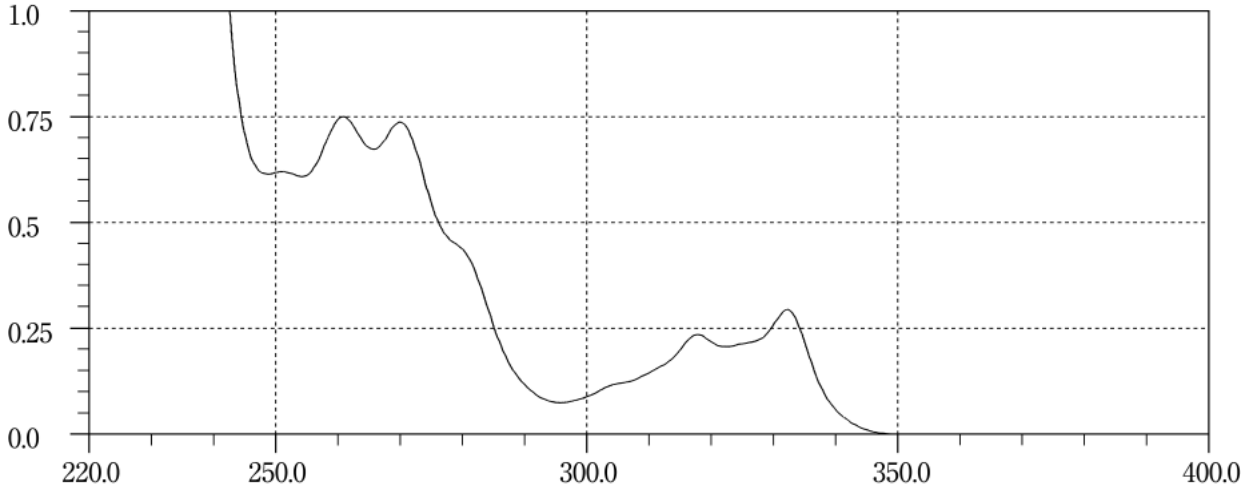
ナドロール



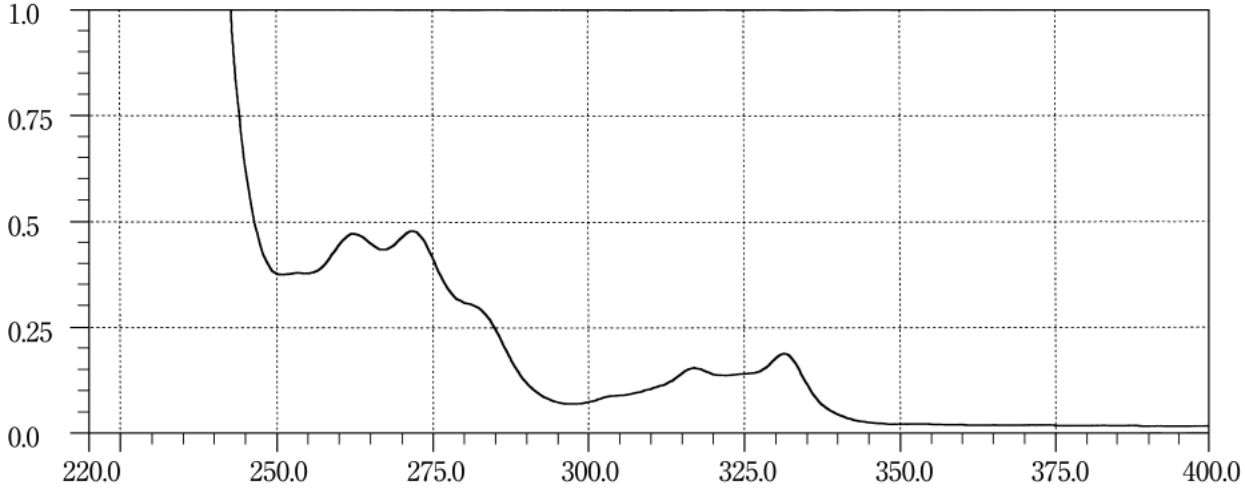
ナファモスタットメシル酸塩



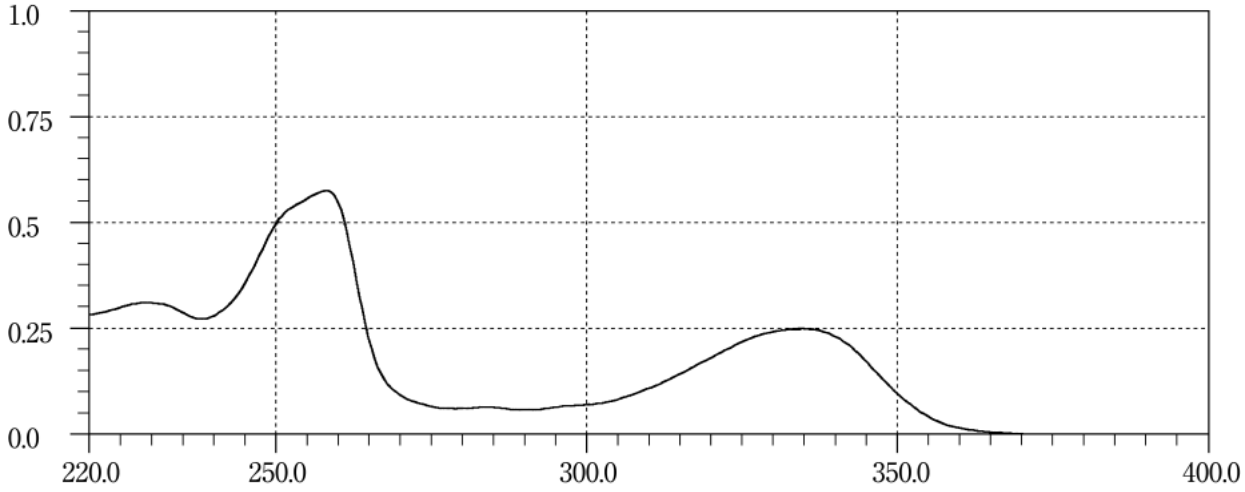
ナブメトン



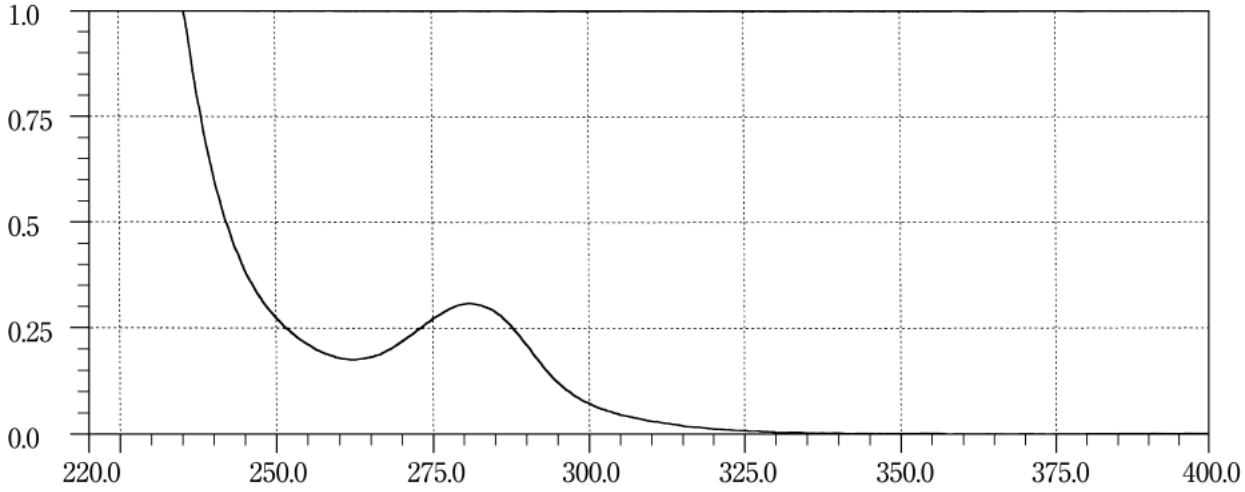
ナプロキセン



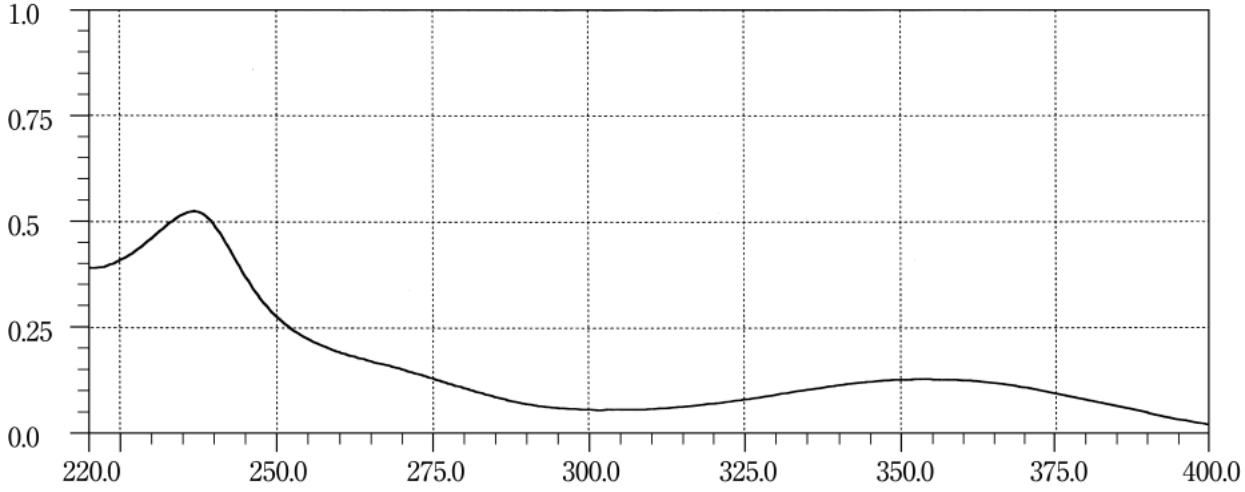
ナリジクス酸



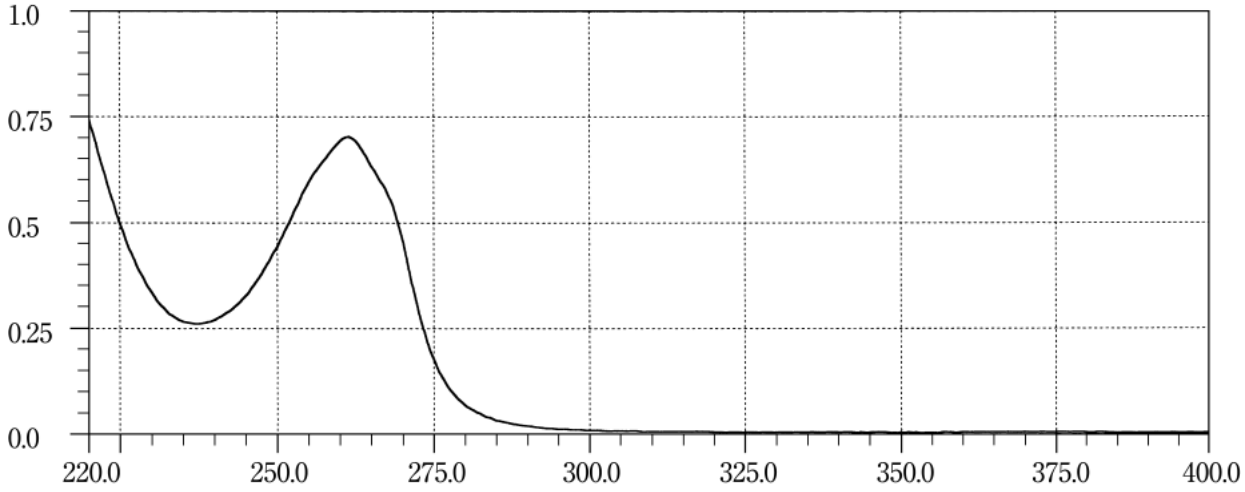
ナロキソン塩酸塩



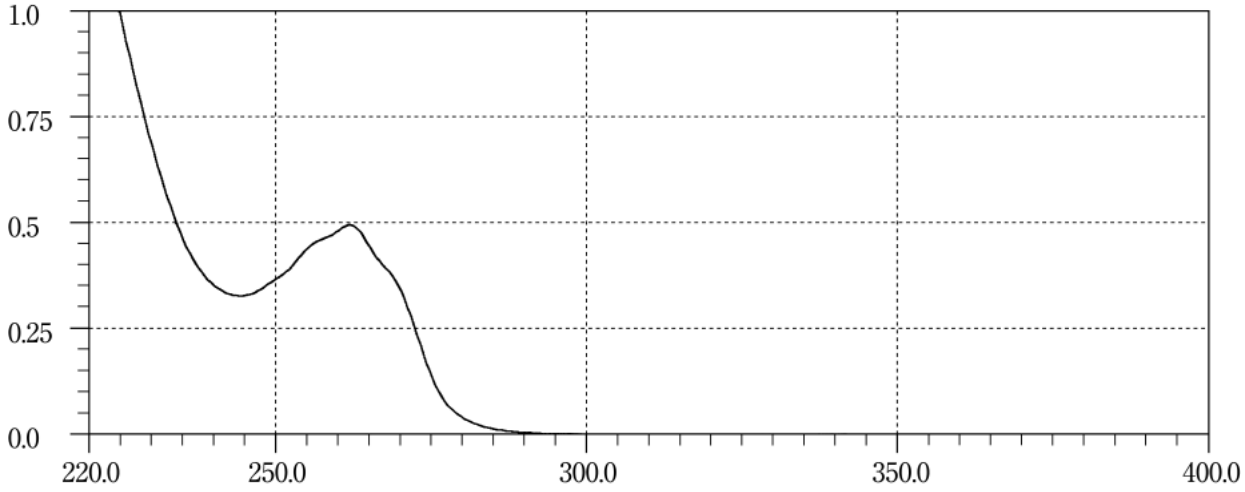
ニカルジピン塩酸塩



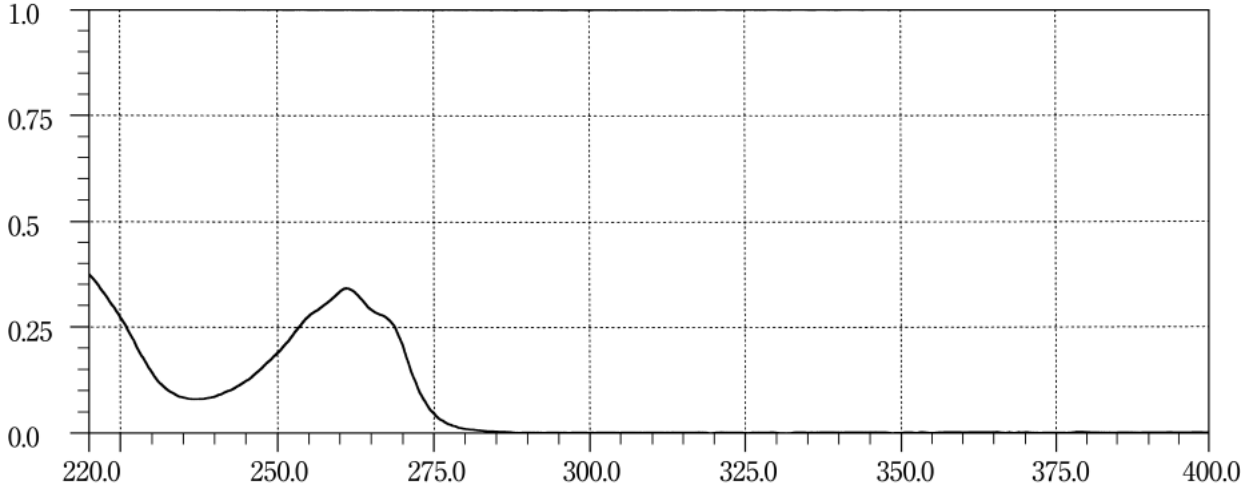
ニコチン酸



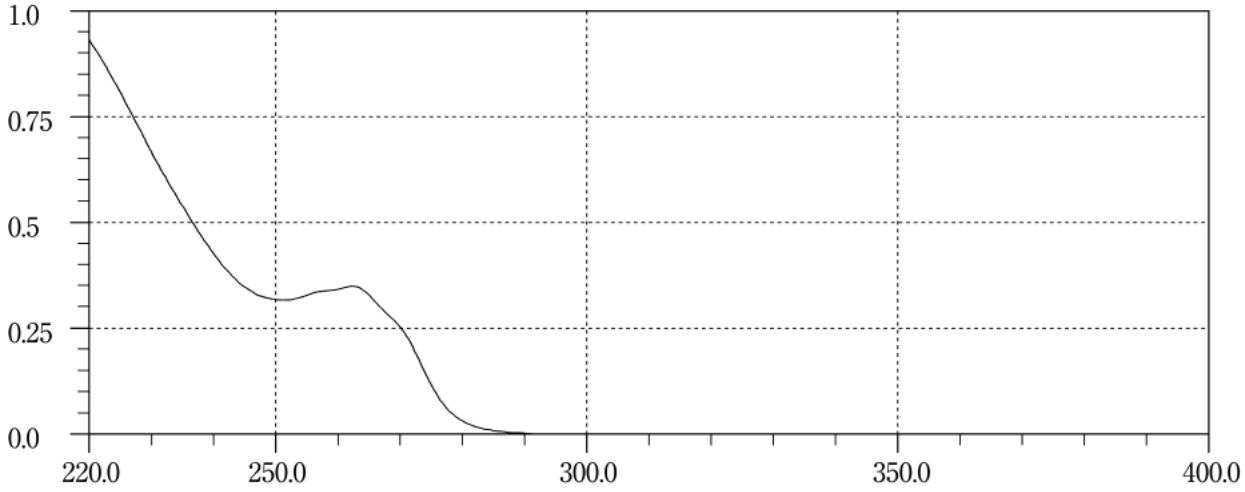
ニコチン酸アミド



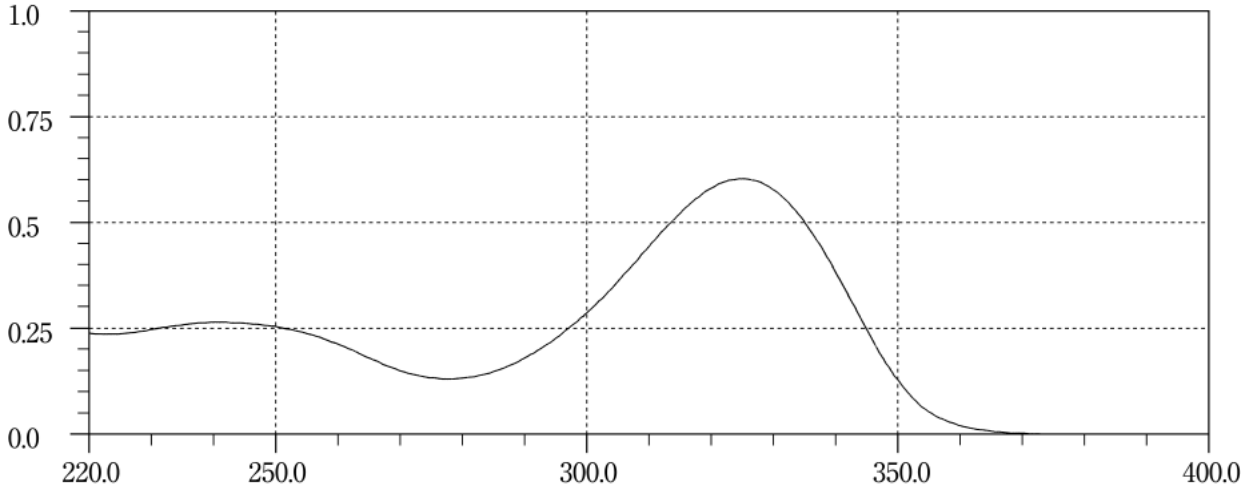
ニコモール



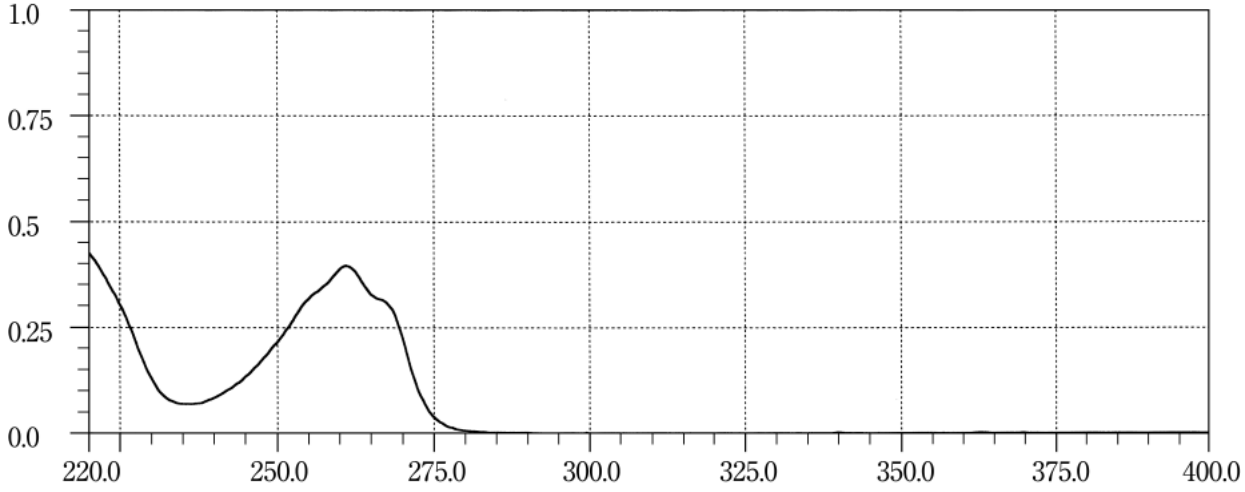
ニコランジル



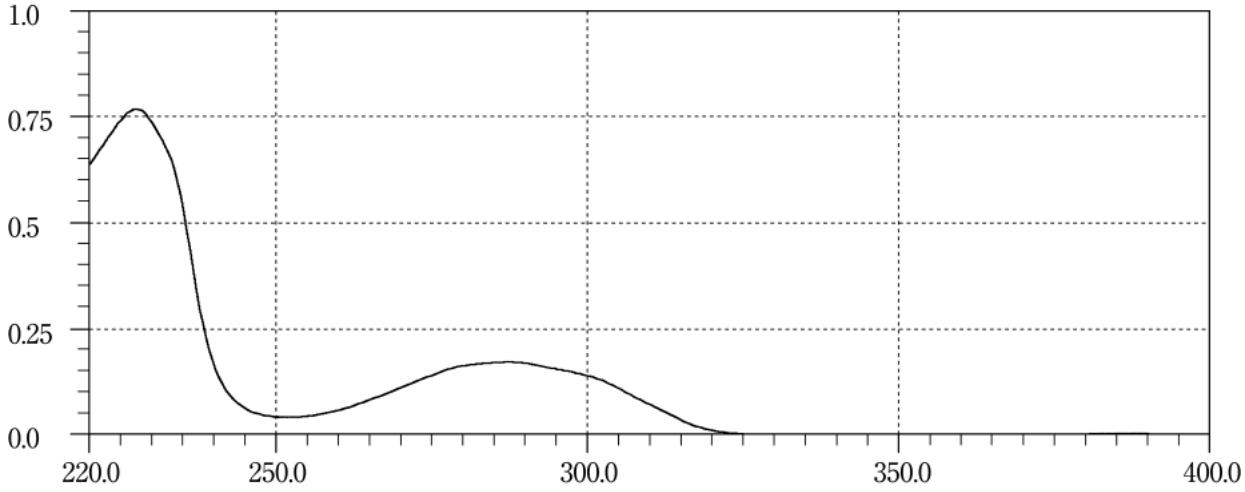
ニザチジン



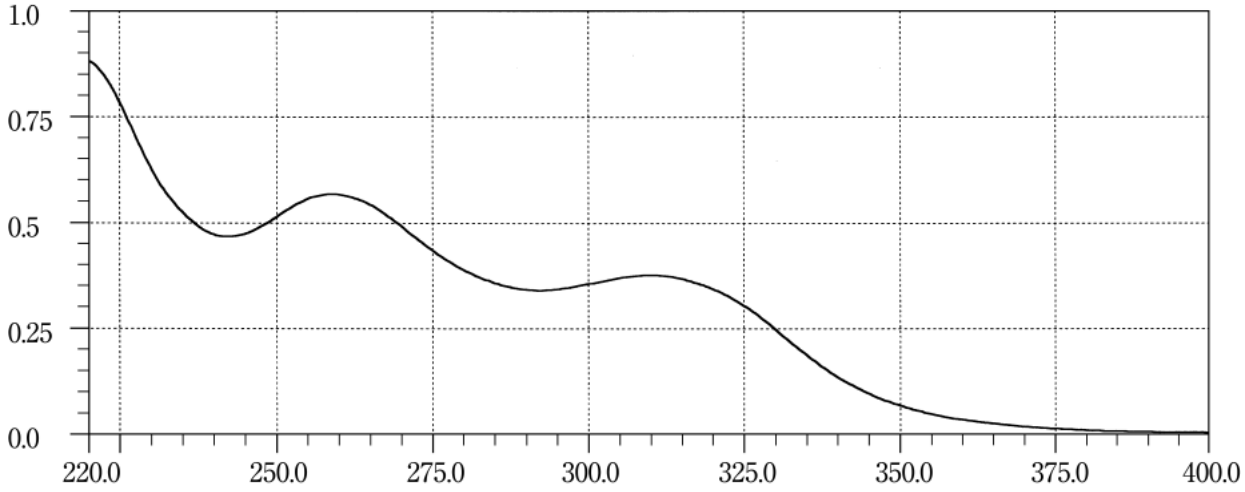
ニセリトロール



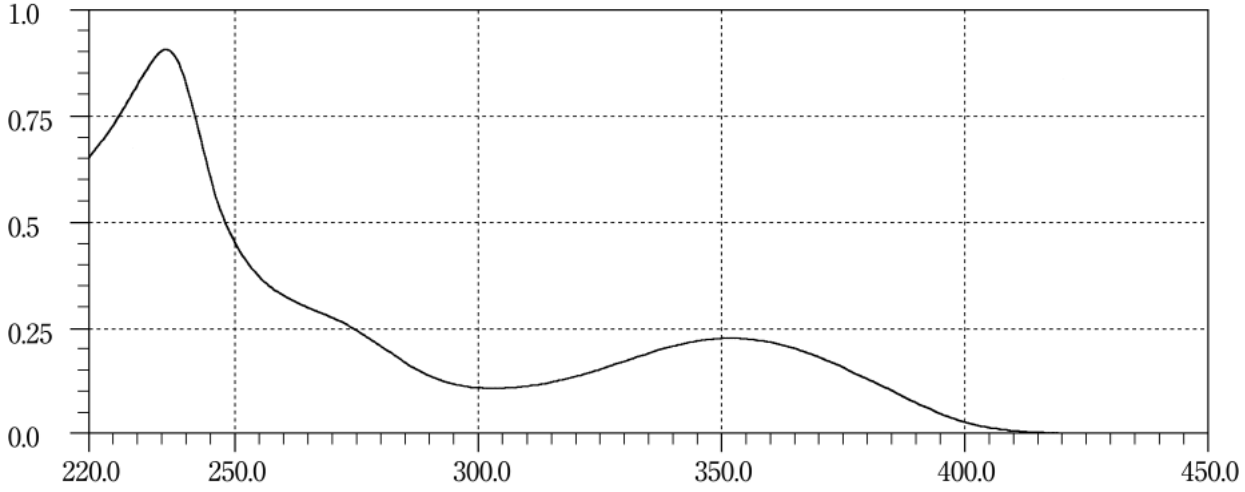
ニセルゴリン



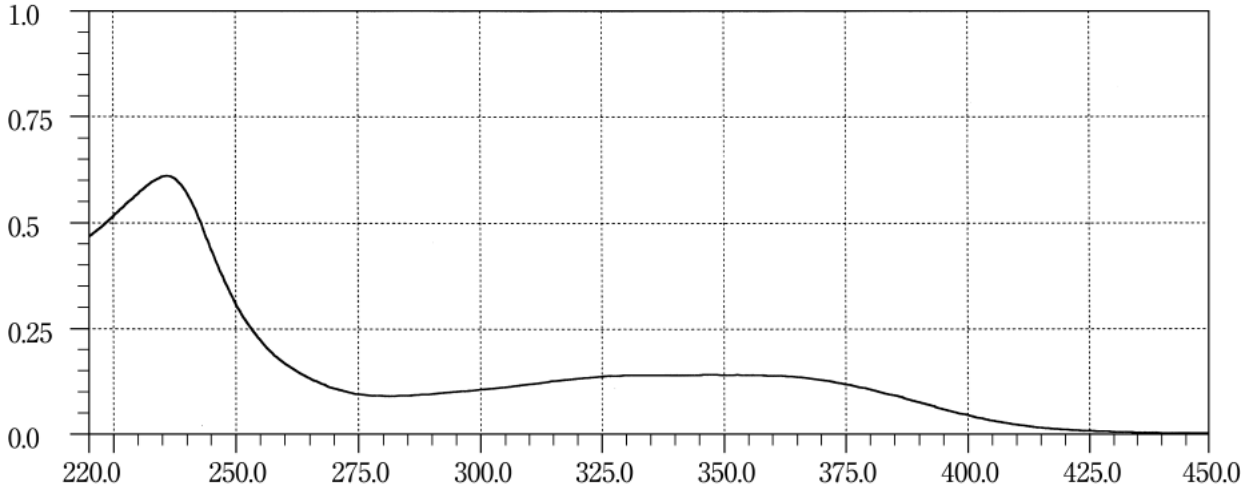
ニトラゼパム



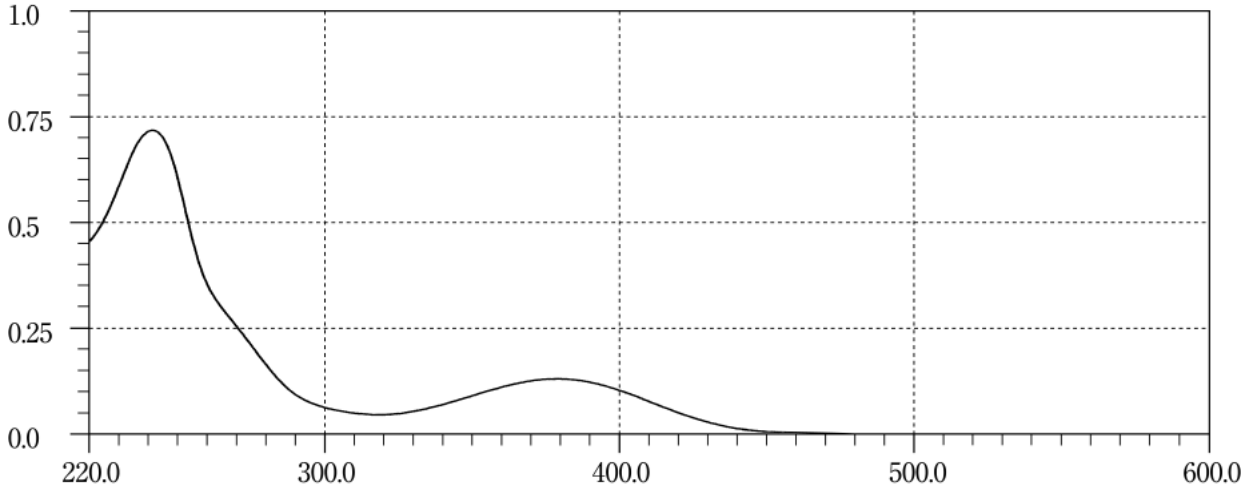
ニトレンジピン



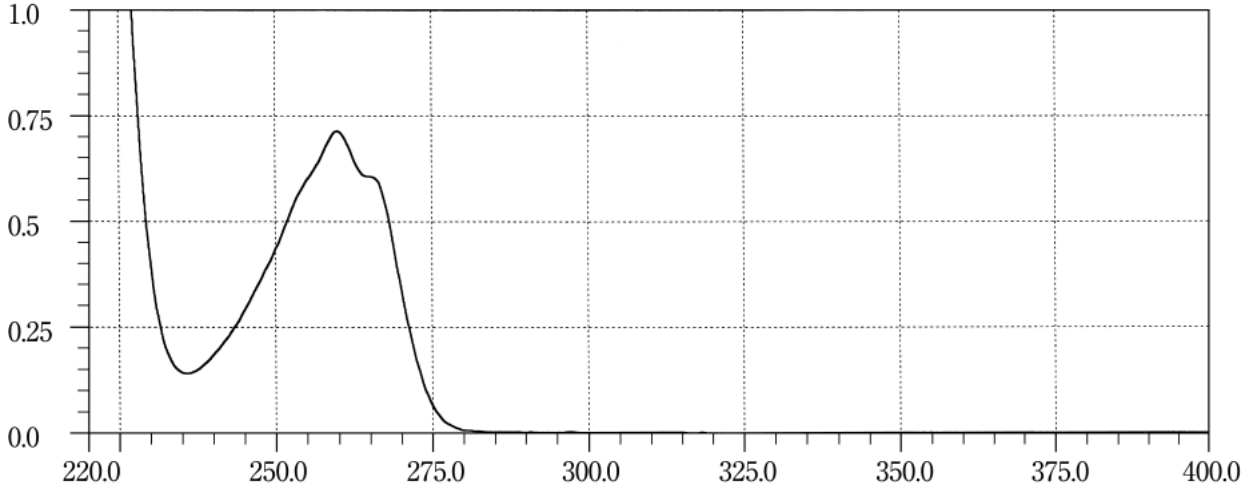
ニフェジピン



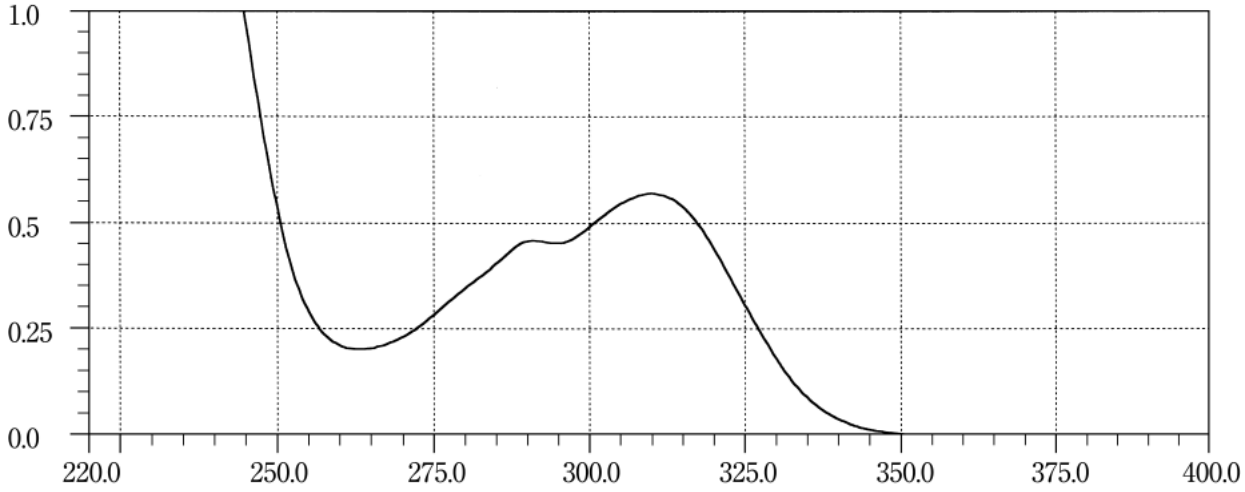
ニルバジピン



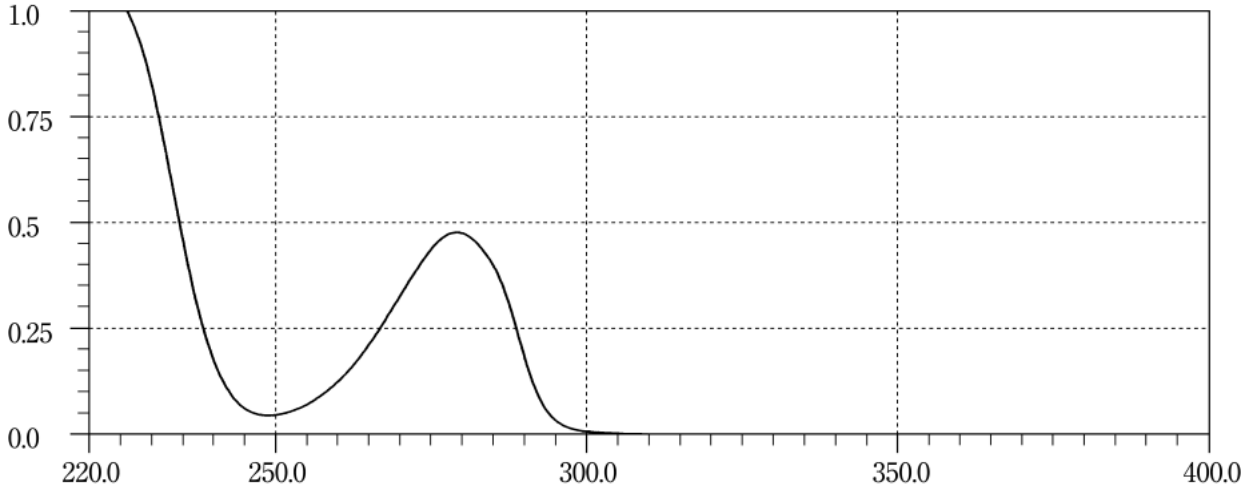
ネオスチグミンメチル硫酸塩



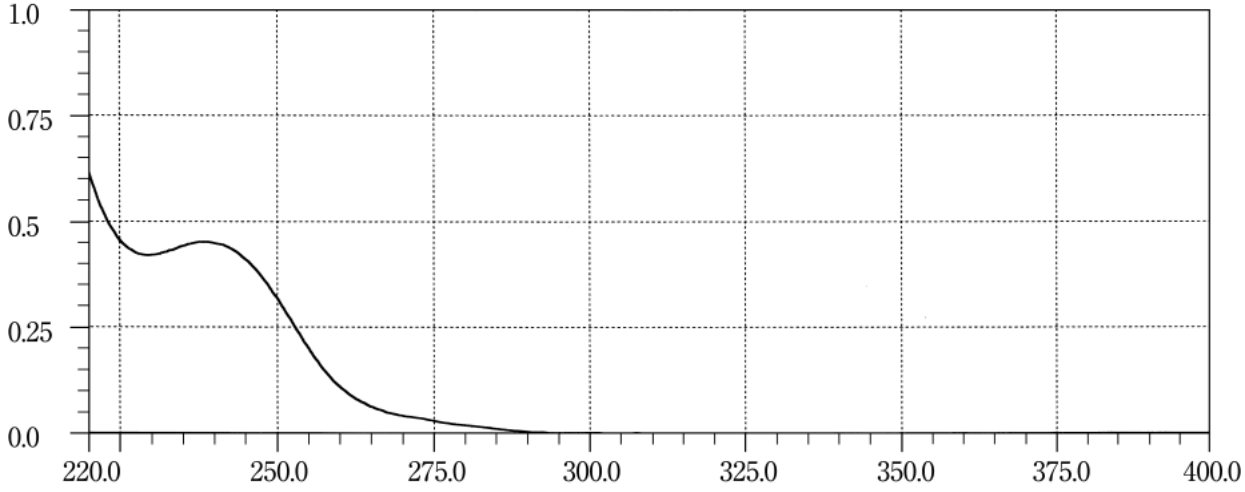
ノスカピン



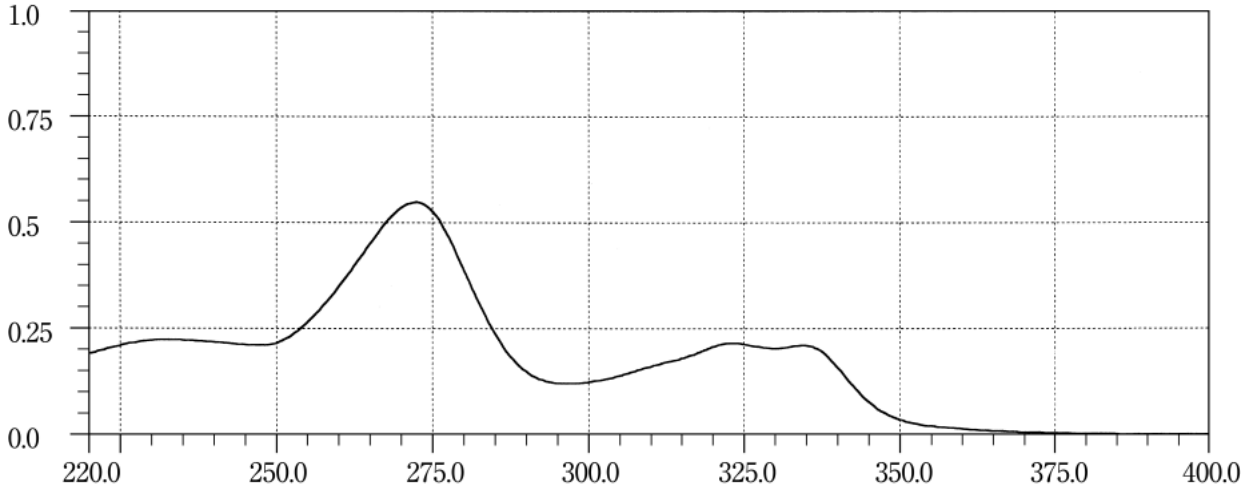
ノルアドレナリン



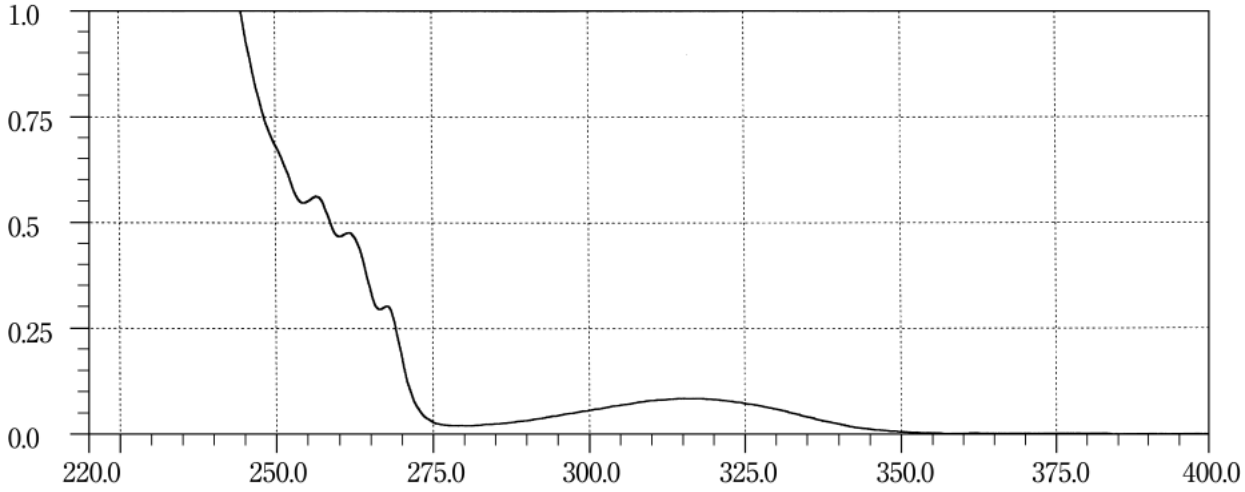
ノルトリプチリン塩酸塩



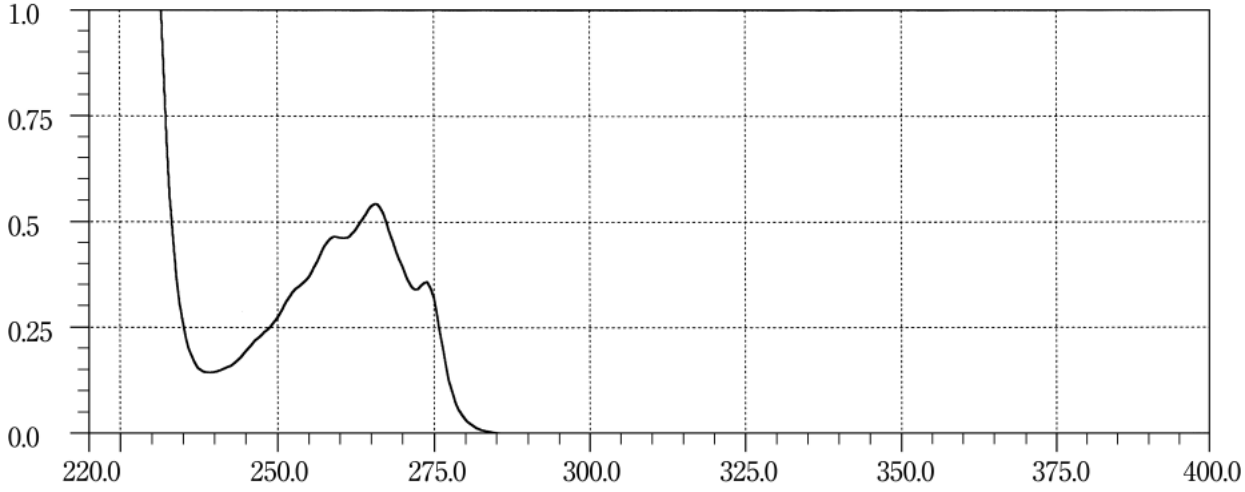
ノルフロキサシン



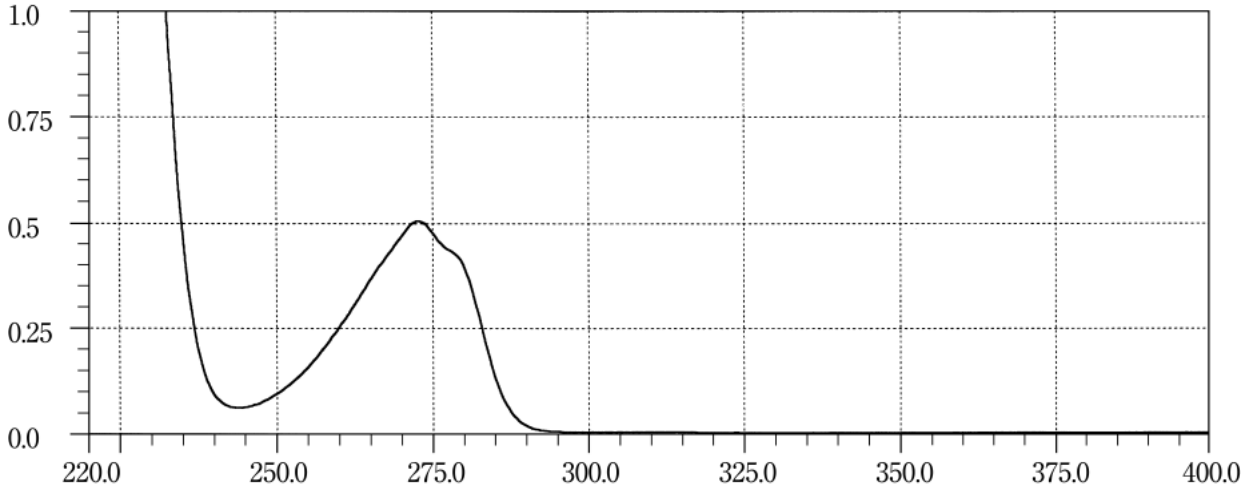
バカンピシリン塩酸塩



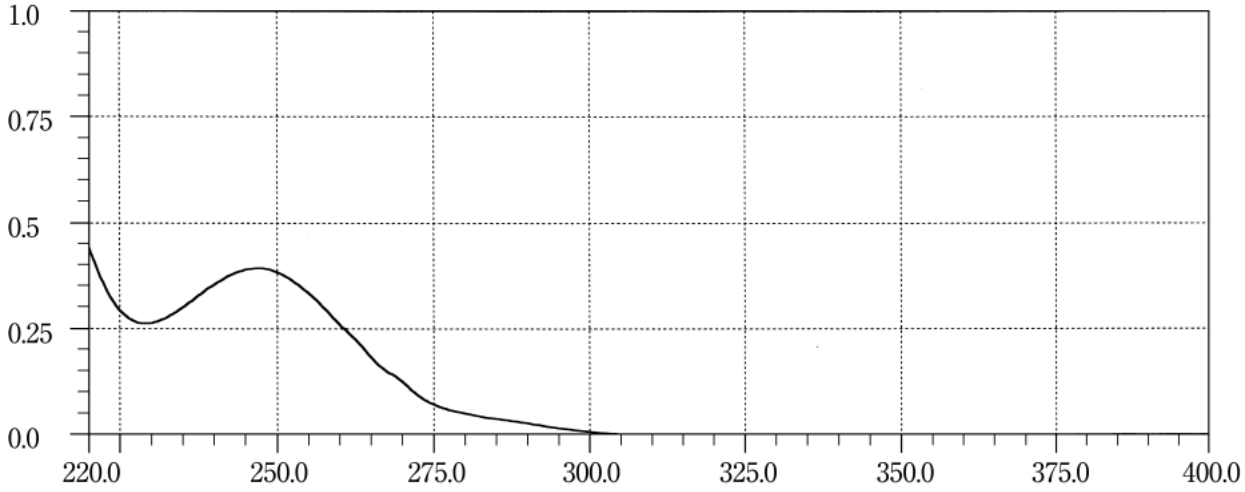
バクロフェン



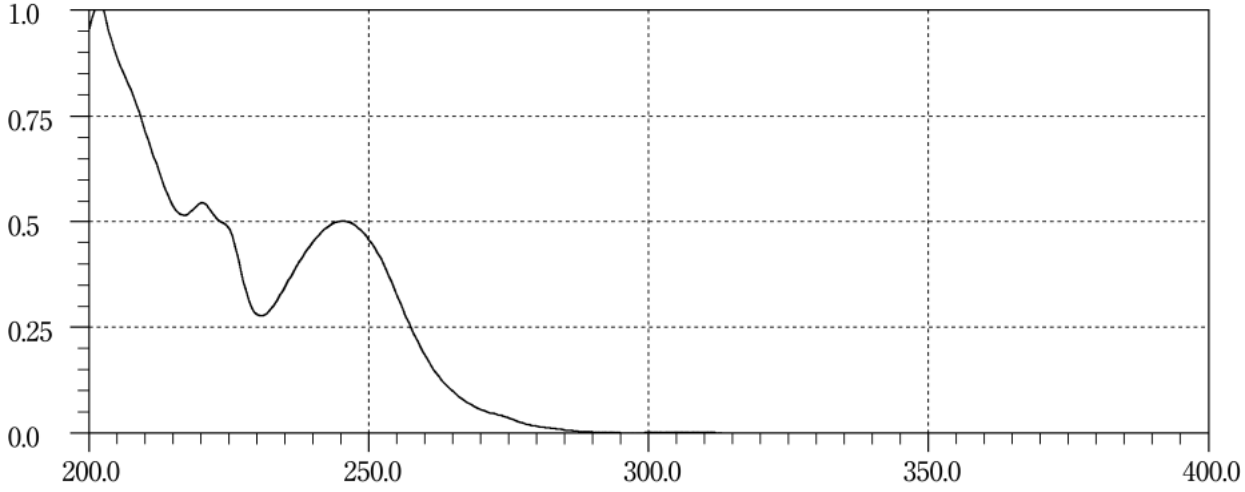
バメタン硫酸塩



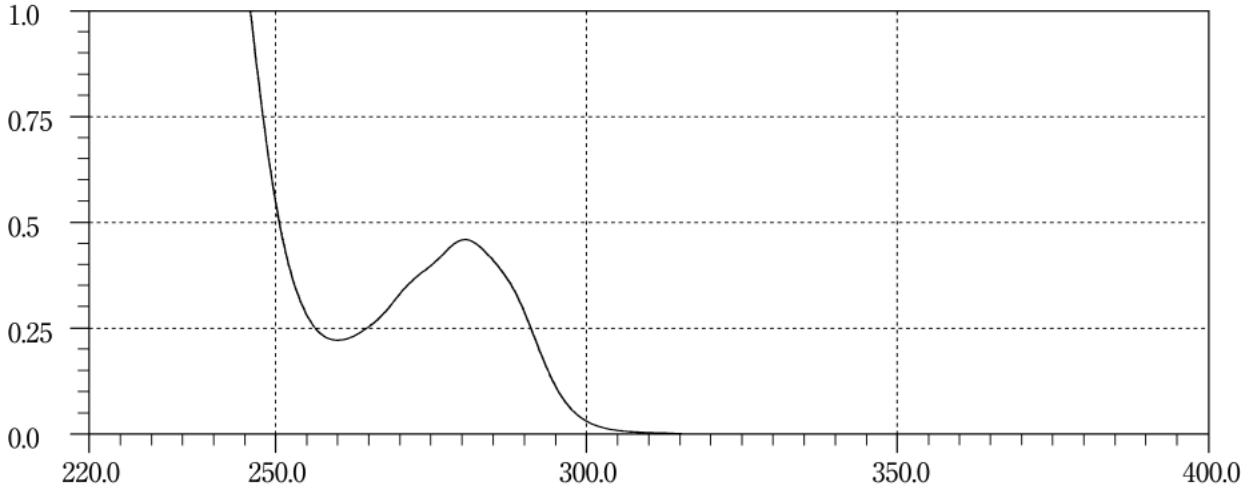
ハロキサゾラム



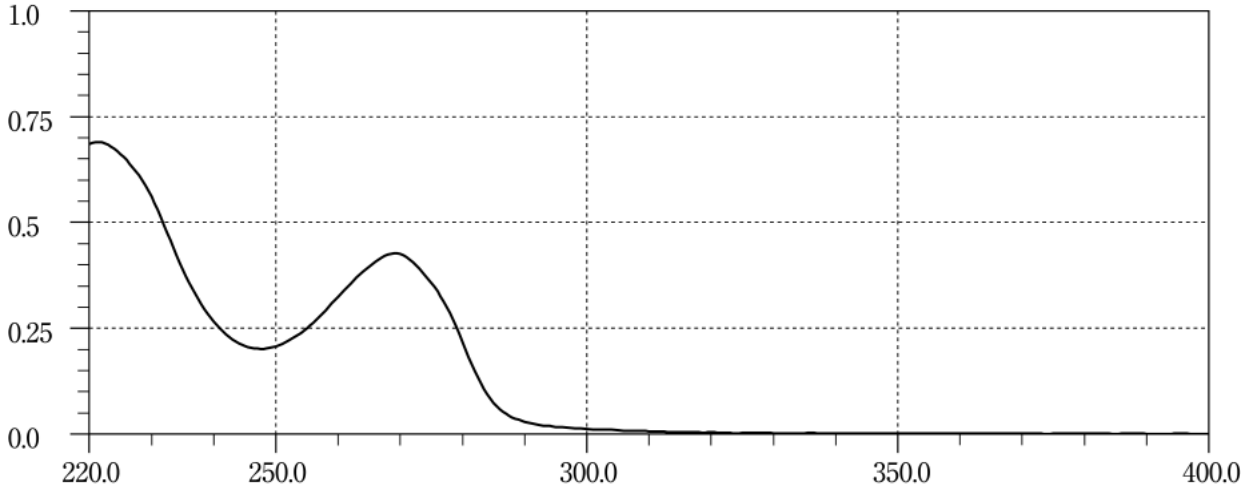
ハロペリドール



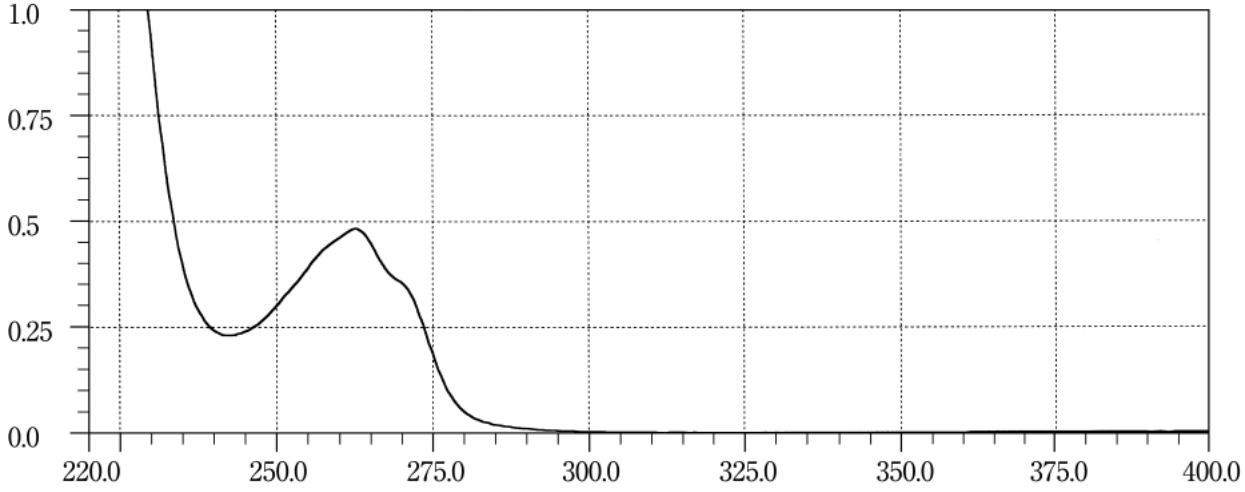
バンコマイシン塩酸塩



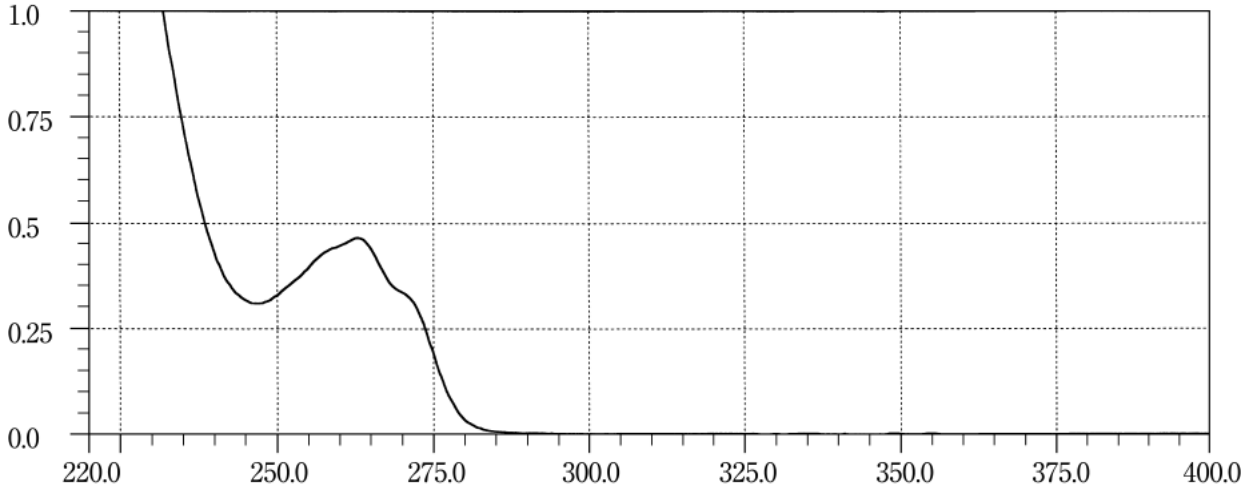
ピオグリタゾン塩酸塩



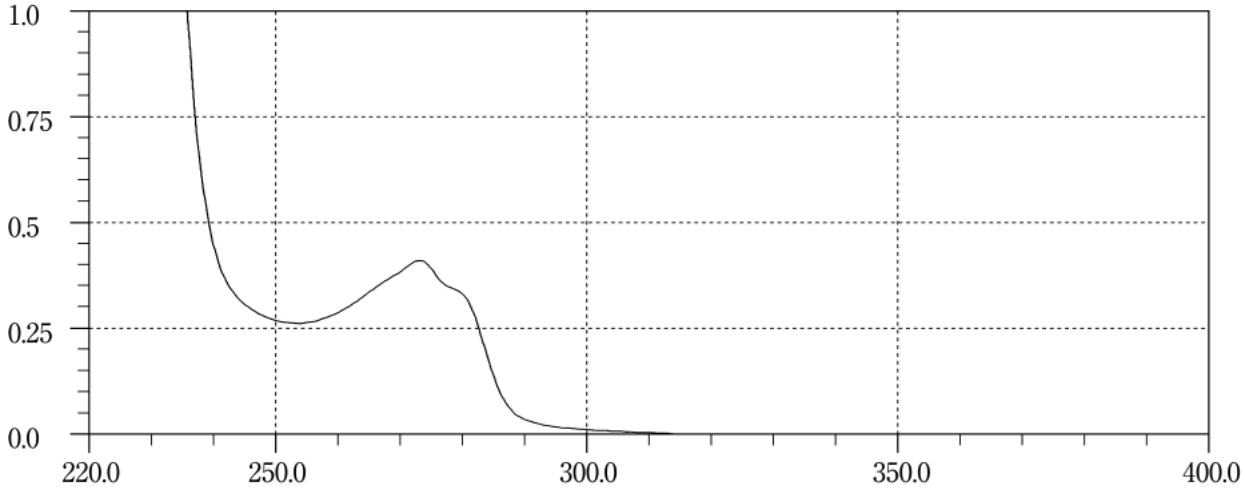
ピコスルファートナトリウム水和物



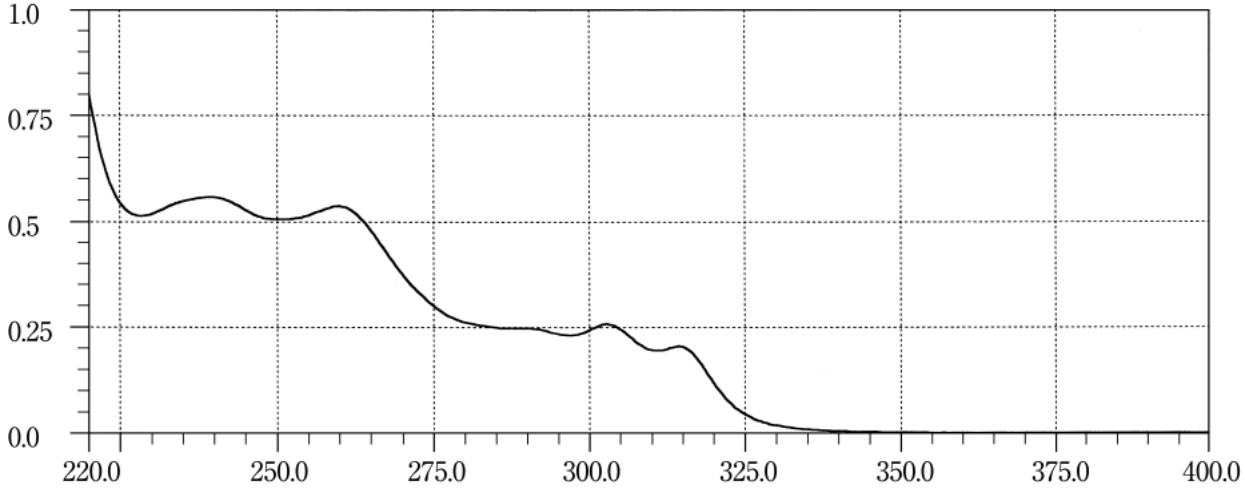
ビサコジル



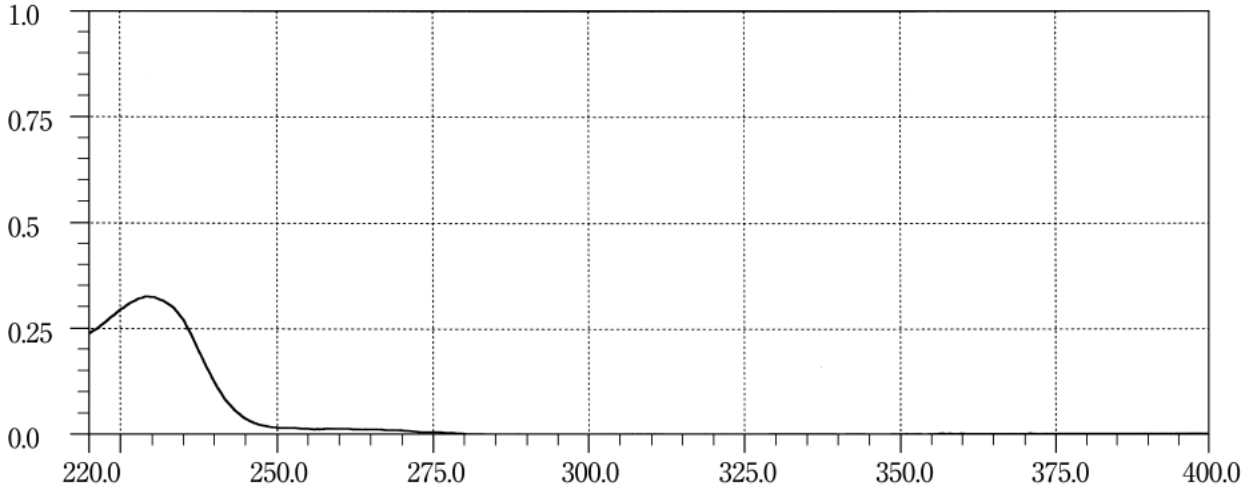
ビソプロロールフマル酸塩



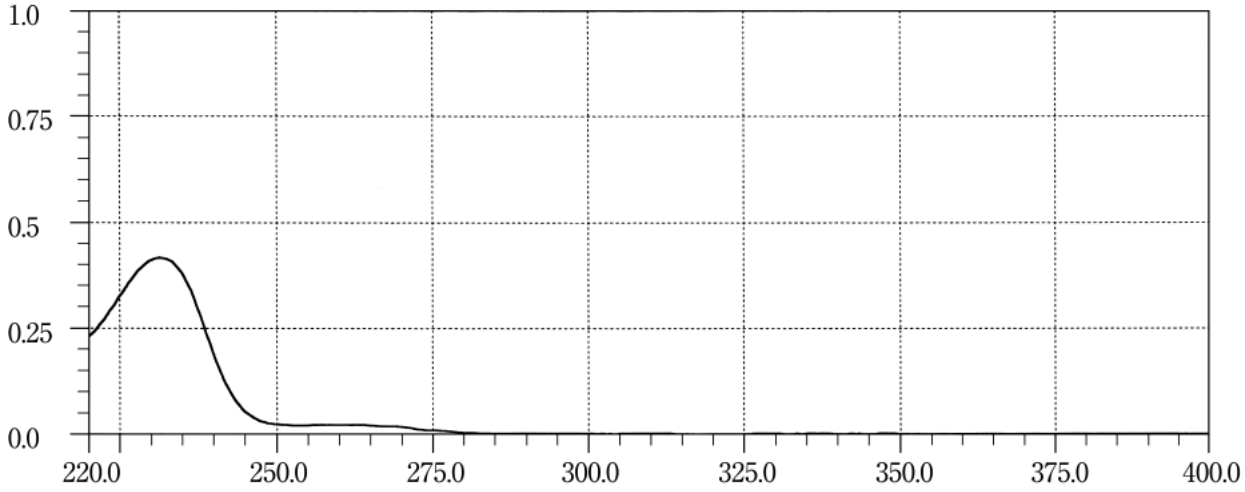
ヒドララジン塩酸塩



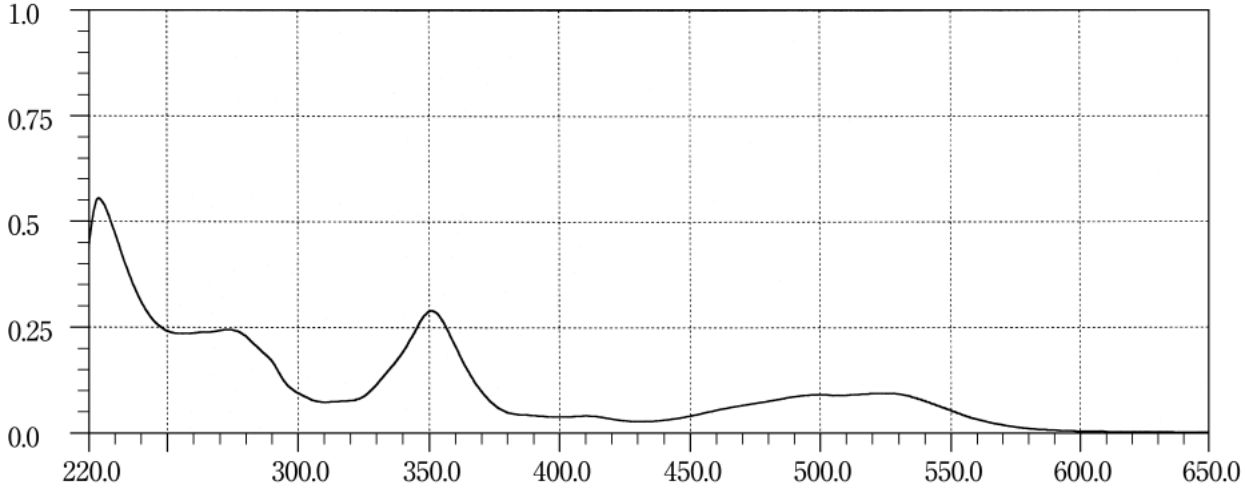
ヒドロキシジン塩酸塩



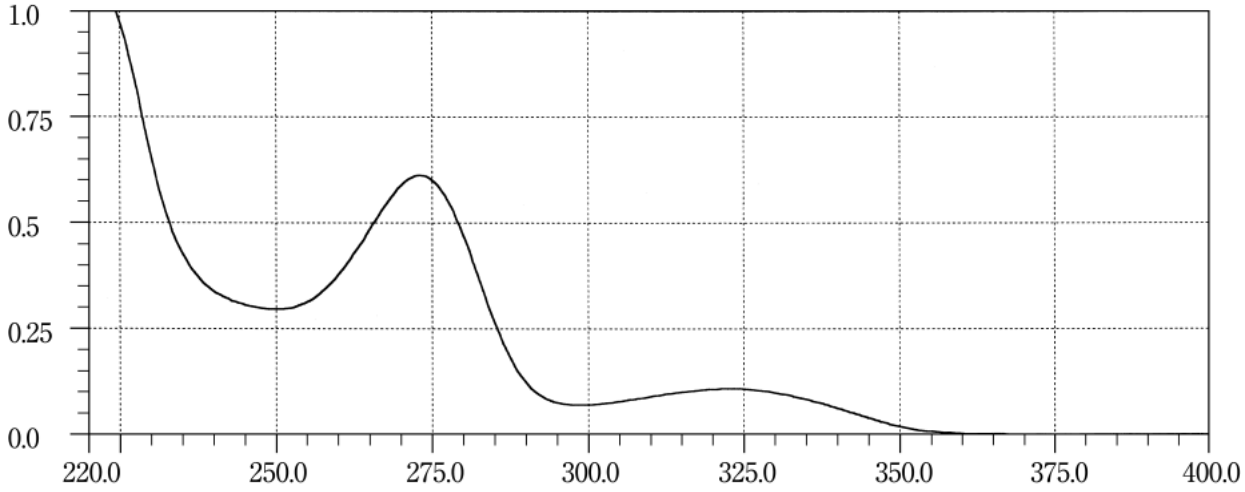
ヒドロキシジンパモ酸塩



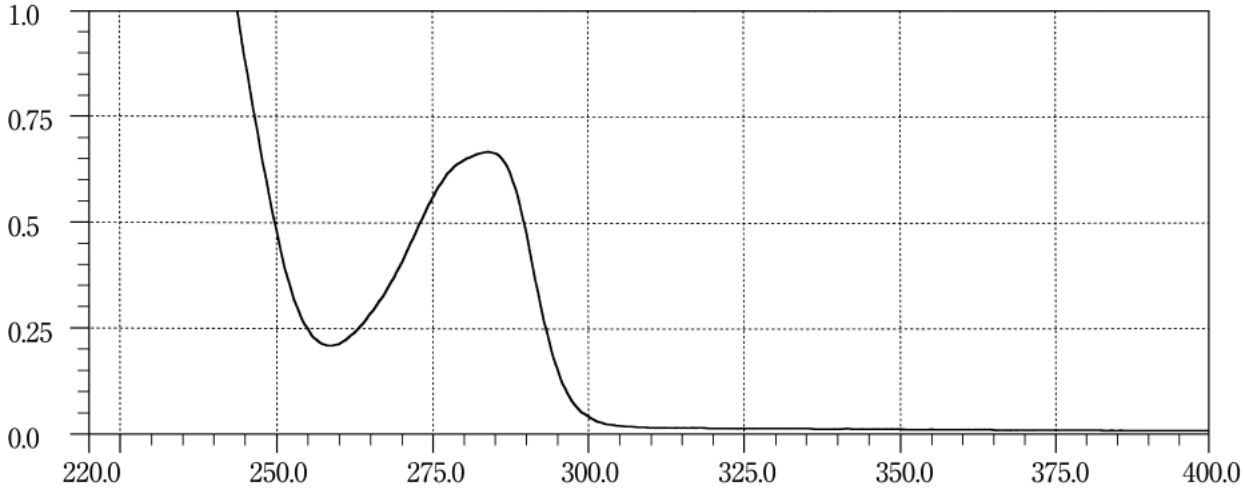
ヒドロキソコバラミン酢酸塩



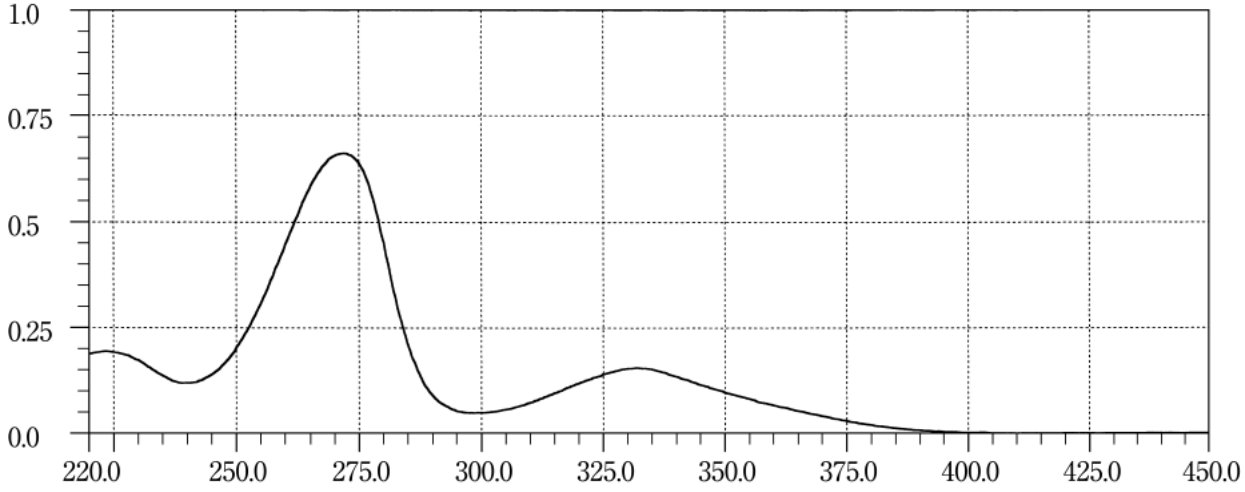
ヒドロクロロチアジド



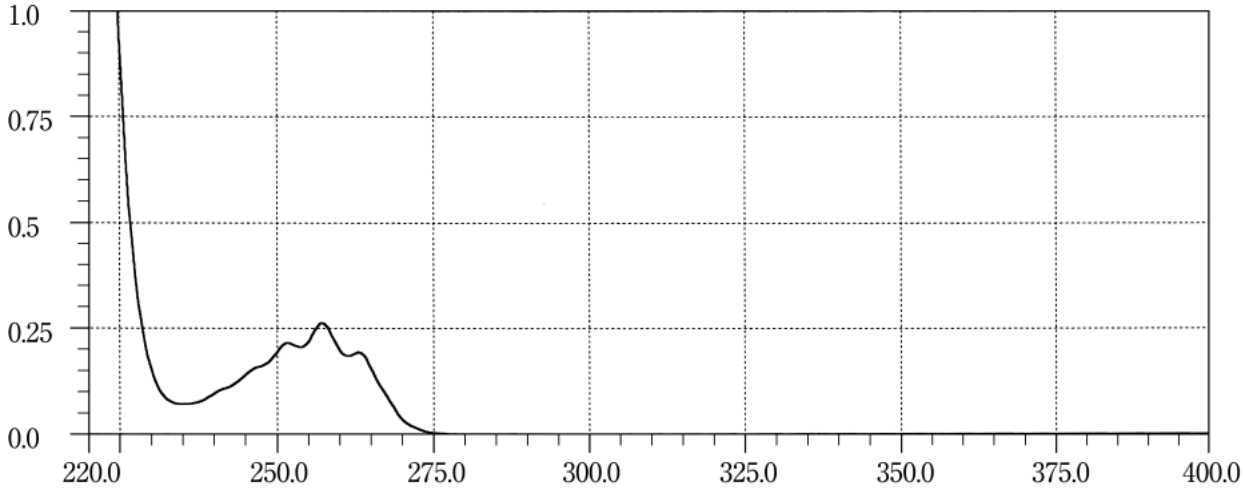
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物



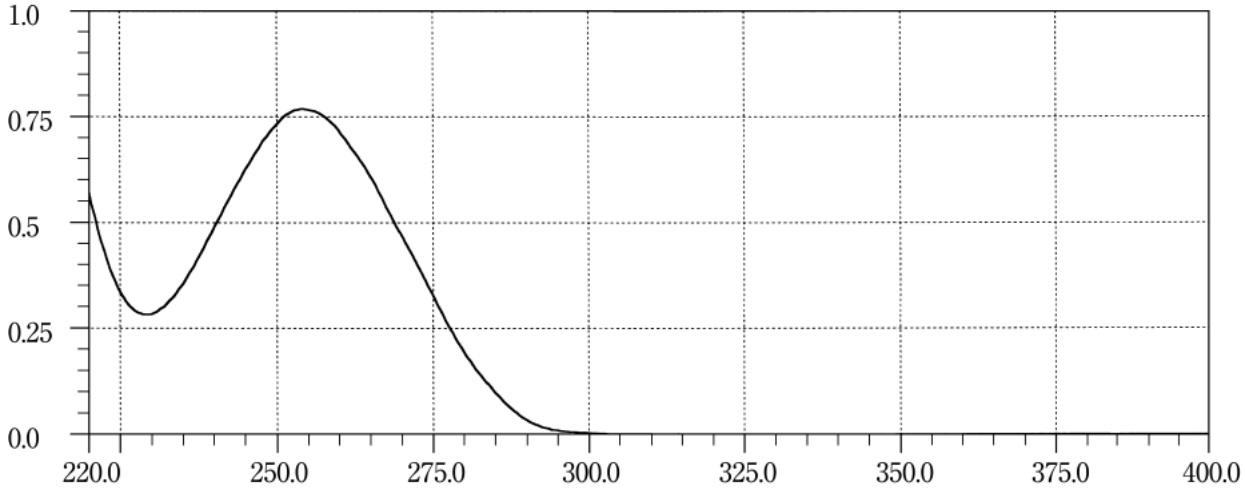
ピペミド酸水和物



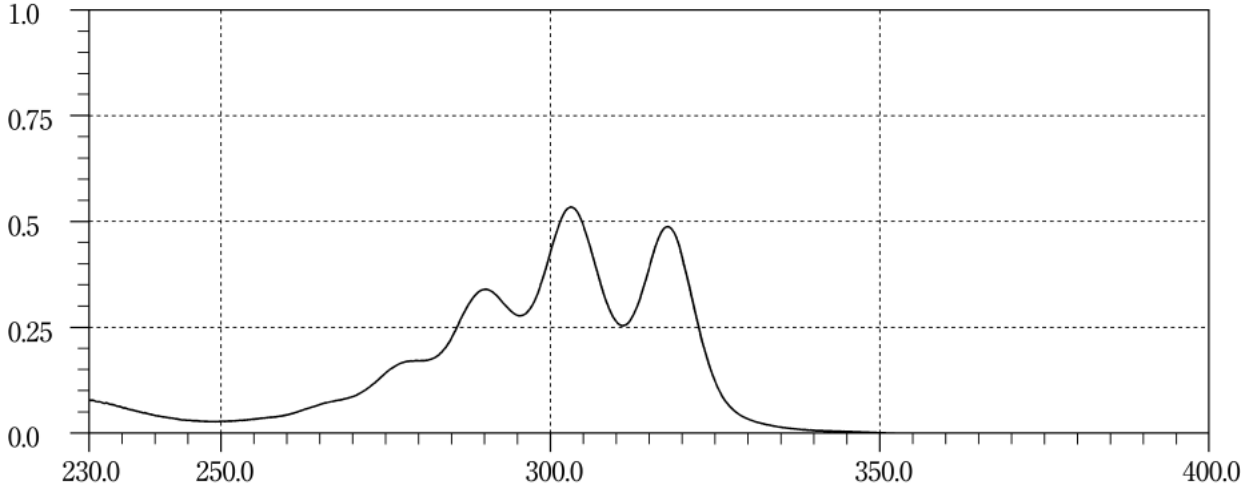
ビペリデン塩酸塩



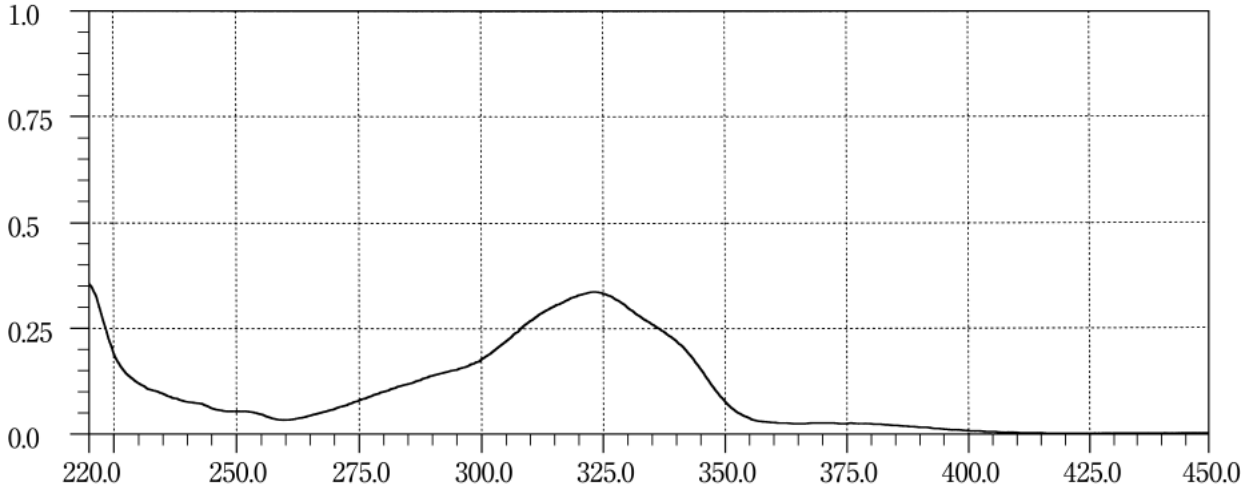
ビホナゾール



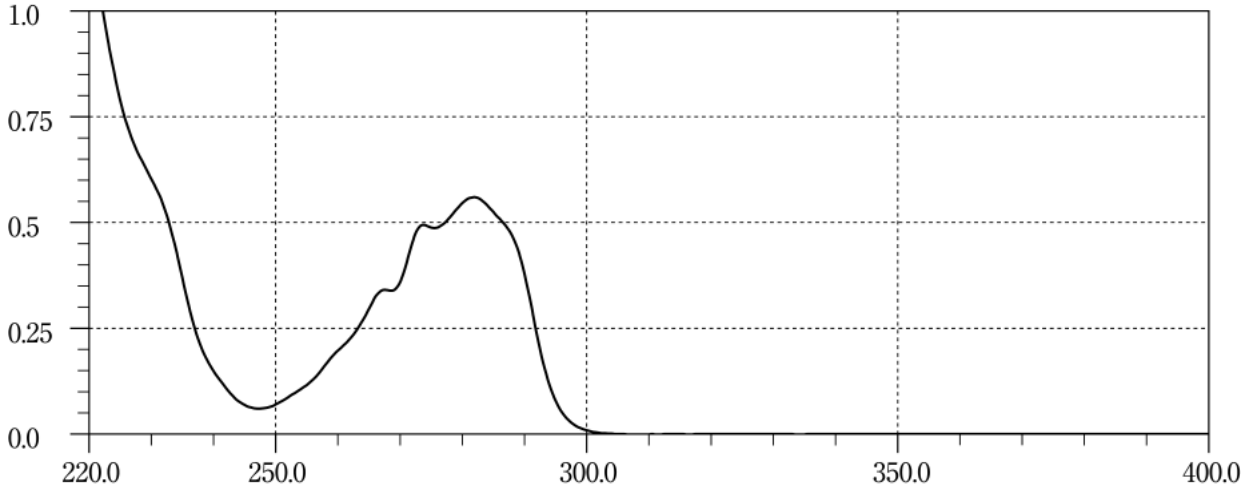
ピマリシン



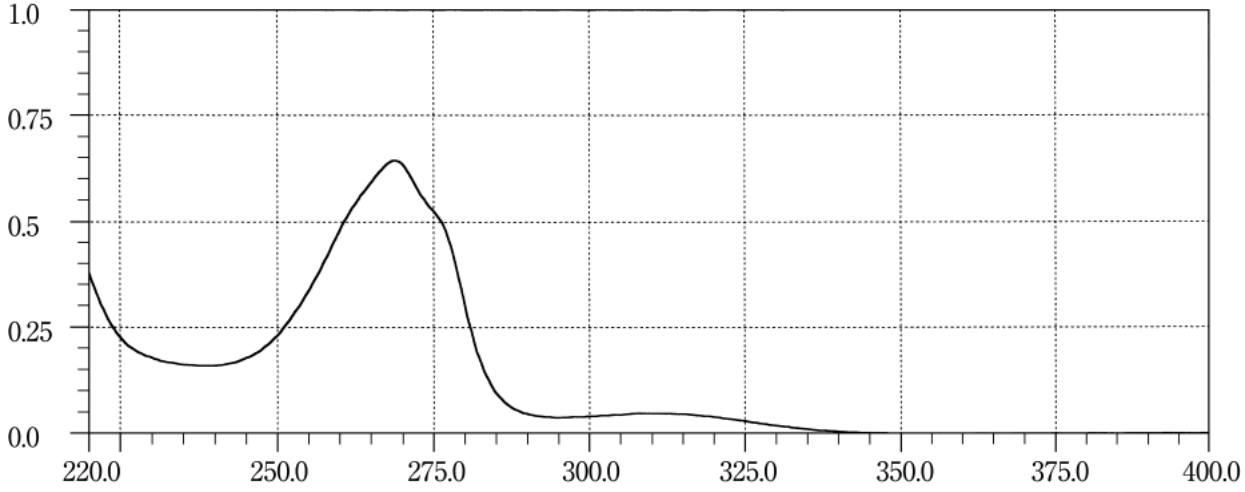
ヒメクロモン



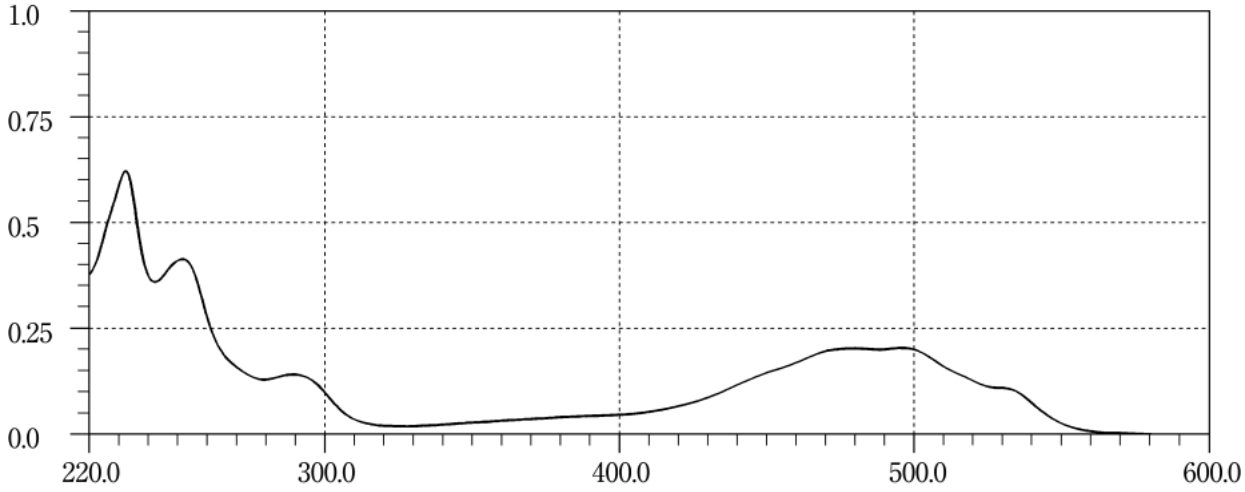
ピモジド



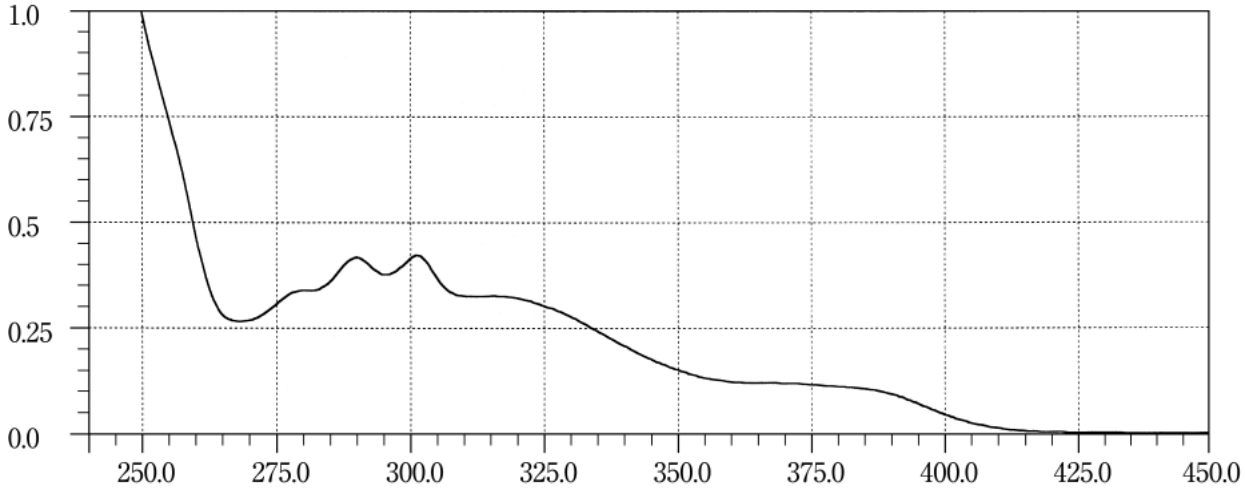
ピラジナミド



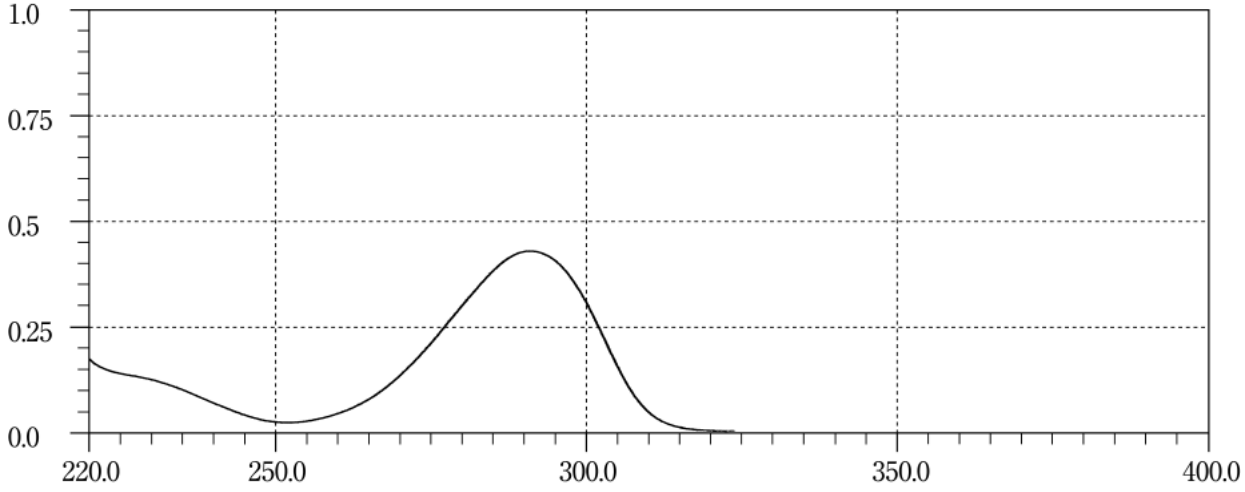
ピラルビシン



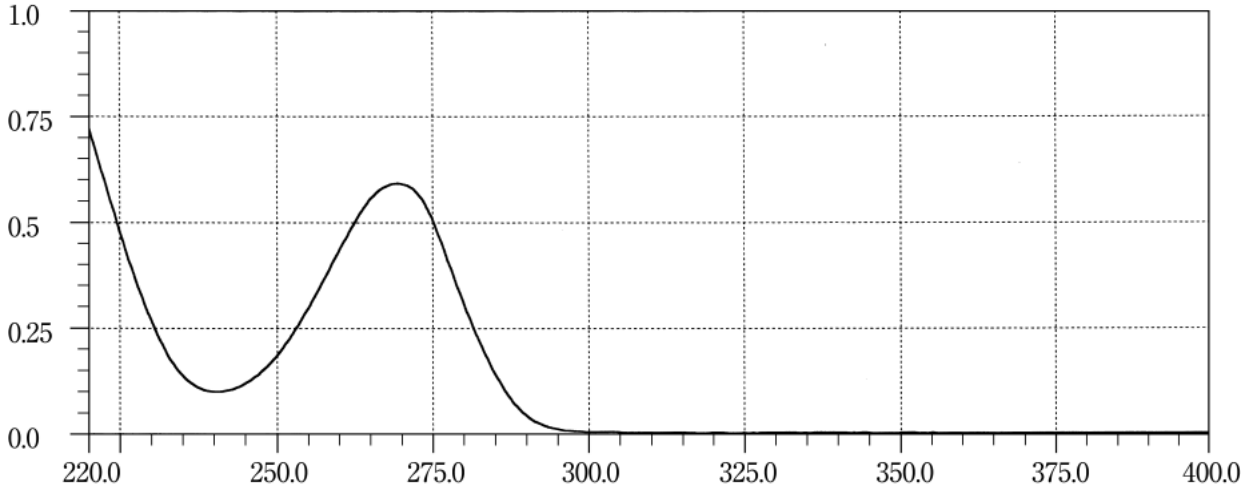
ピランテルパモ酸塩



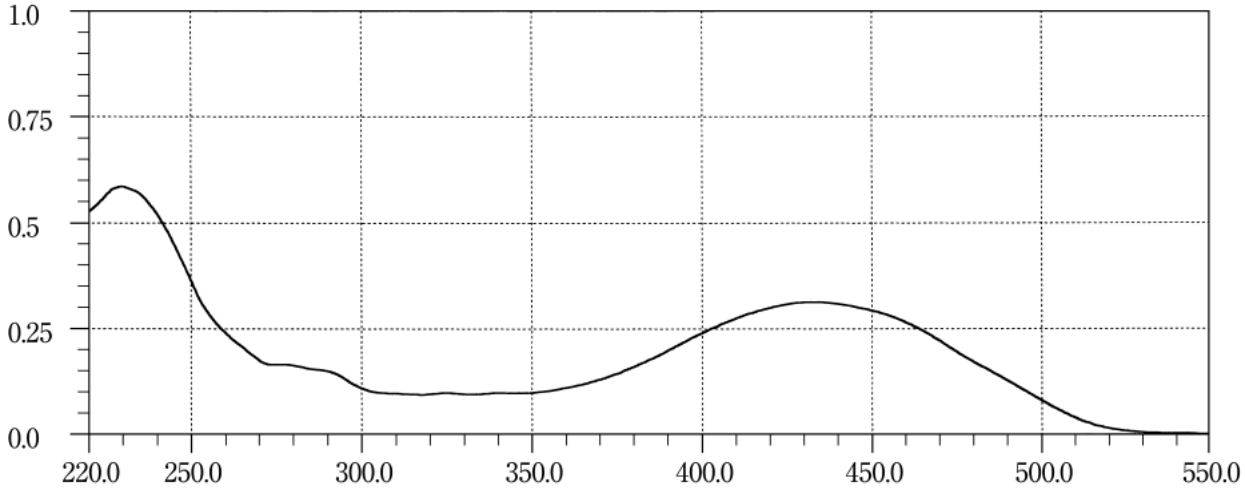
ピリドキシン塩酸塩



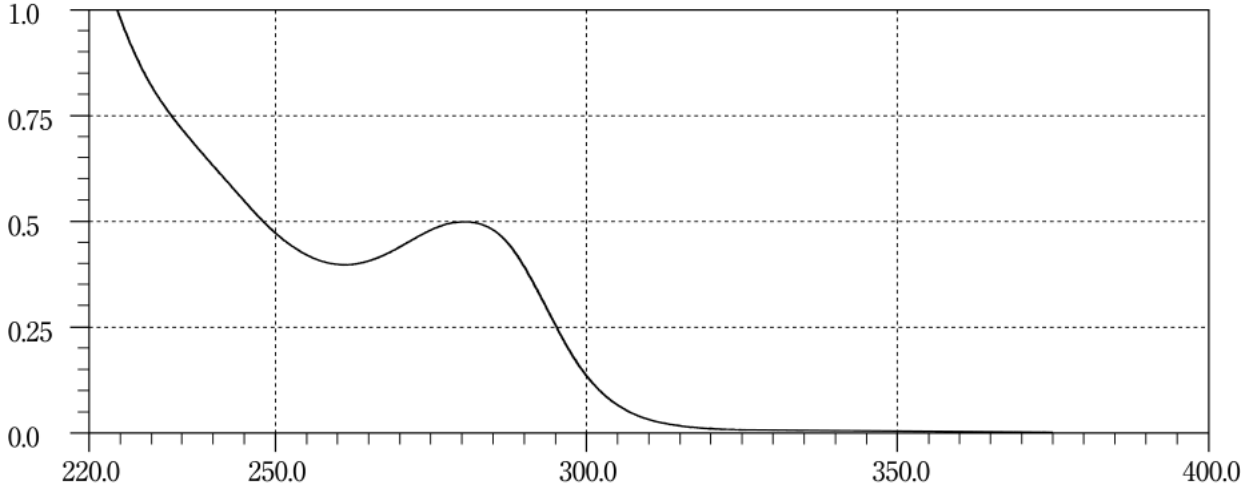
ピリドスチグミン臭化物



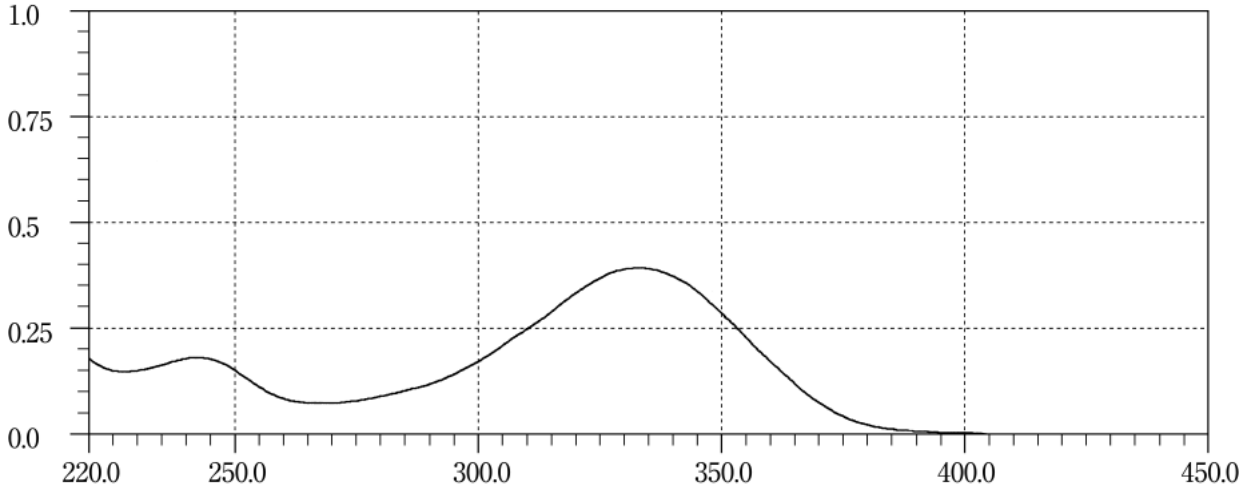
ピレノキシン



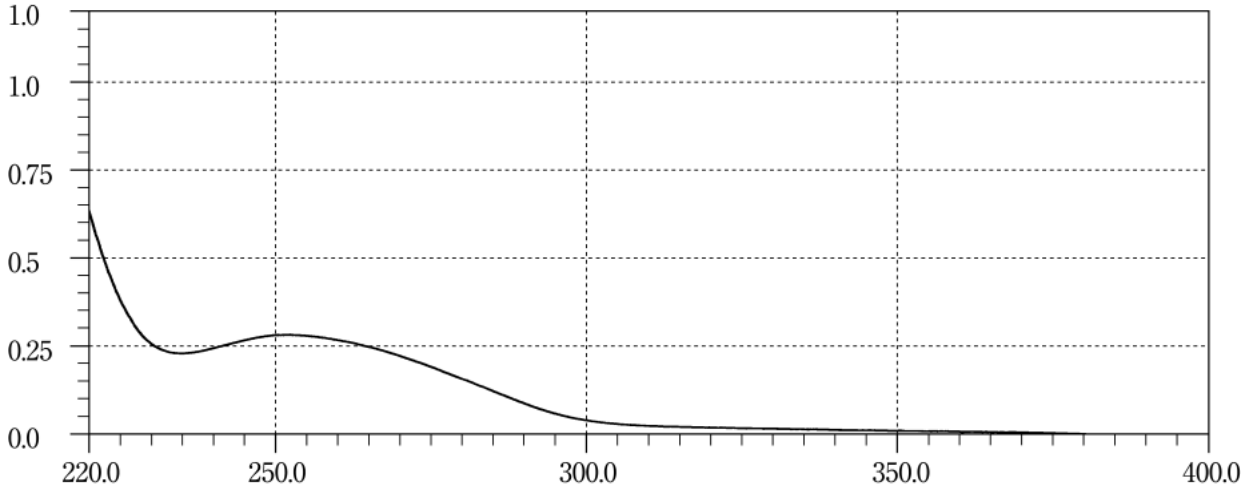
ピレンゼピン塩酸塩水和物



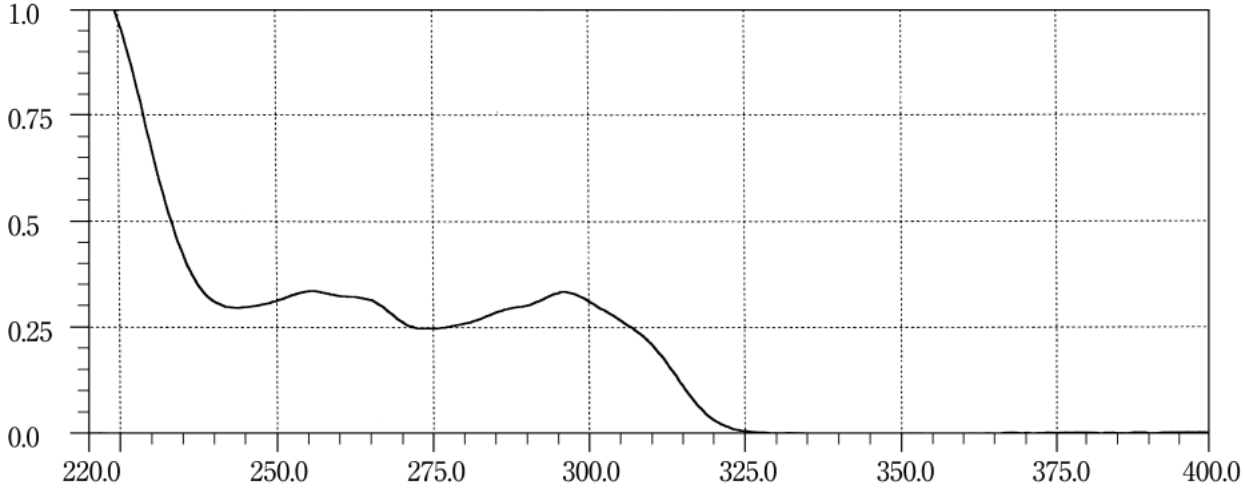
ピロキシカム



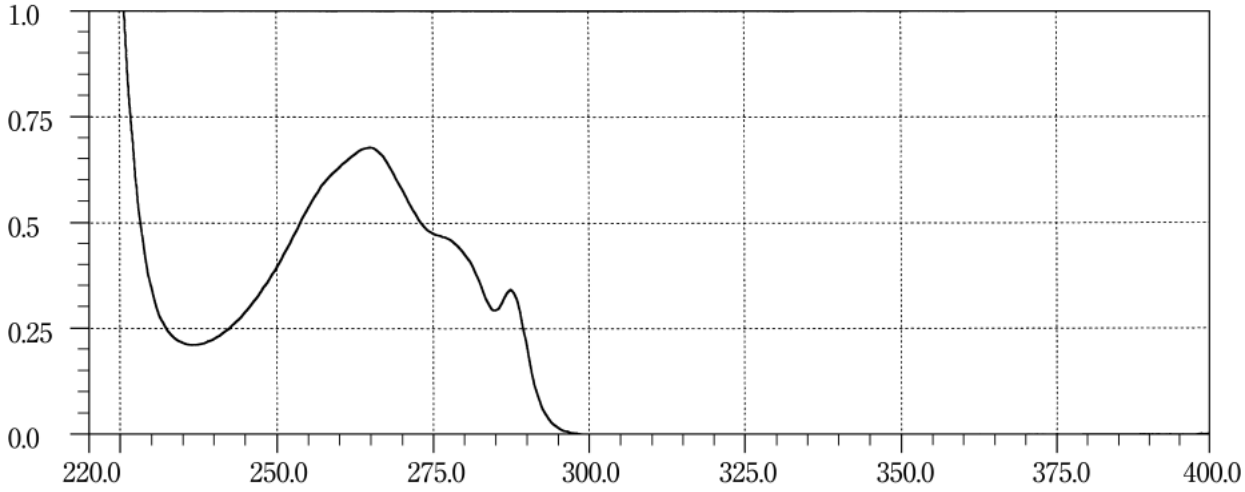
ピロールニトリン



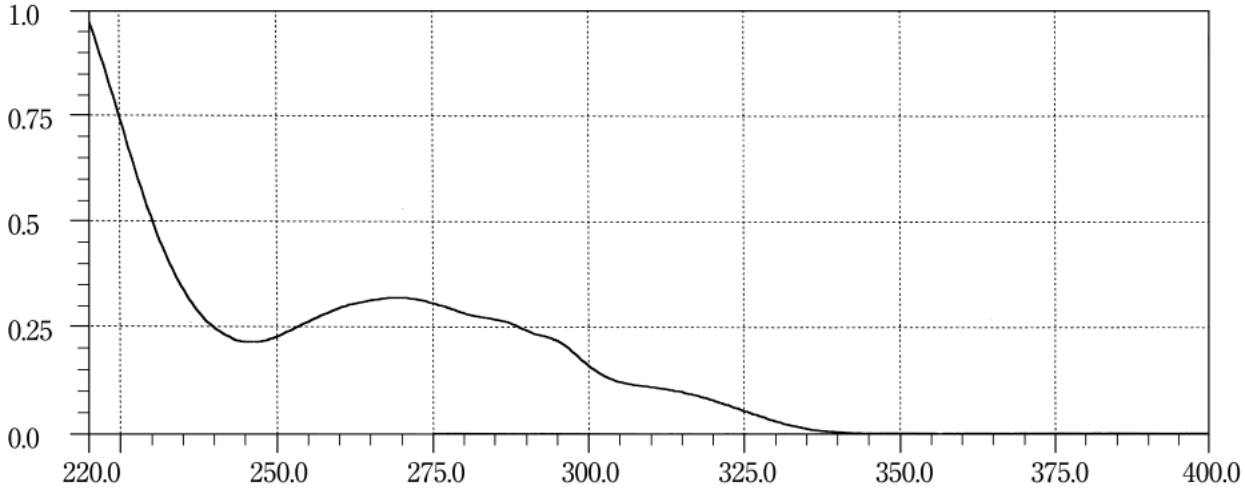
ビンクリスチン硫酸塩



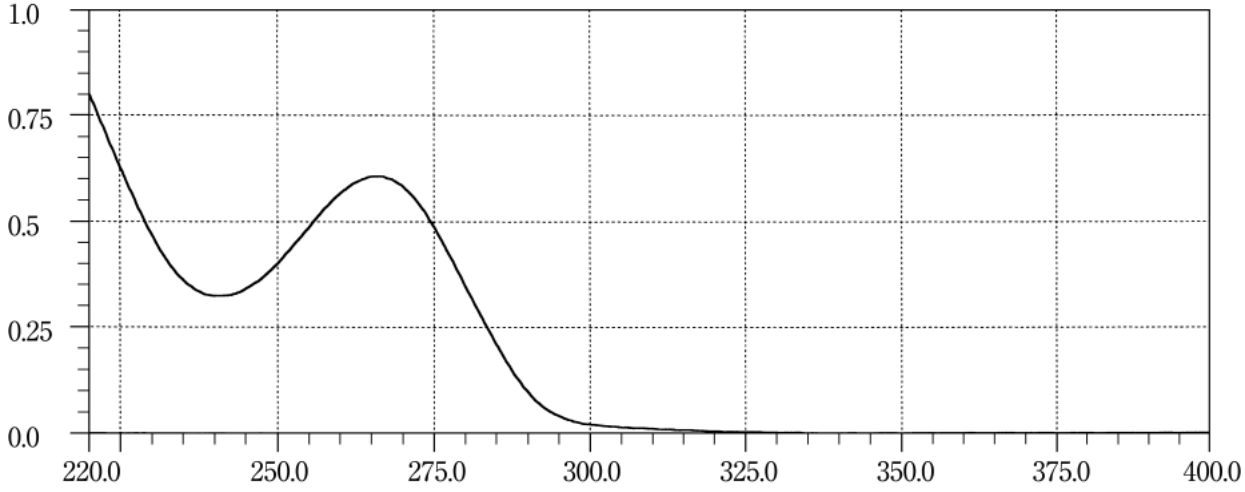
ピンドロール



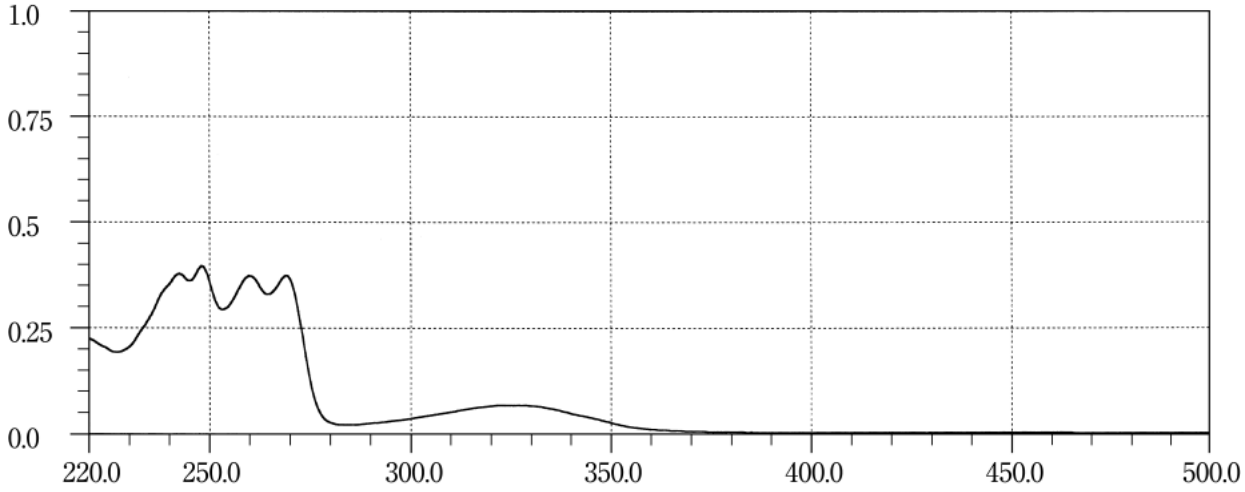
ビンブラスチン硫酸塩



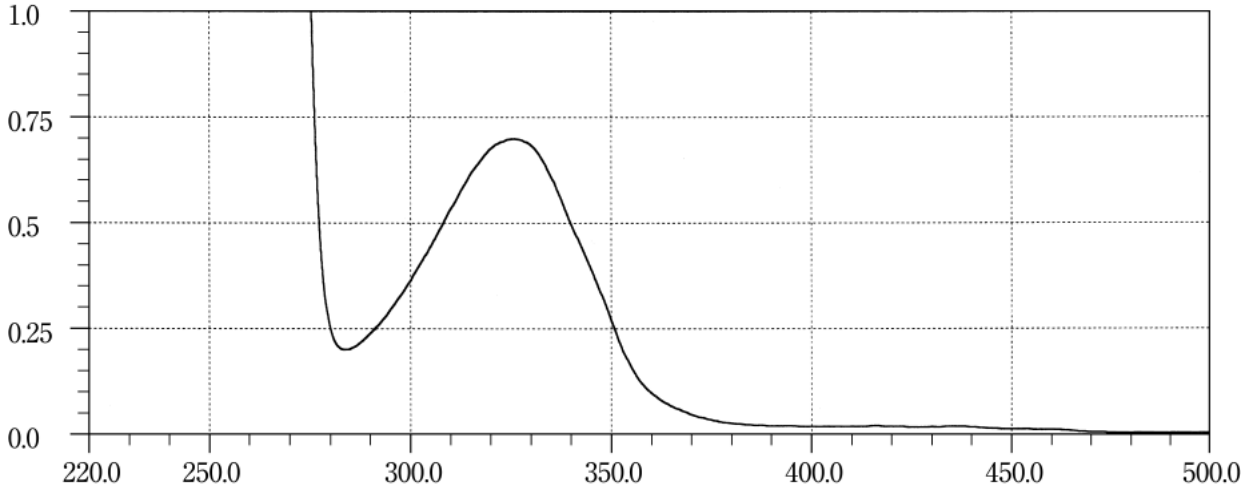
ファモチジン



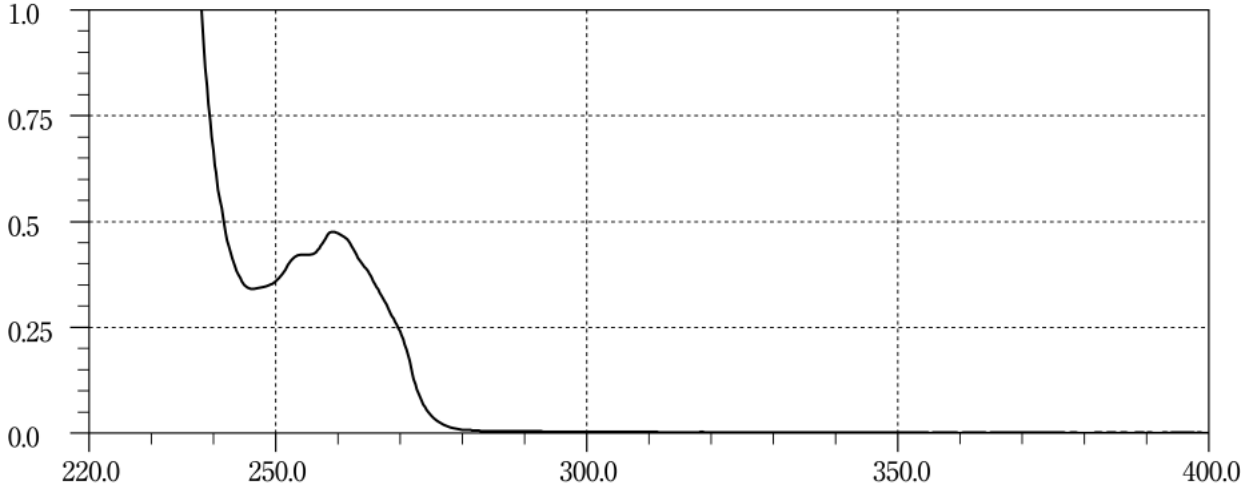
フィトナジオン１



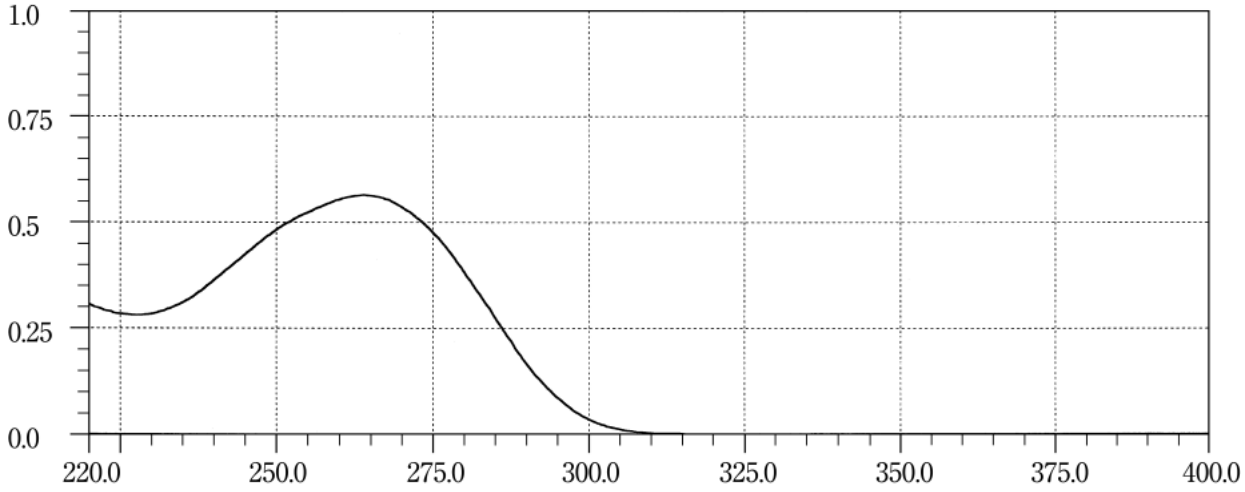
フィトナジオン２



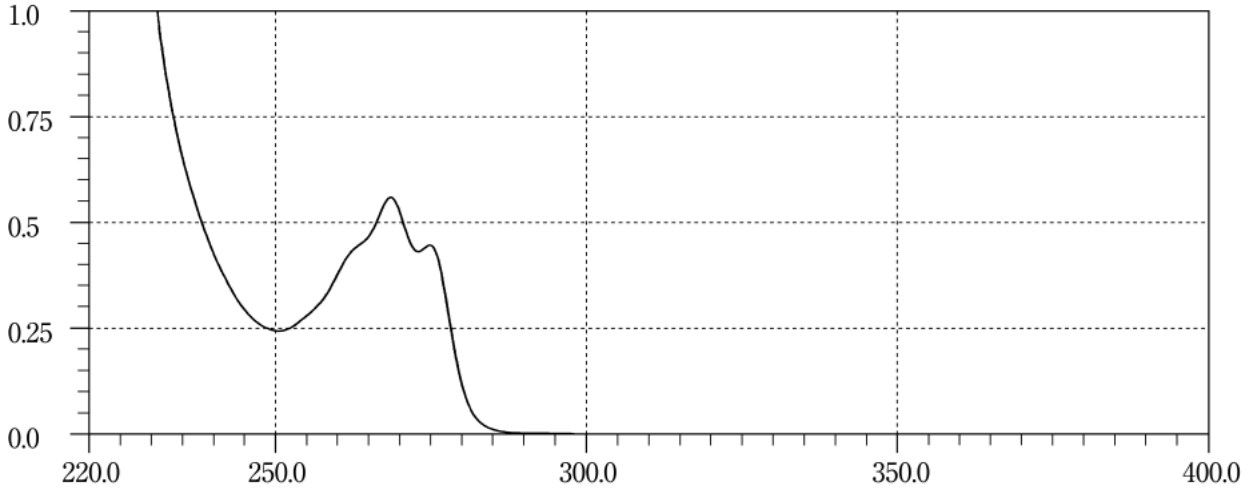
フェキソフェナジン塩酸塩



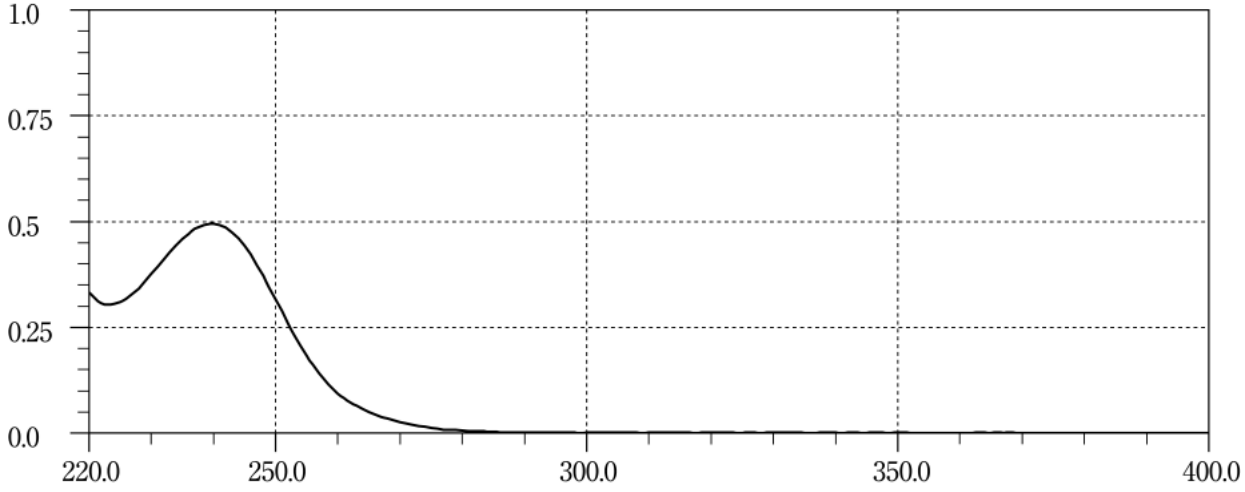
フェニルブタゾン



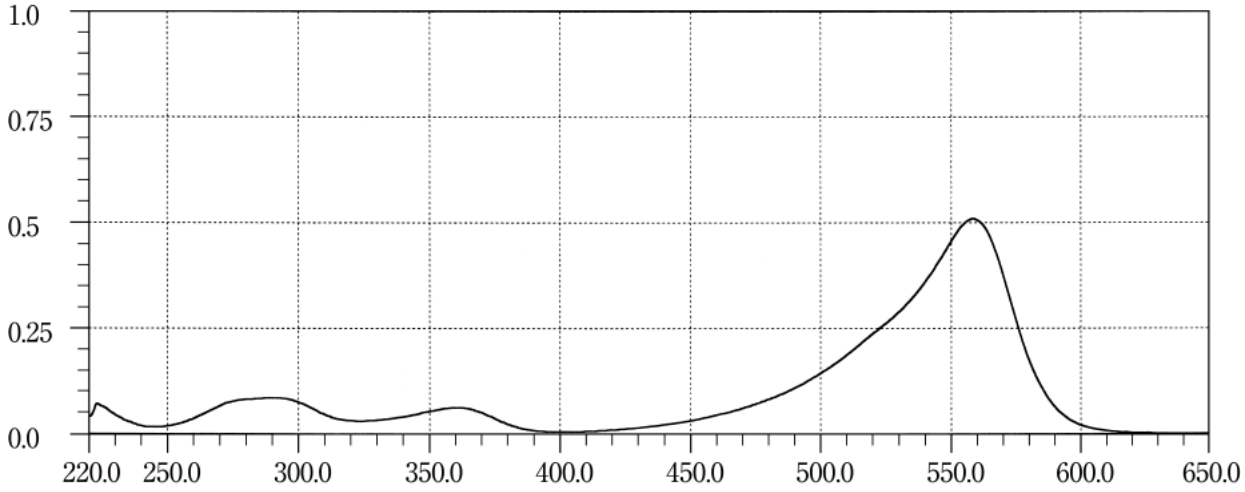
フェネチシリンカリウム



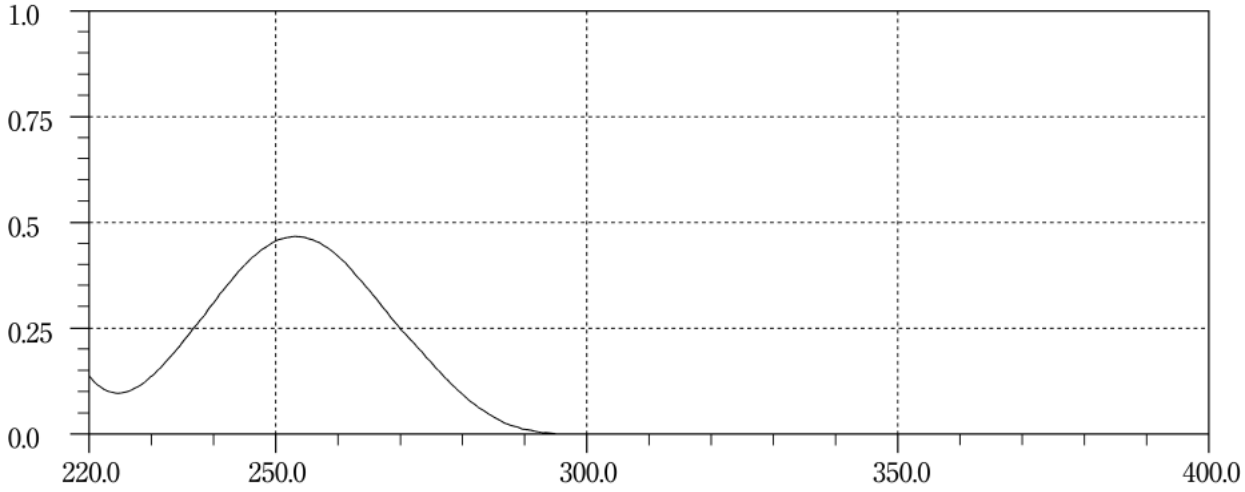
フェノバルビタール



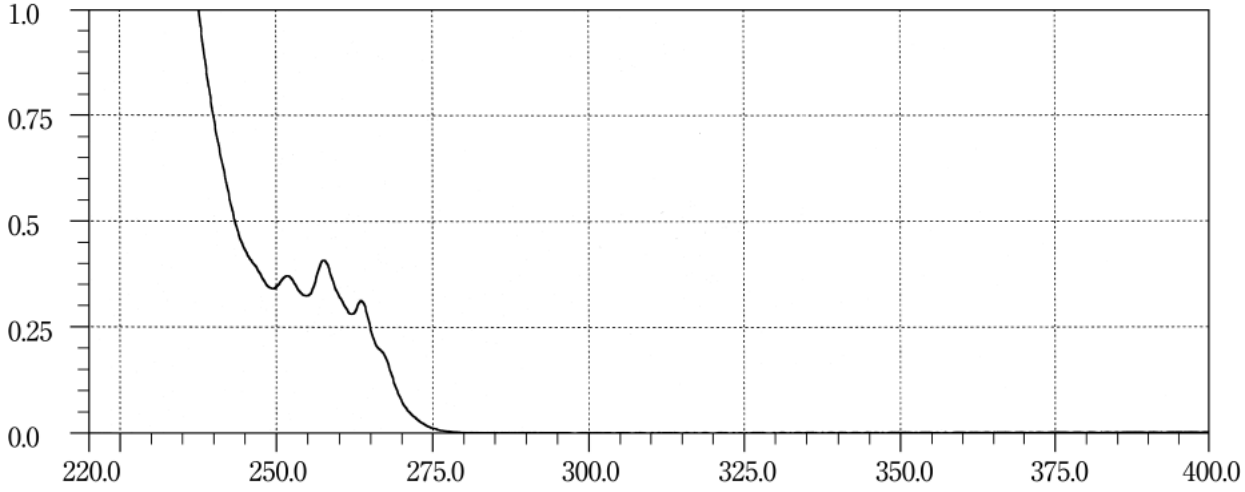
フェノールスルホンフタレイン



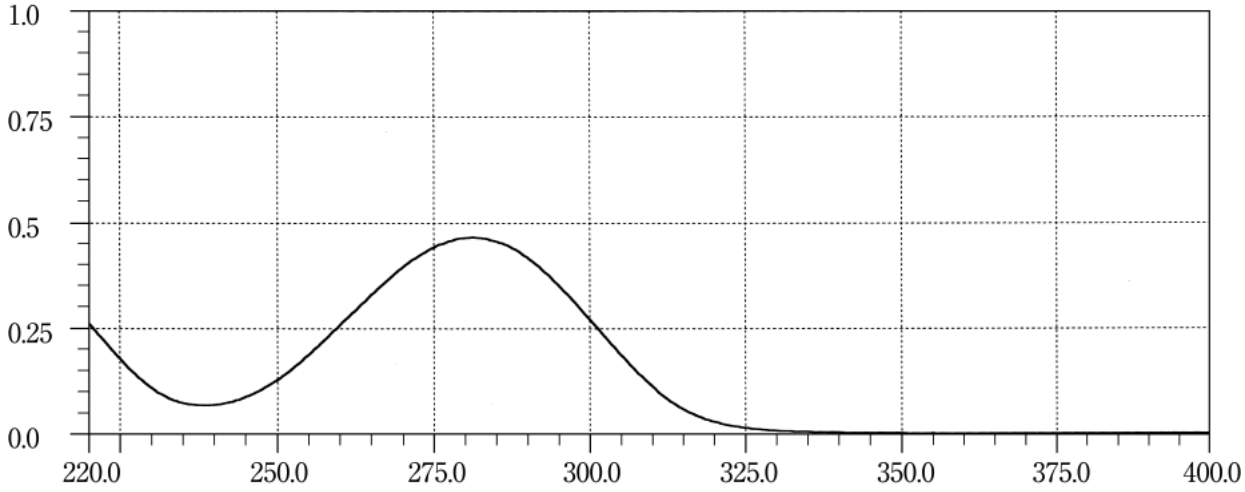
フェルビナク



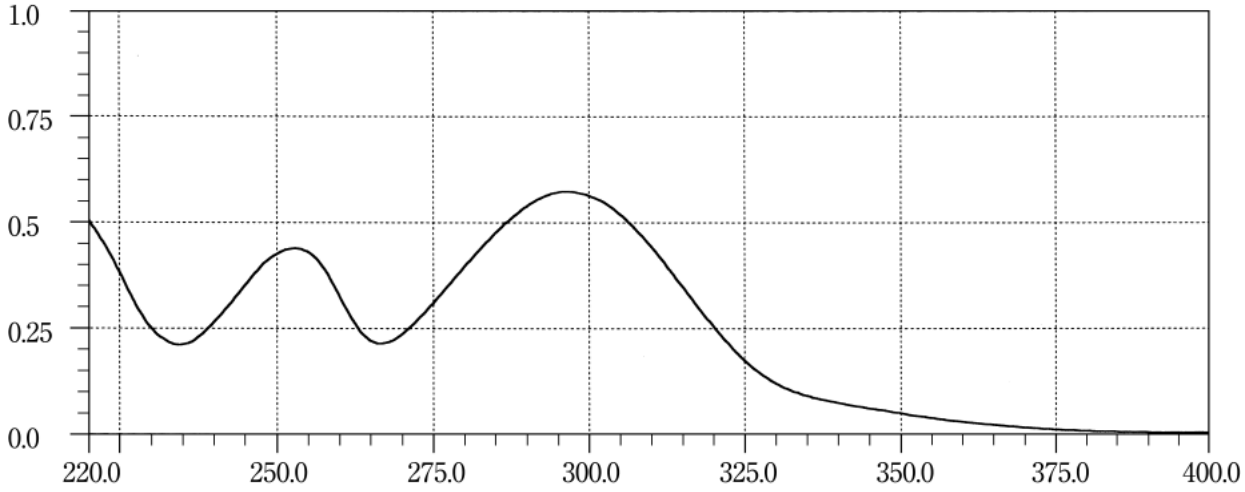
フェンタニルクエン酸塩



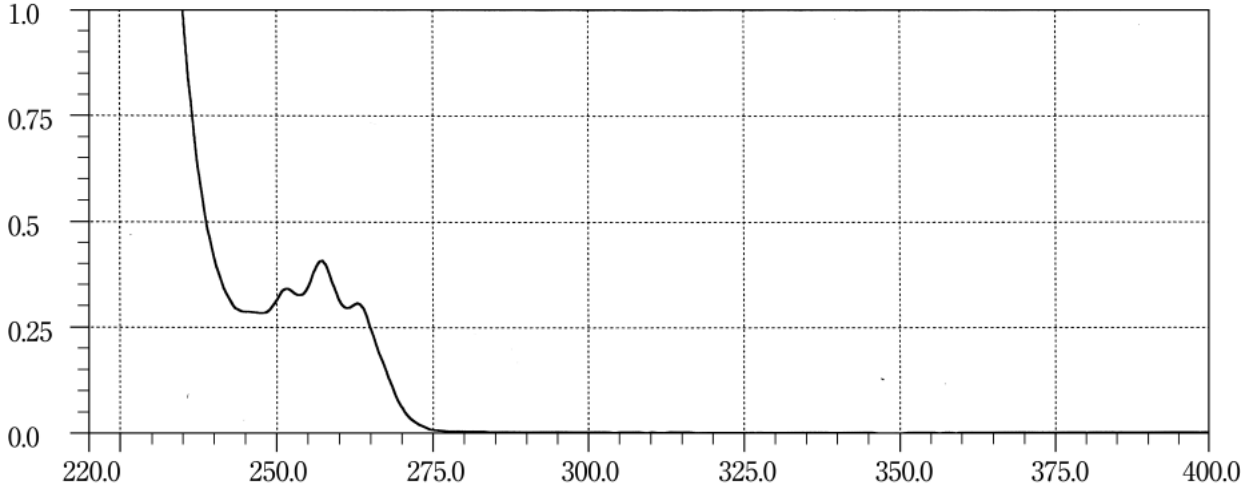
フェンブフェン



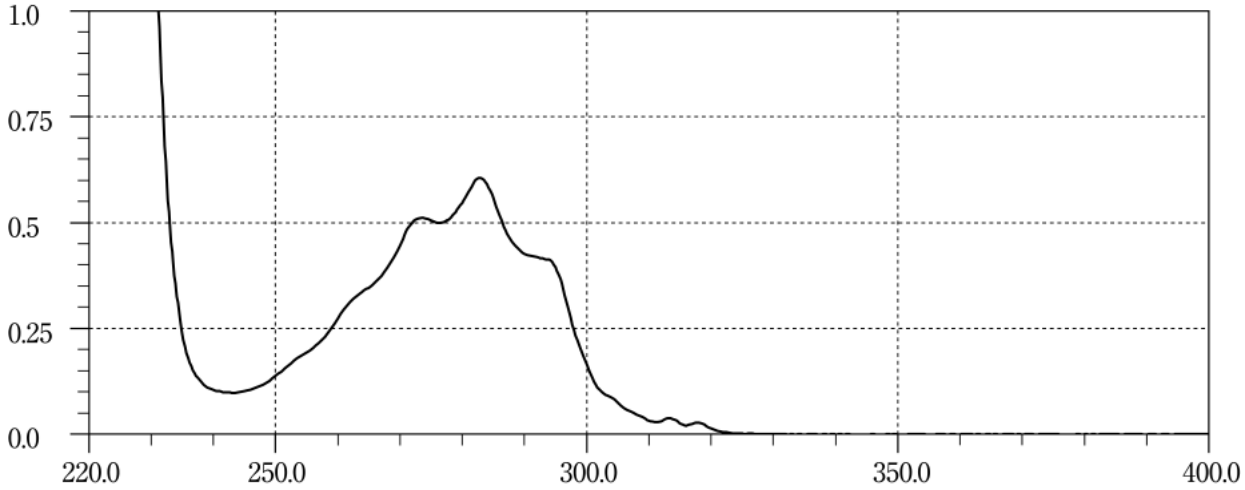
ブクモロール塩酸塩



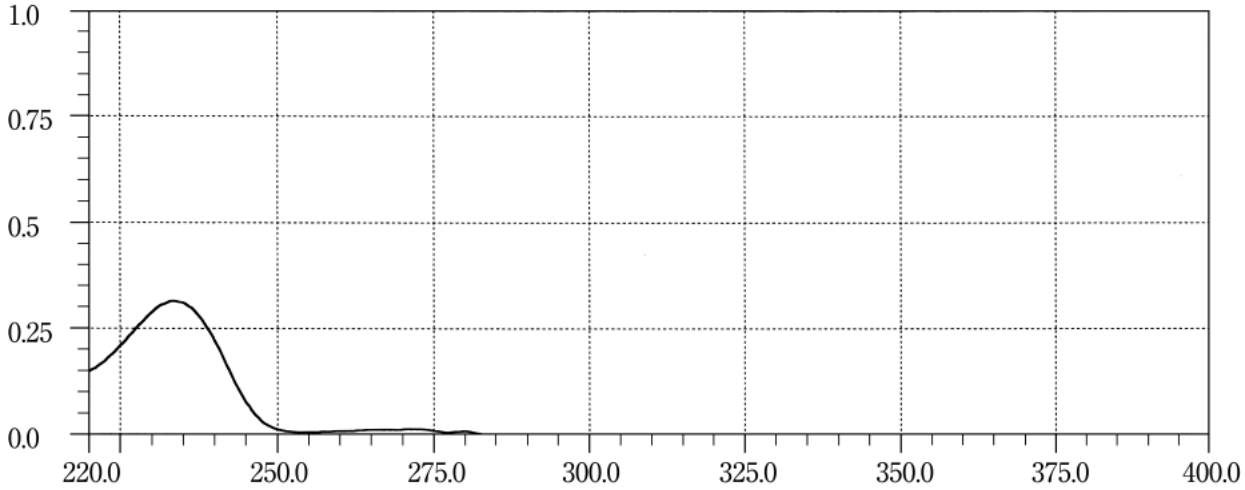
ブチルスコポラミン臭化物



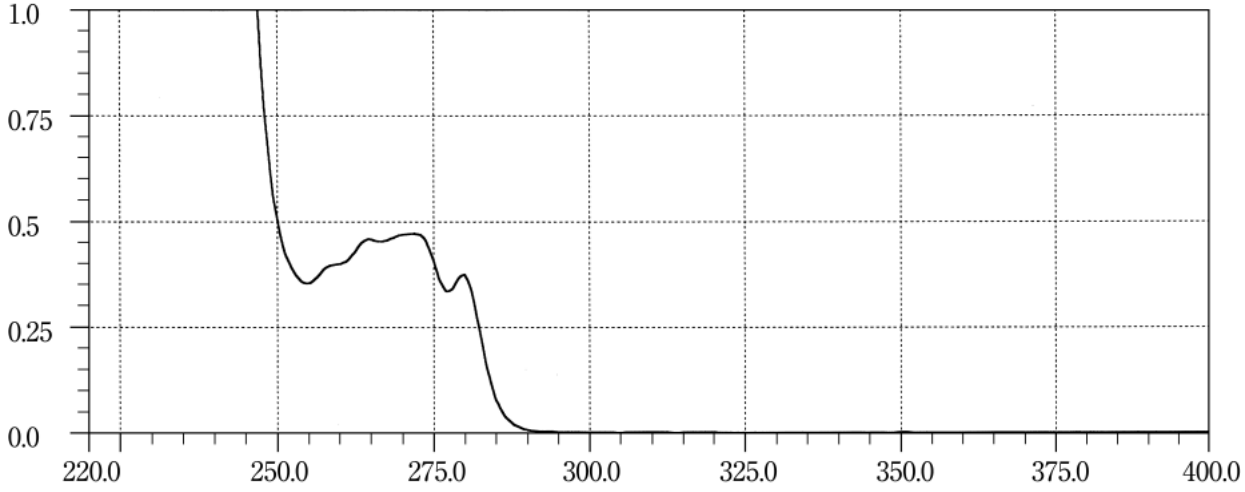
ブテナフィン塩酸塩



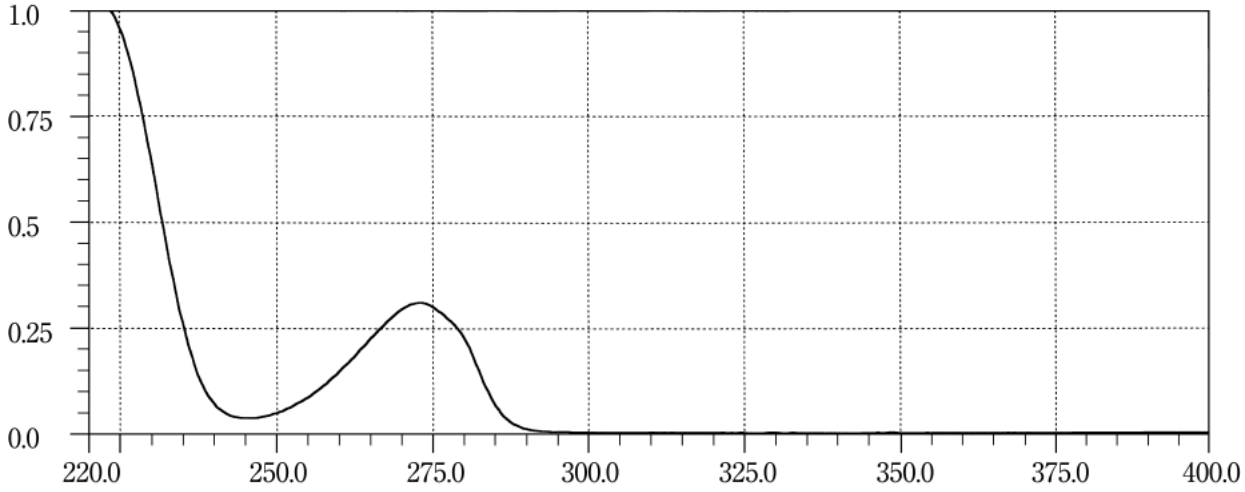
ブトロピウム臭化物 1



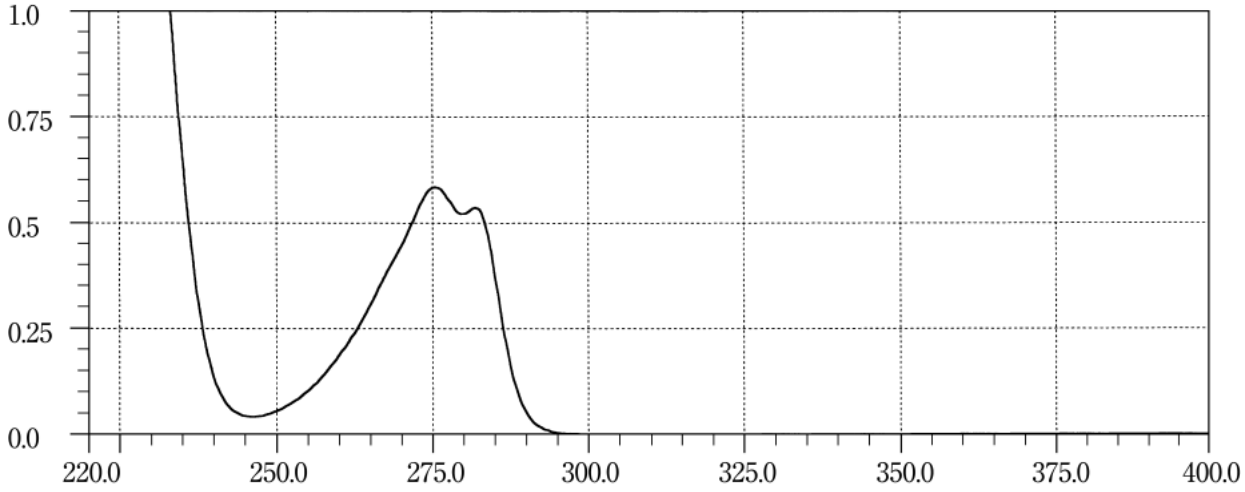
ブトロピウム臭化物 2



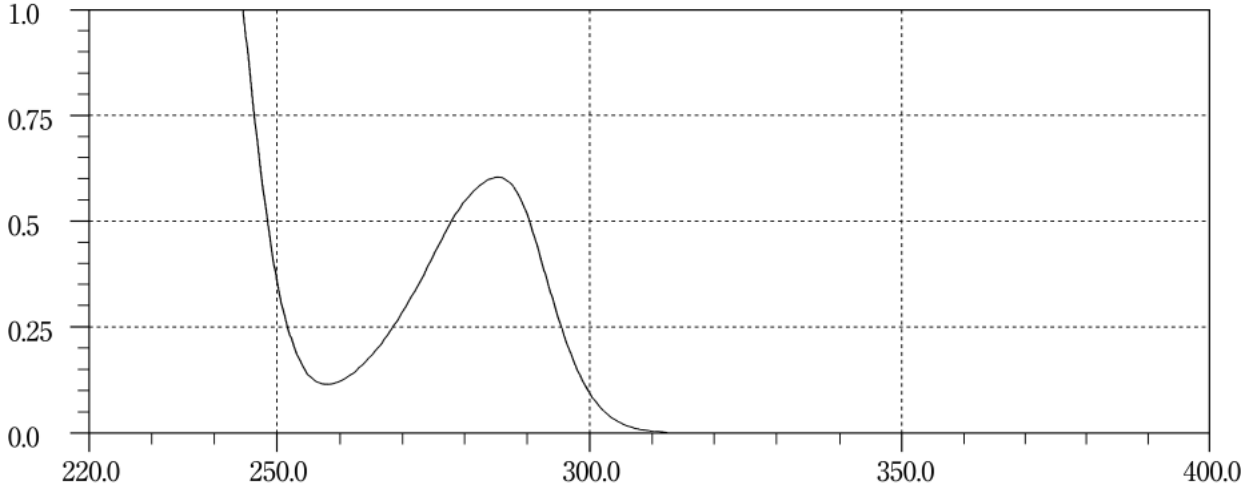
ブフェトロール塩酸塩



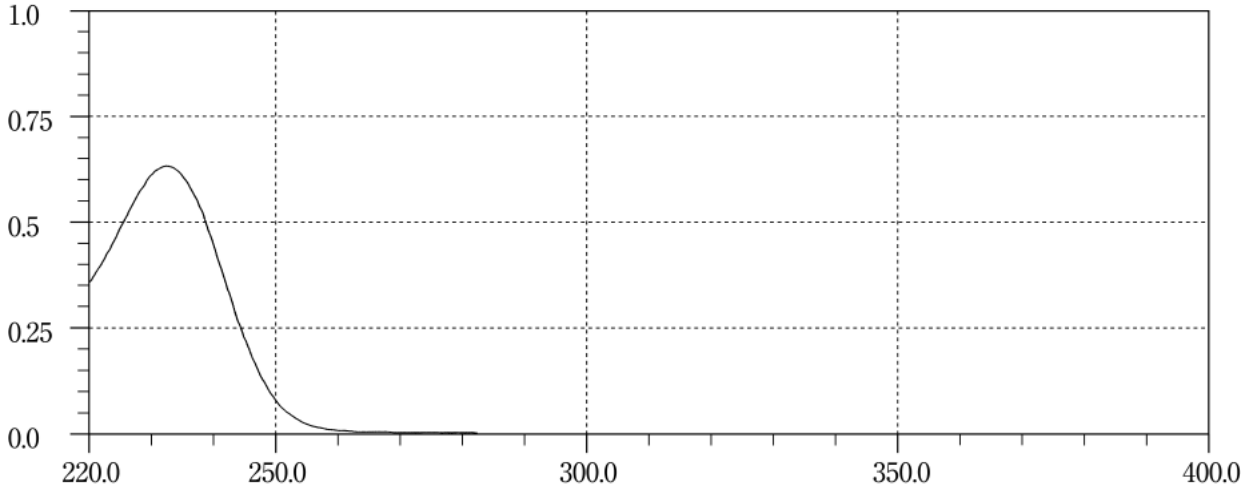
ブプラノロール塩酸塩



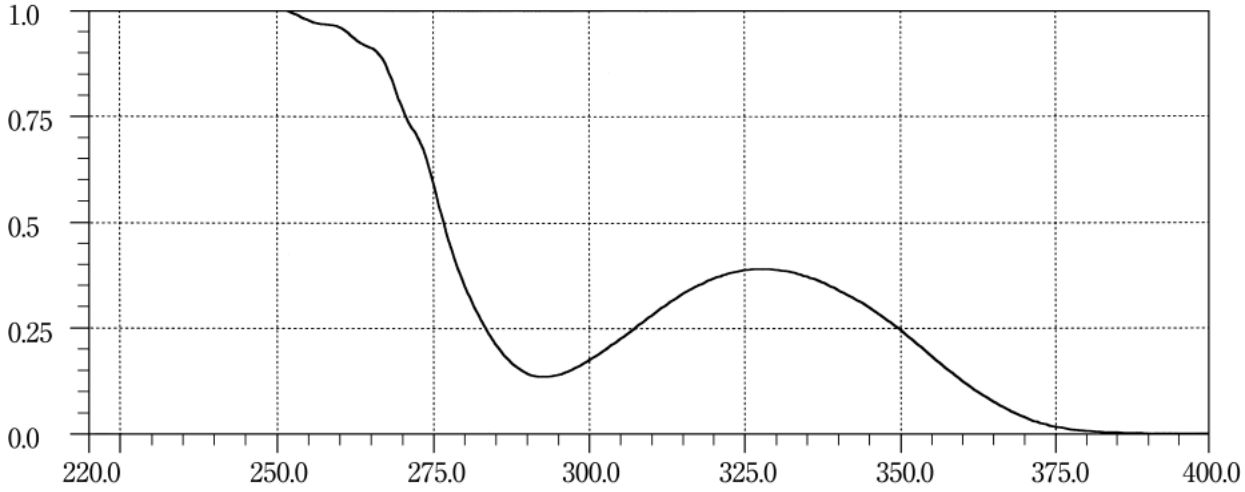
ブプレノルフィン塩酸塩



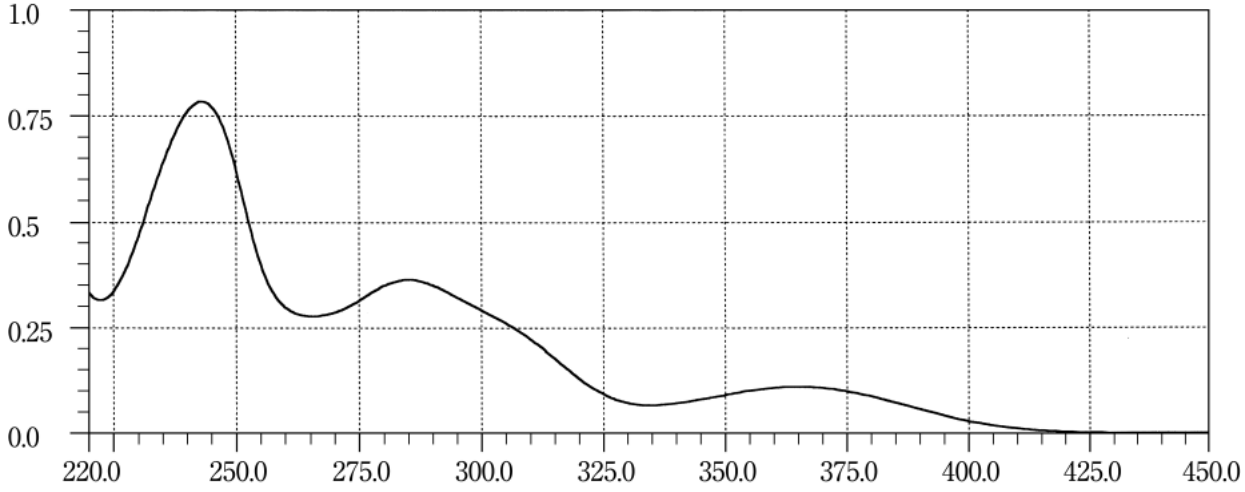
ブホルミン塩酸塩



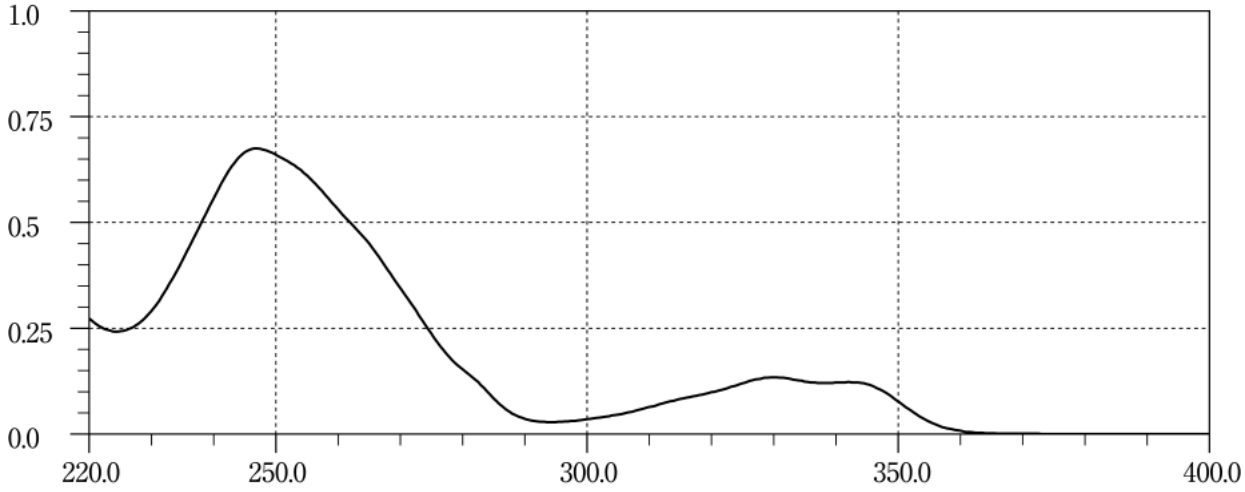
ブメタニド



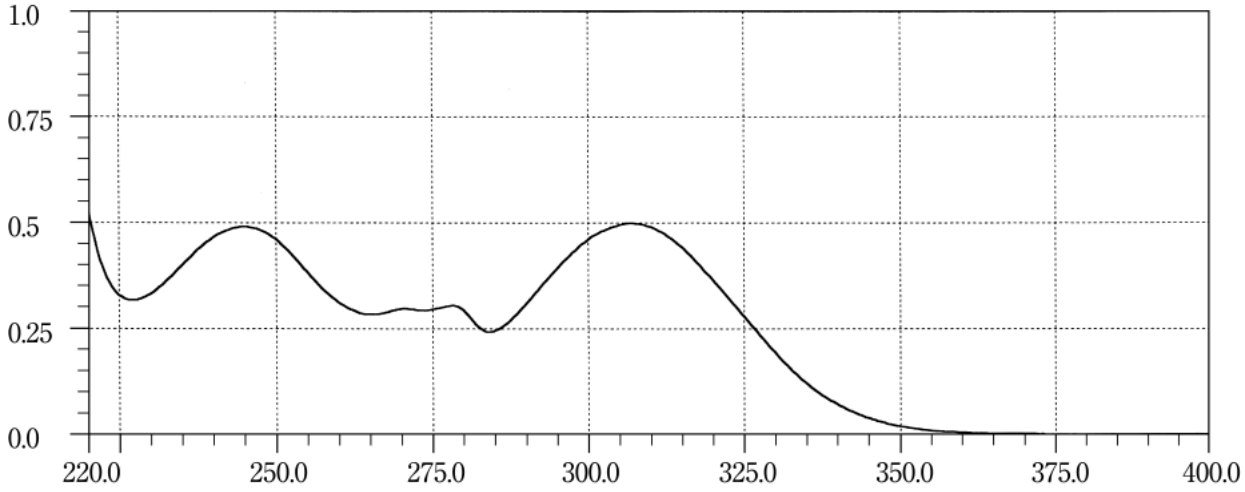
プラゼパム



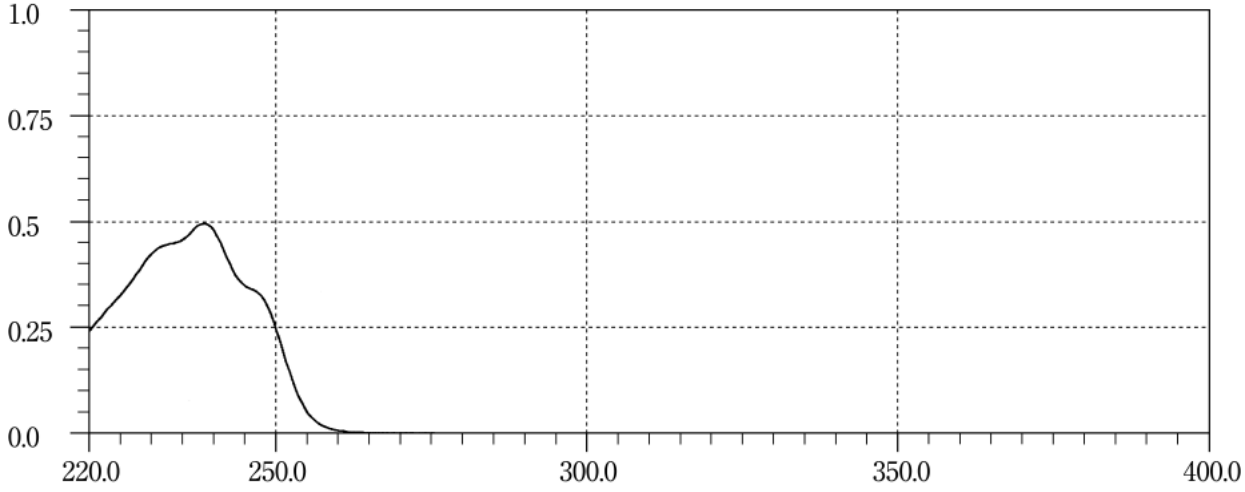
プラゾシン塩酸塩



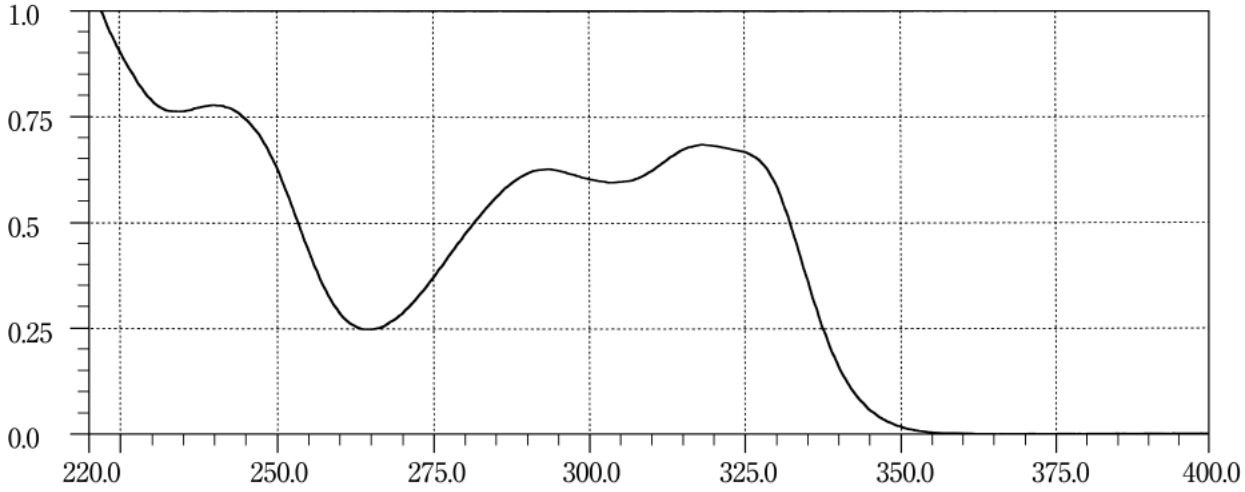
プラノプロフェン



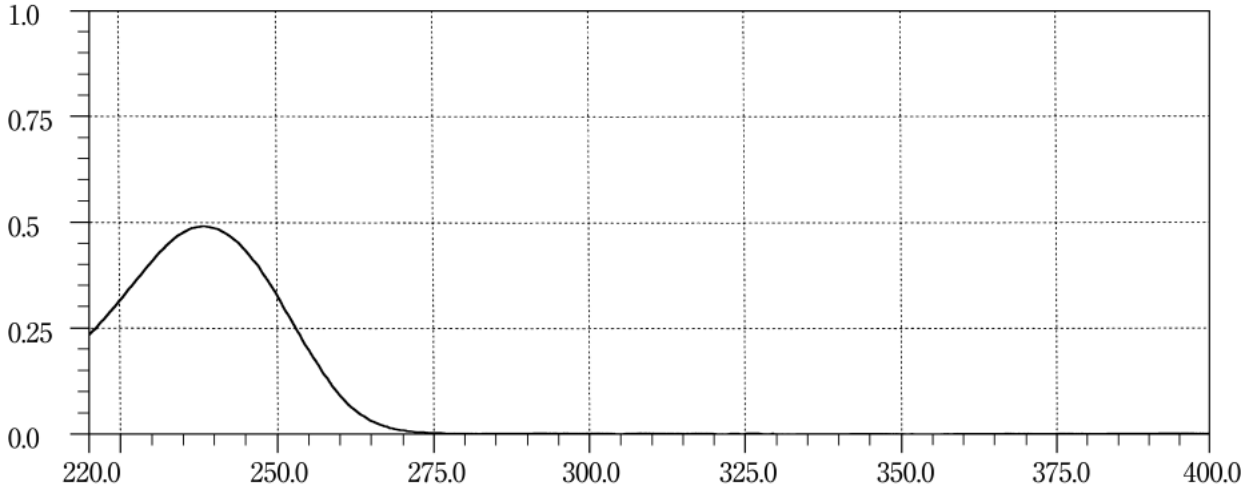
プラバスタチンナトリウム



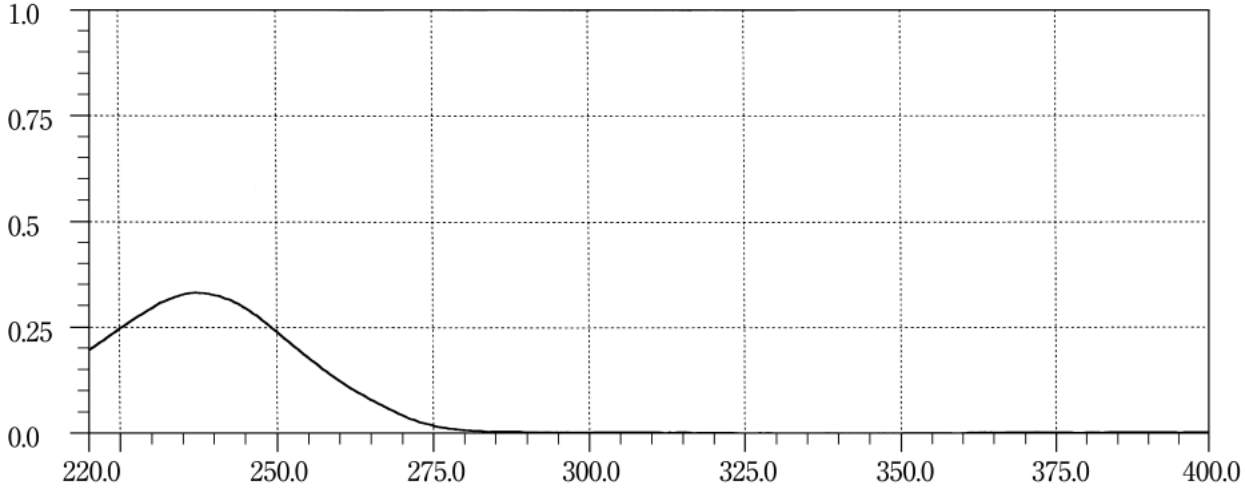
フラボキサート塩酸塩



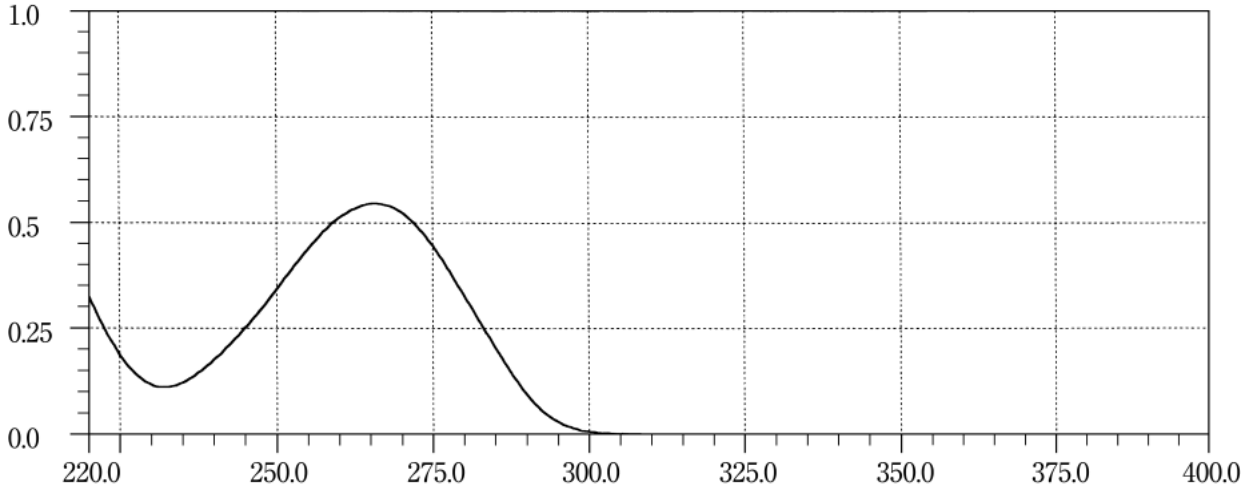
フルオキシメステロン



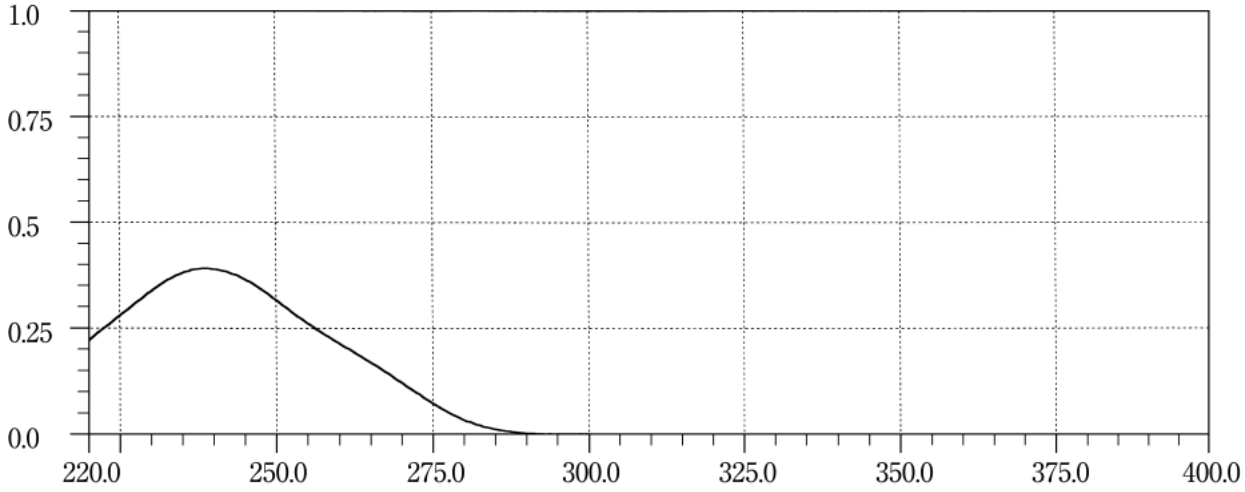
フルオシノニド



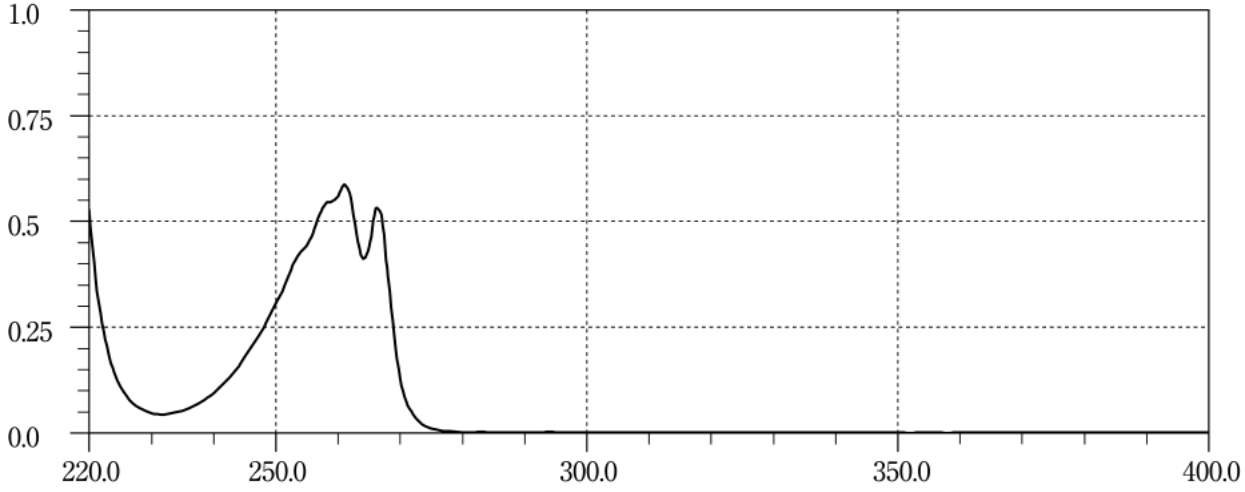
フルオロウラシル



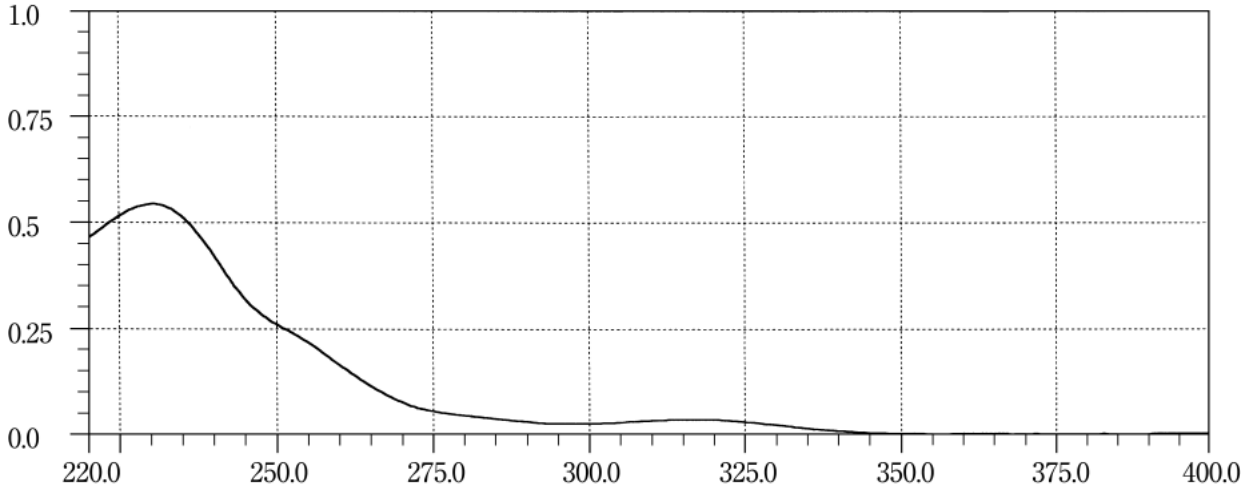
フルオロメトロン



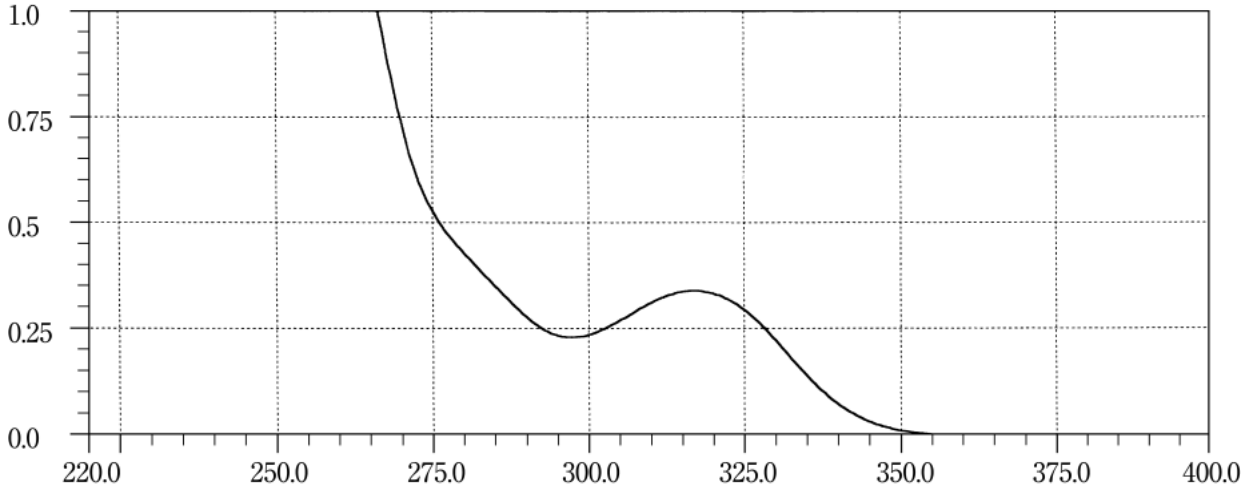
フルコナゾール



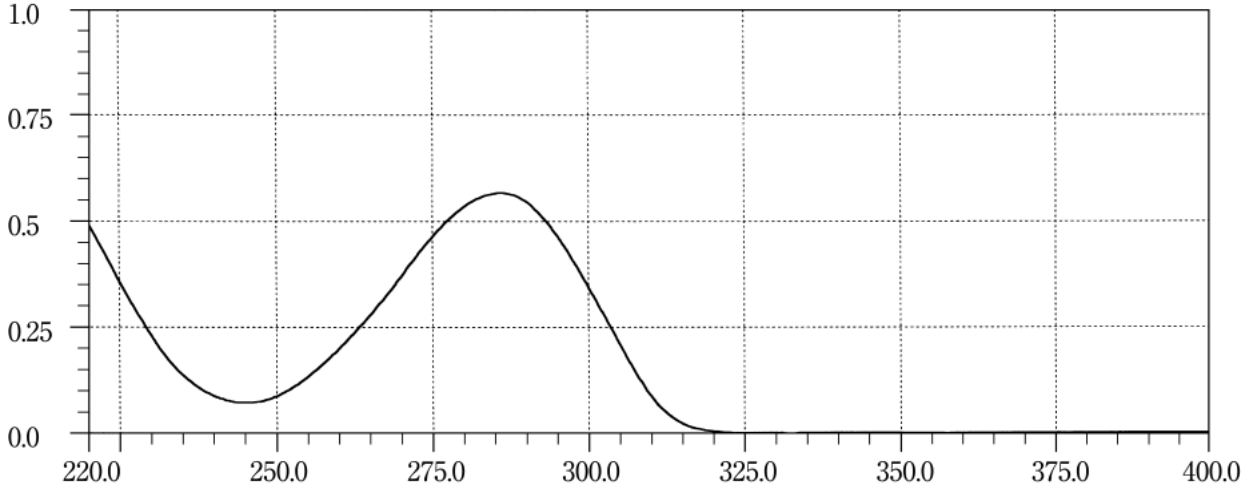
フルジアゼパム 1



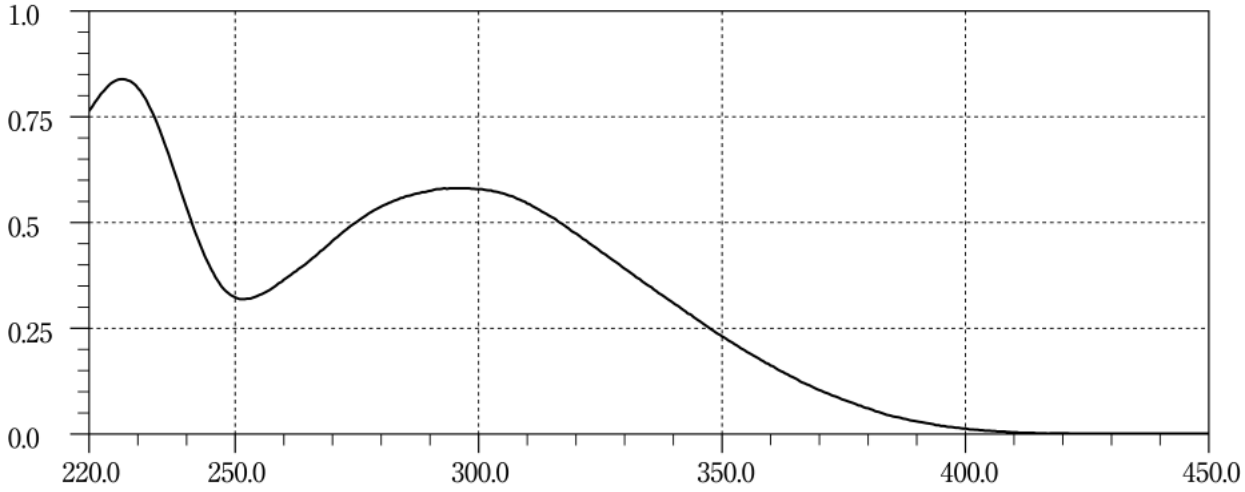
フルジアゼパム 2



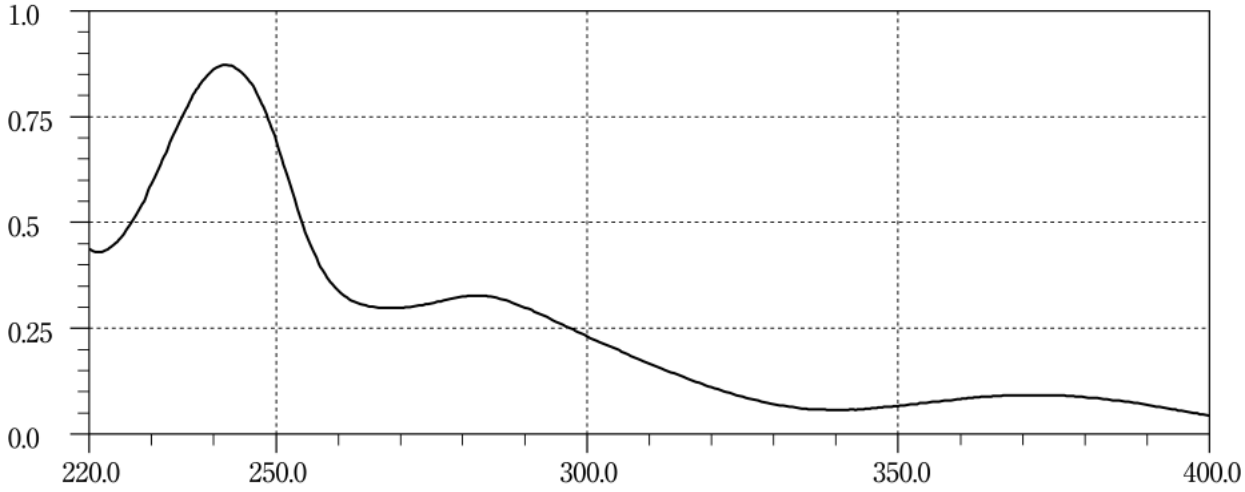
フルシトシン



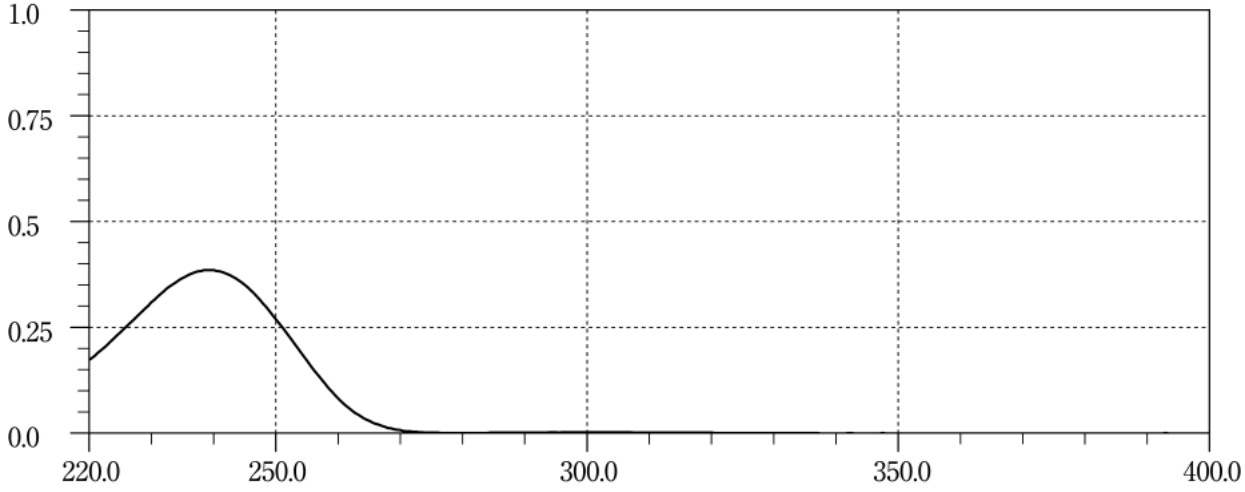
フルタミド



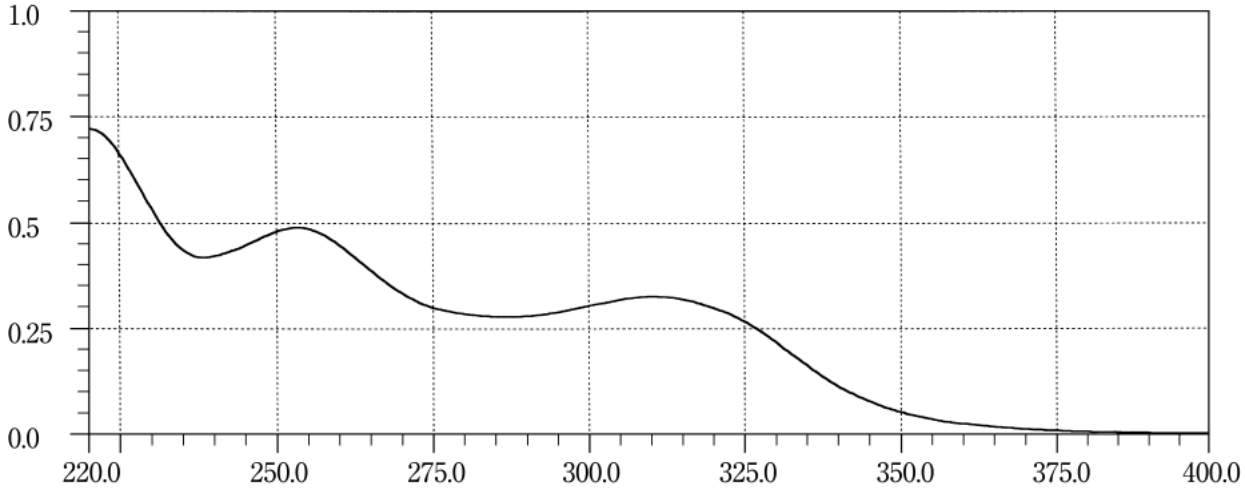
フルトプラゼパム



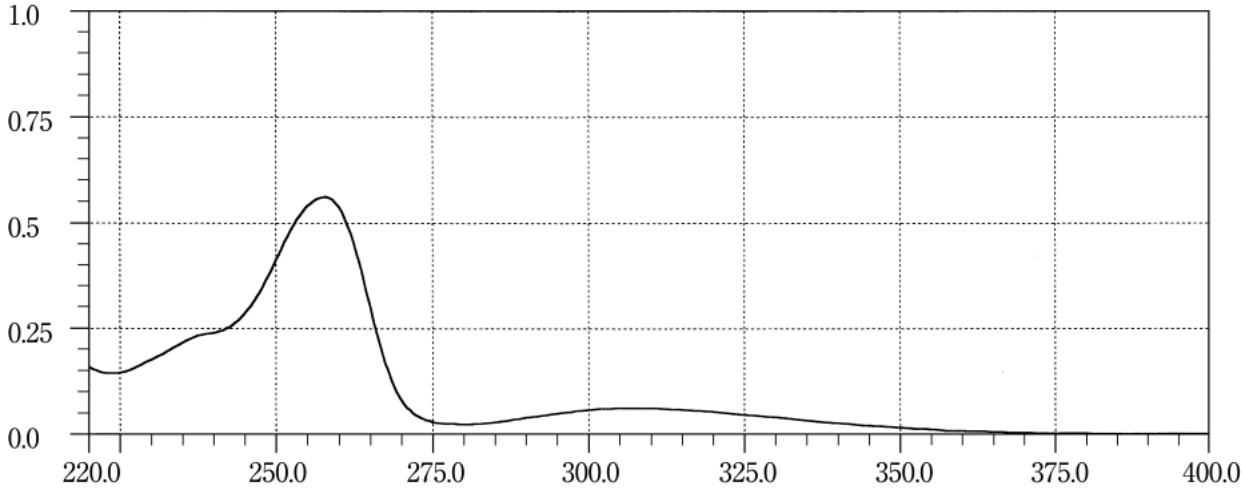
フルドロコルチゾン酢酸エステル



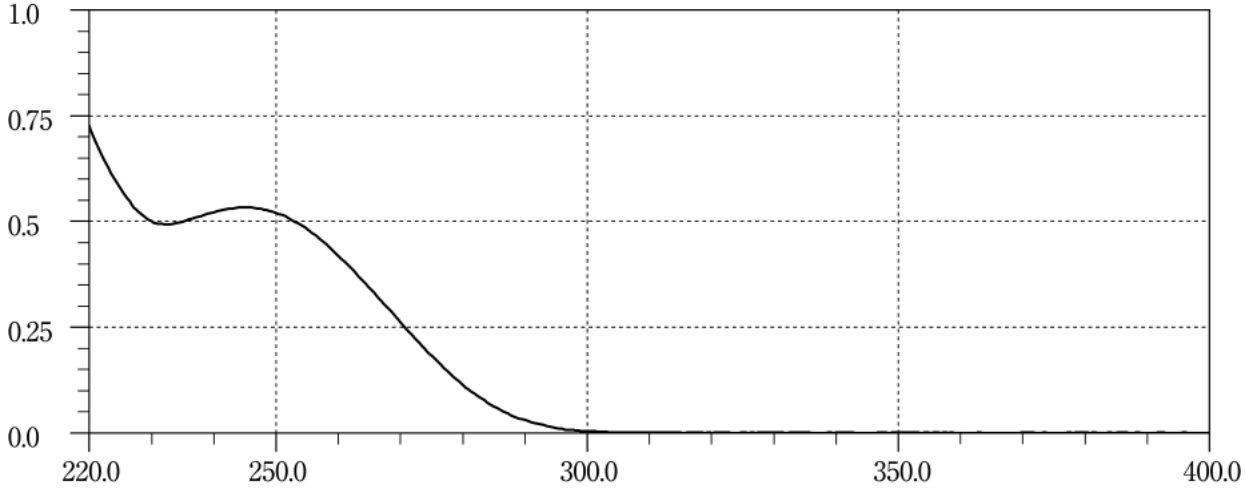
フルニトラゼパム



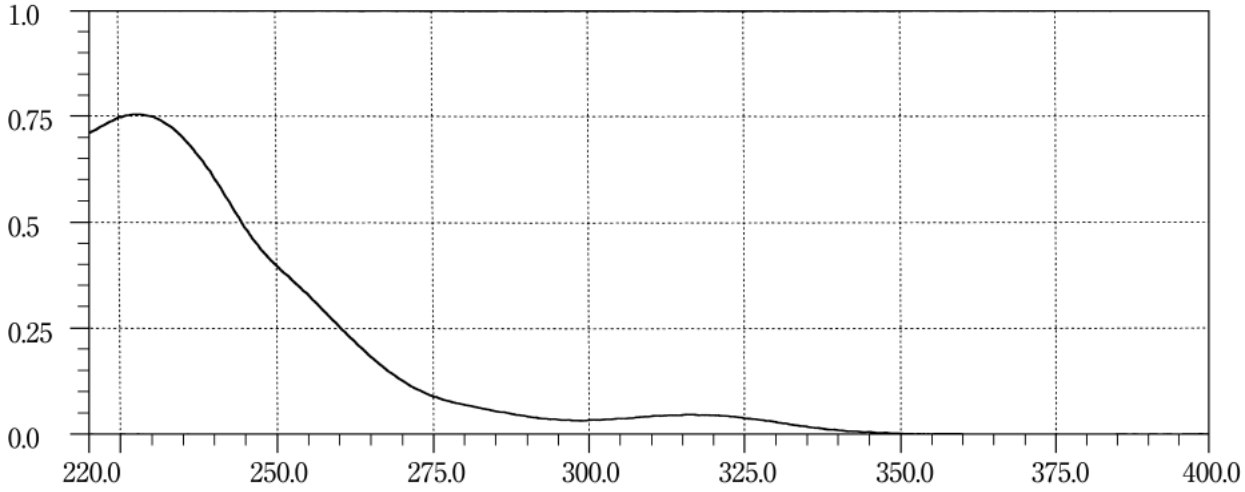
フルフェナジンエナント酸エステル



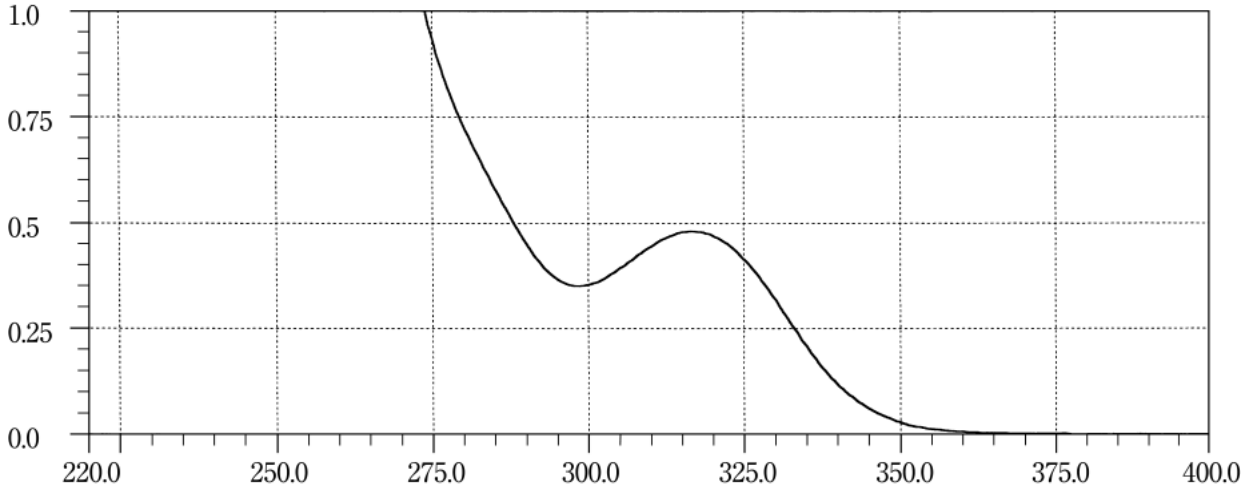
フルボキサミンマレイン酸塩



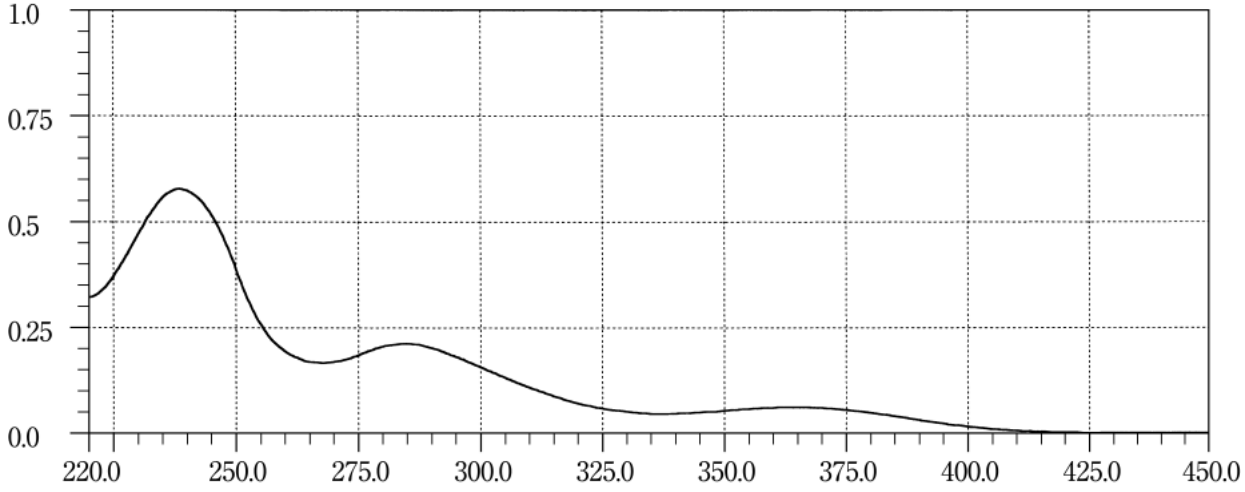
フルラゼパム 1



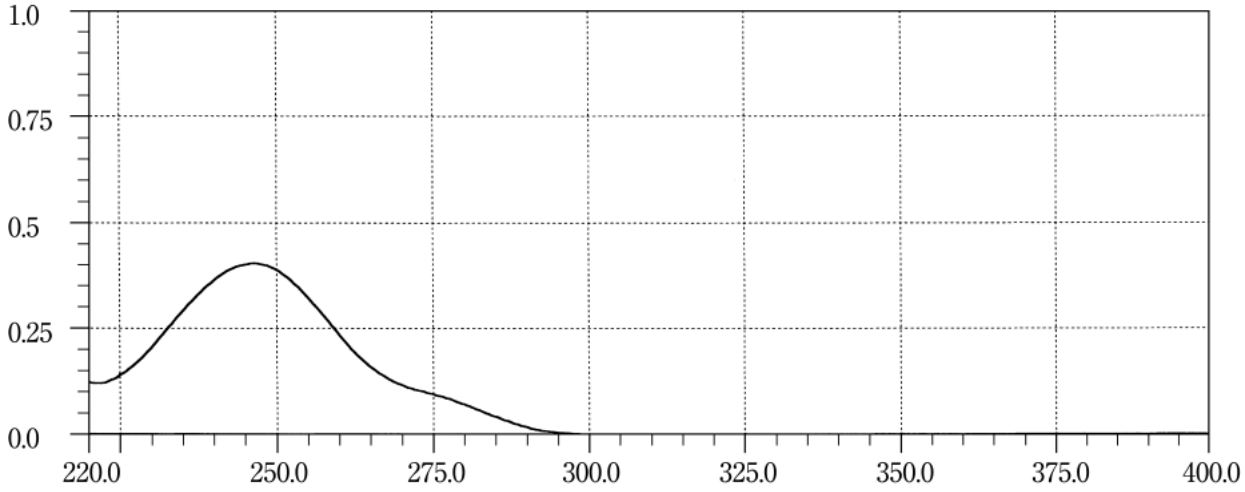
フルラゼパム 2



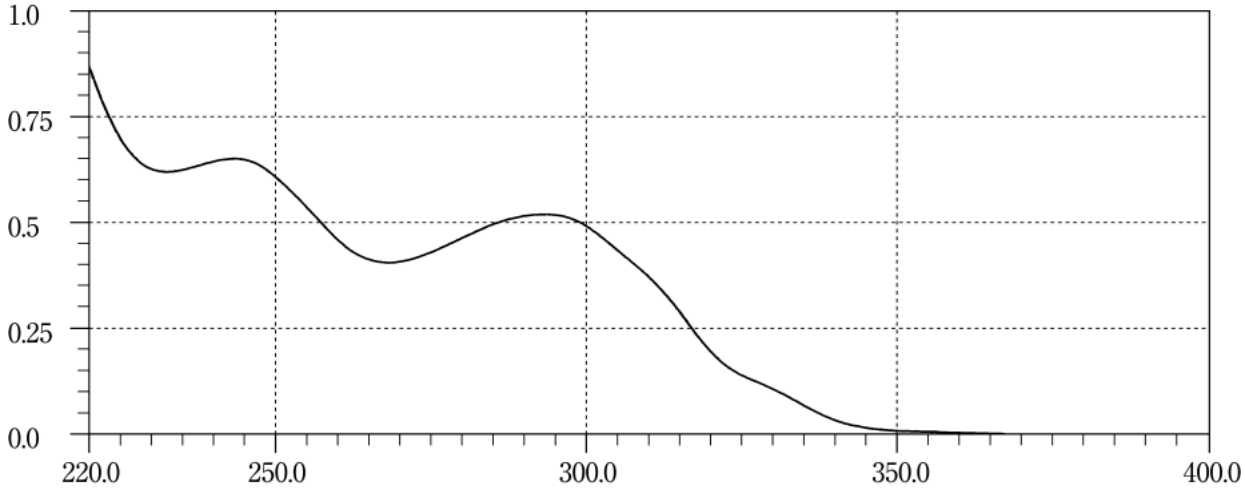
フルラゼパム塩酸塩



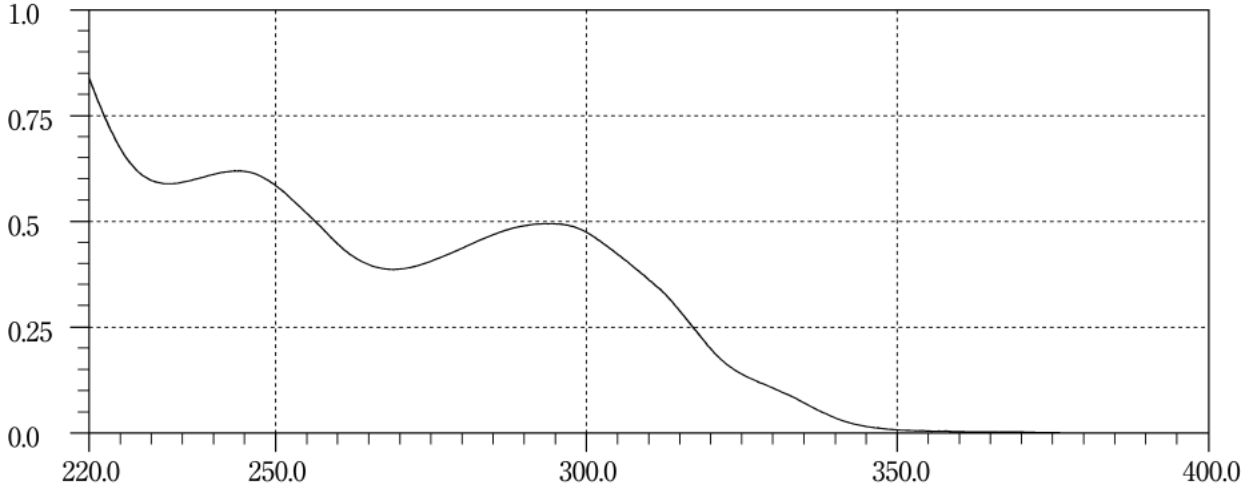
フルルビプロフェン



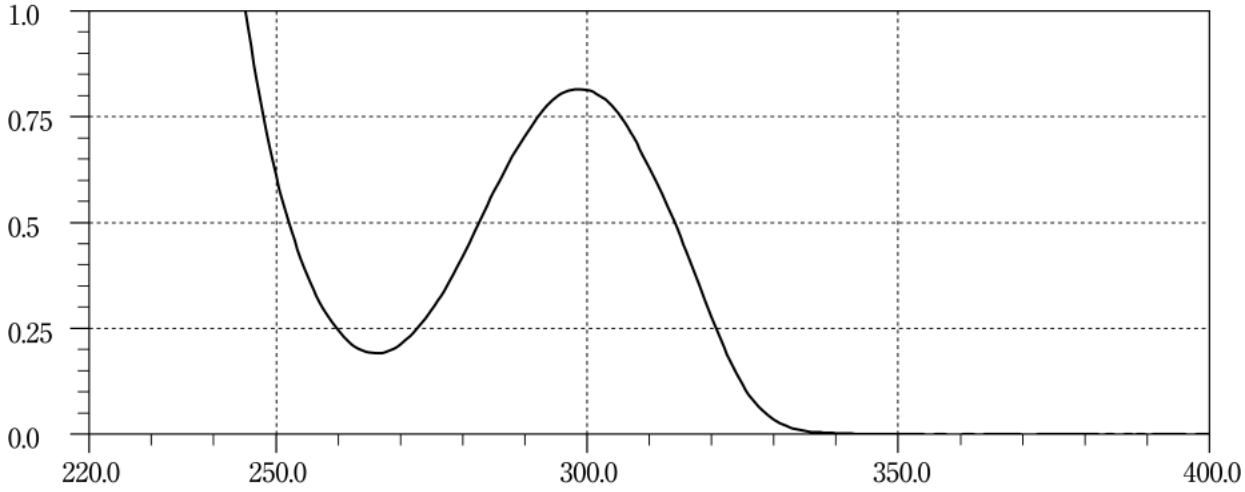
ブレオマイシン塩酸塩



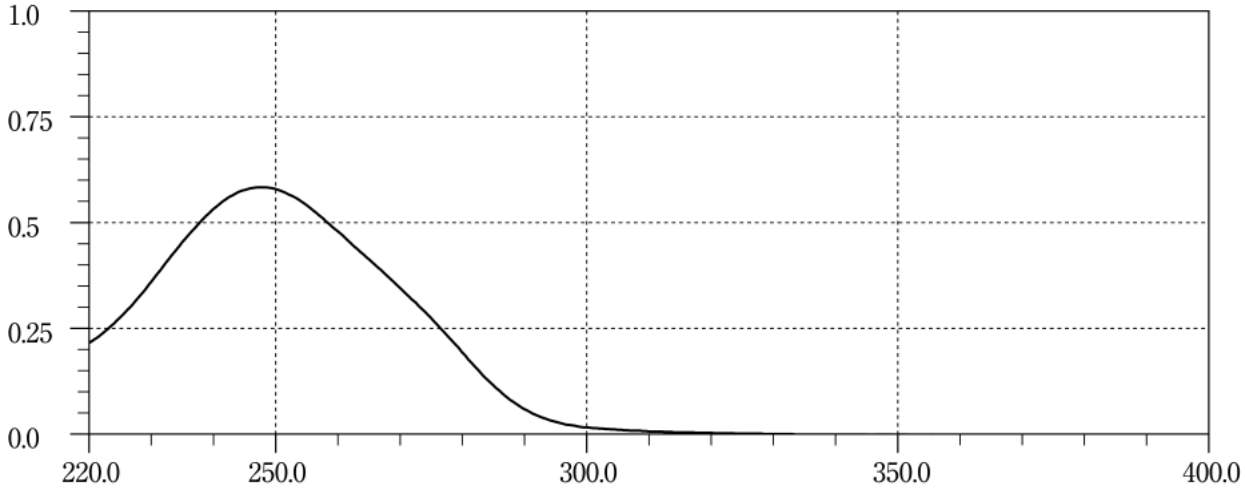
ブレオマイシン硫酸塩



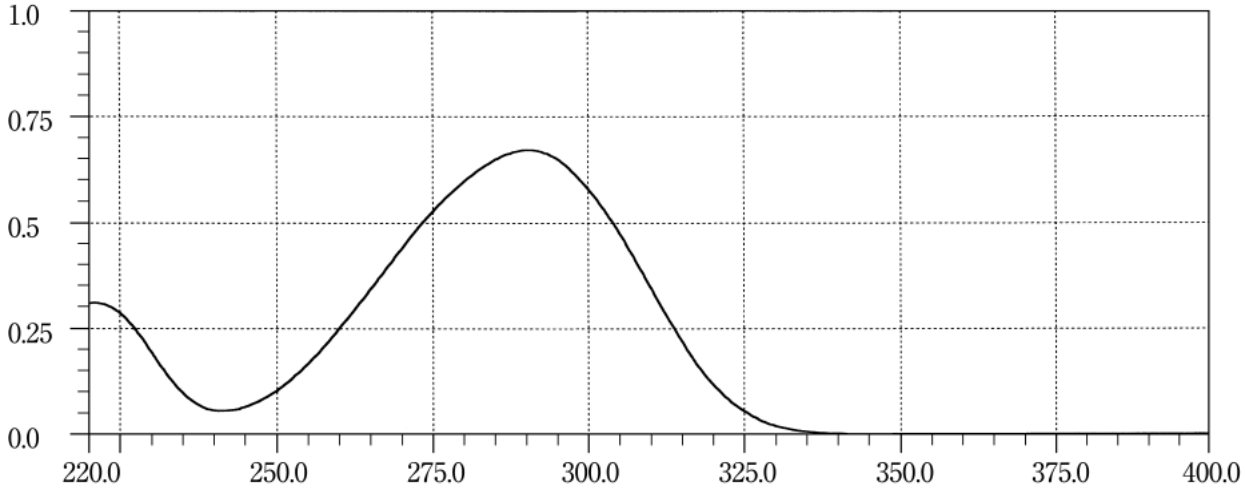
フレカイニド酢酸塩



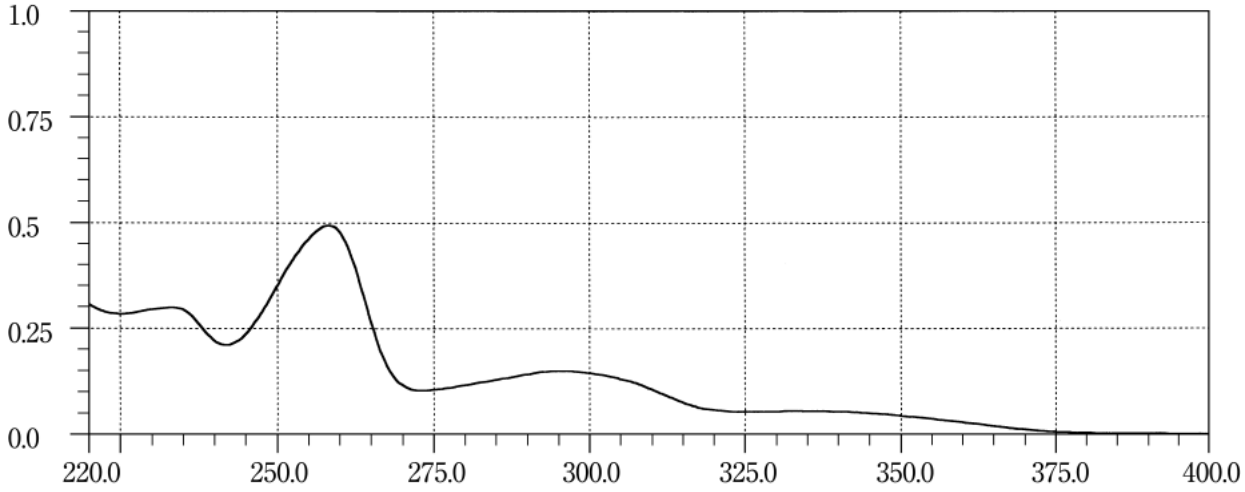
プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム



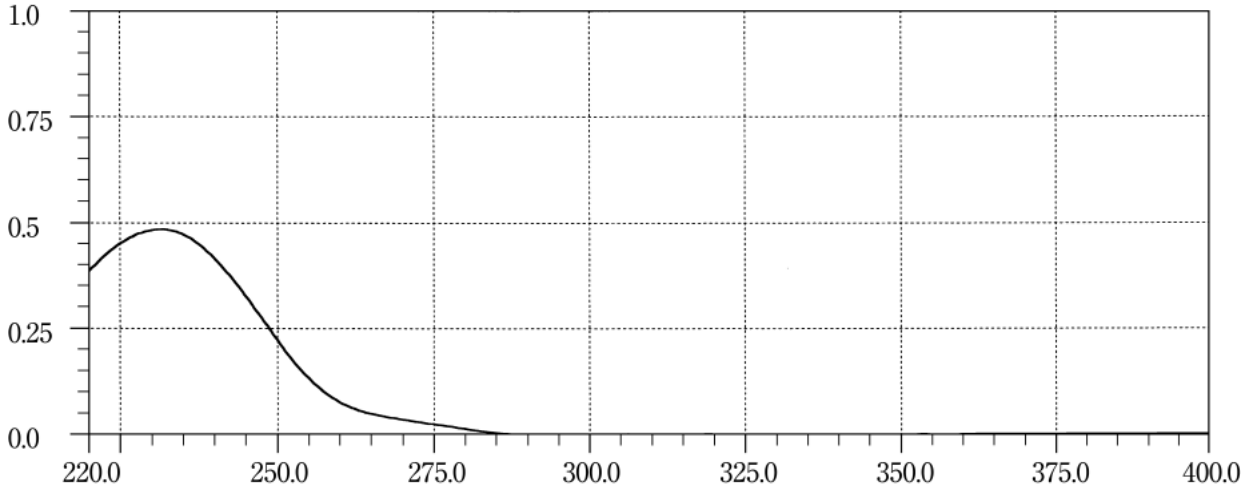
プロカイン塩酸塩



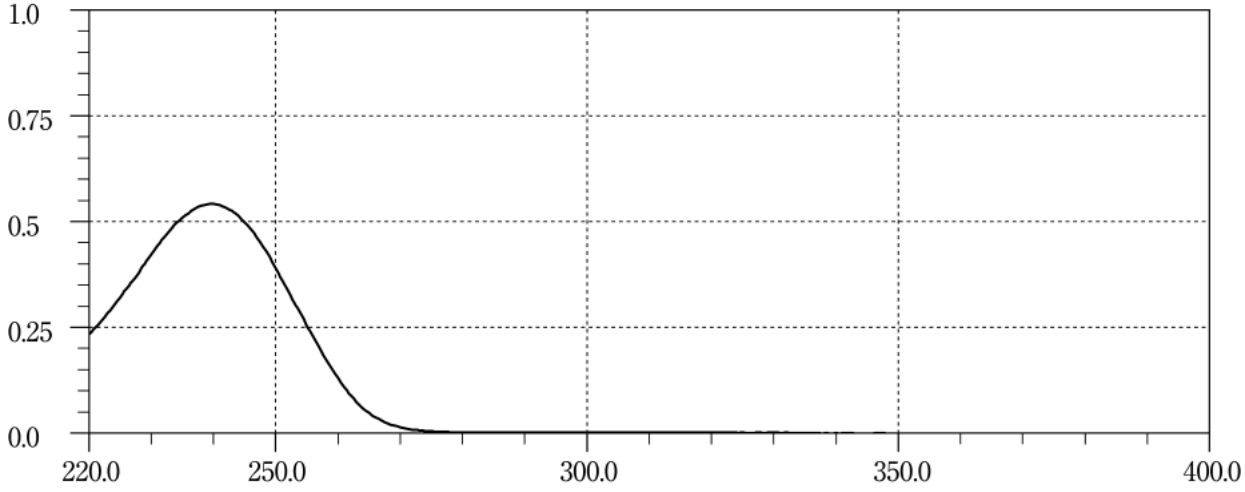
プロカテロール塩酸塩水和物



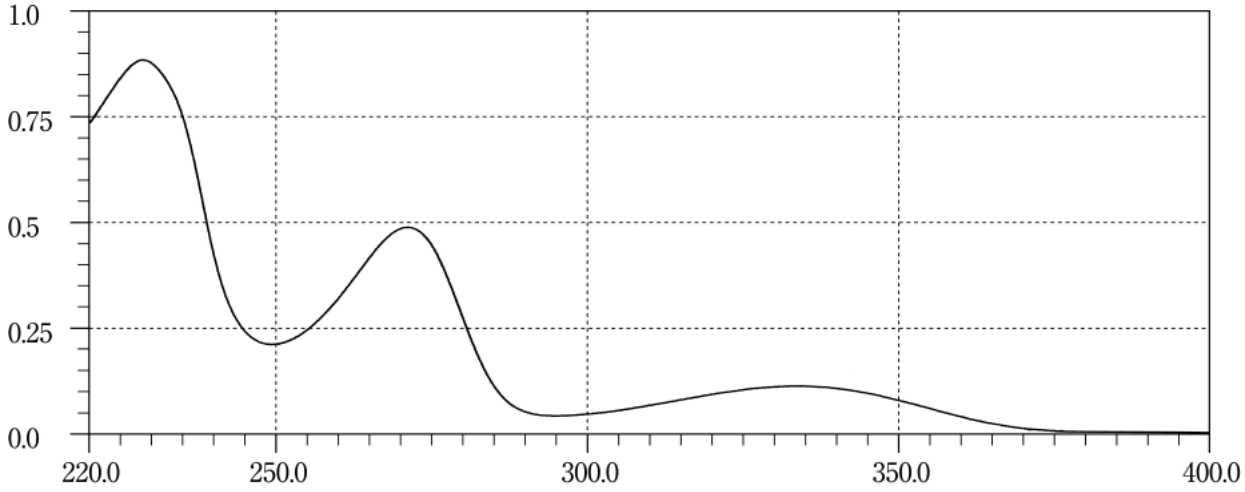
プロカルバジン塩酸塩



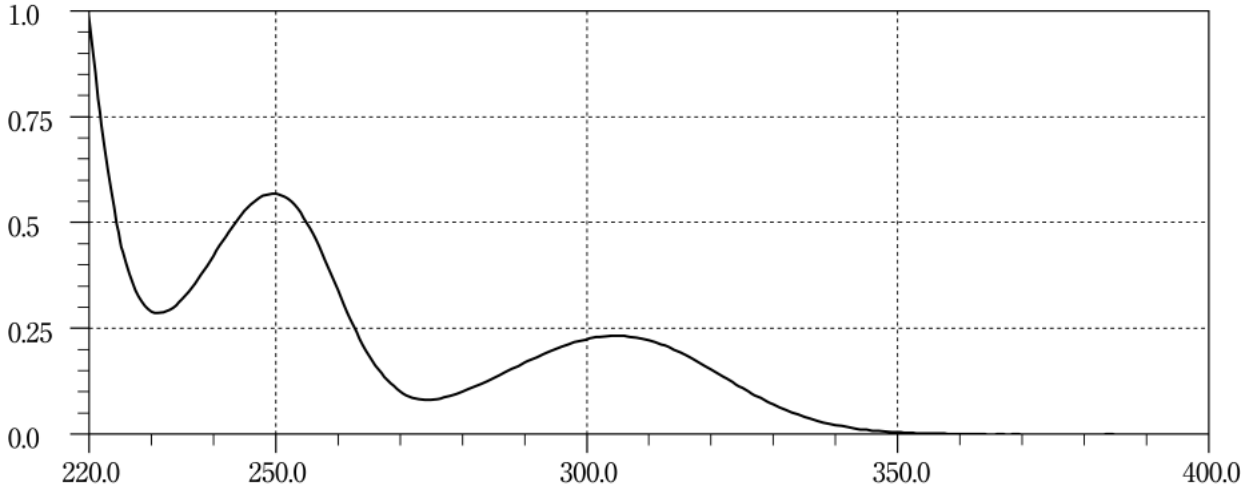
プロゲステロン



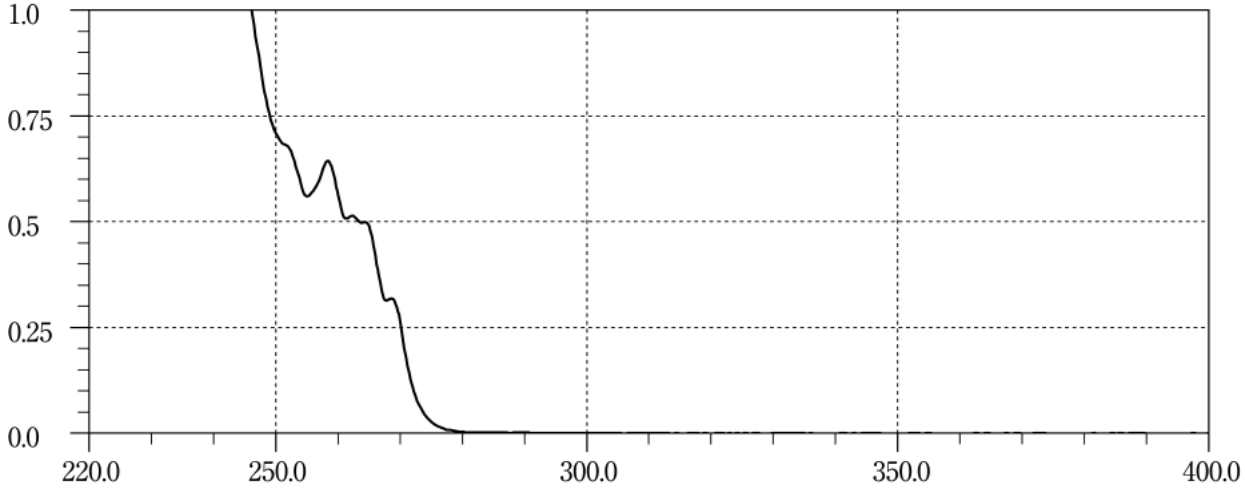
フロセミド



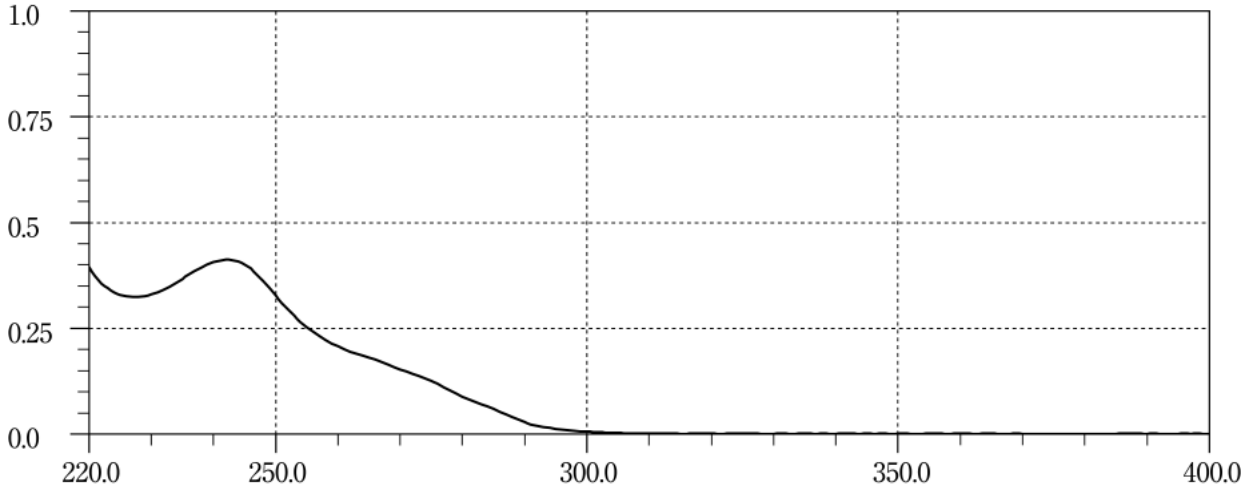
プロパフェノン塩酸塩



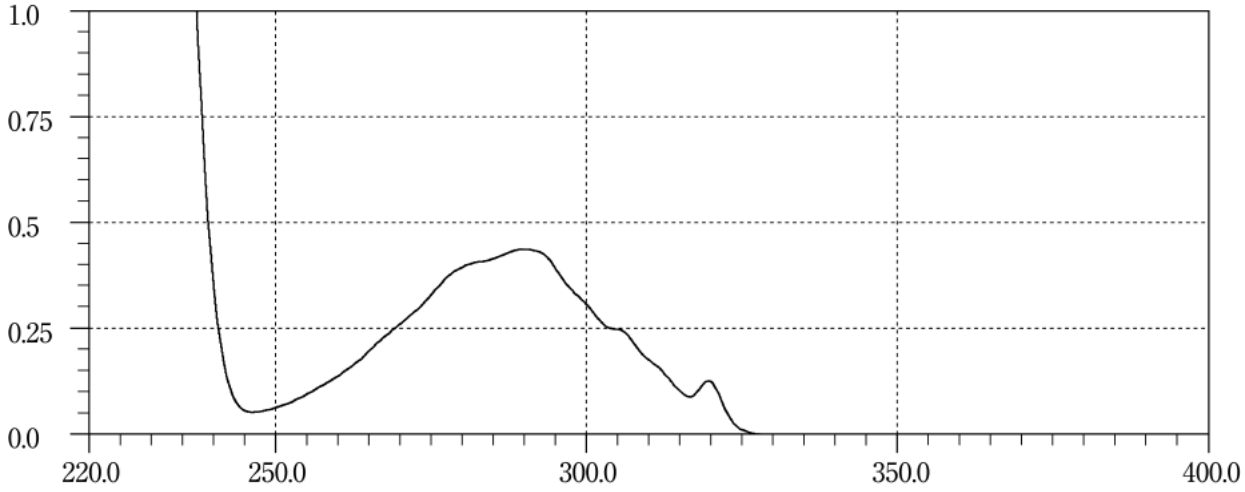
プロピベリン塩酸塩



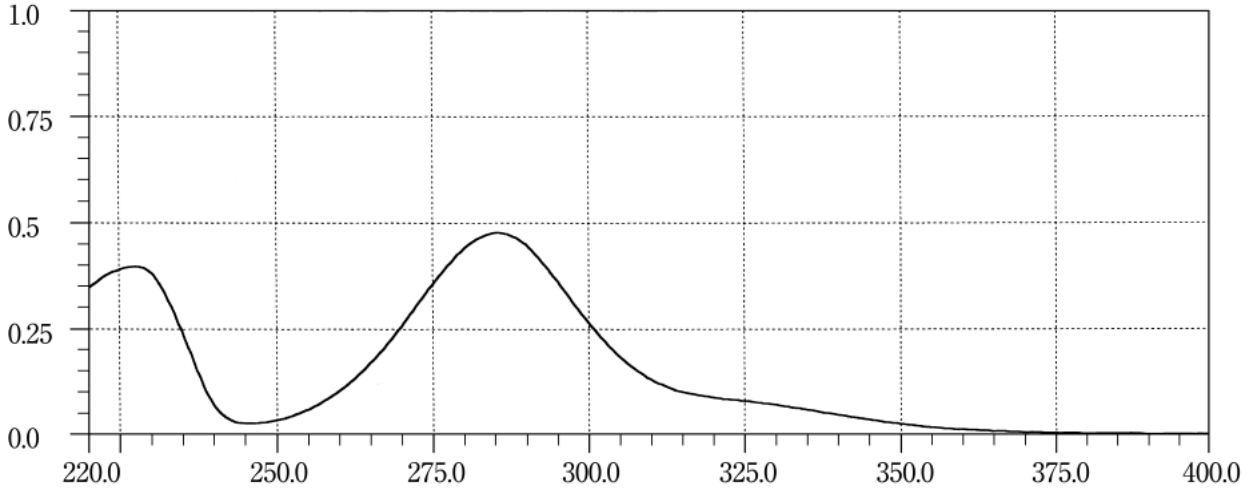
プロブコール



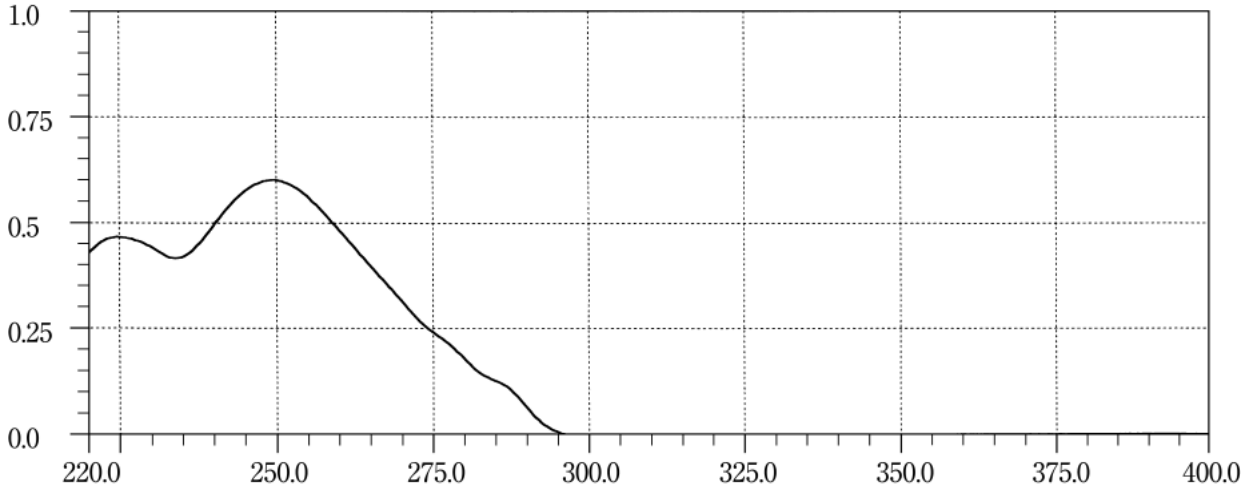
プロプラノロール塩酸塩



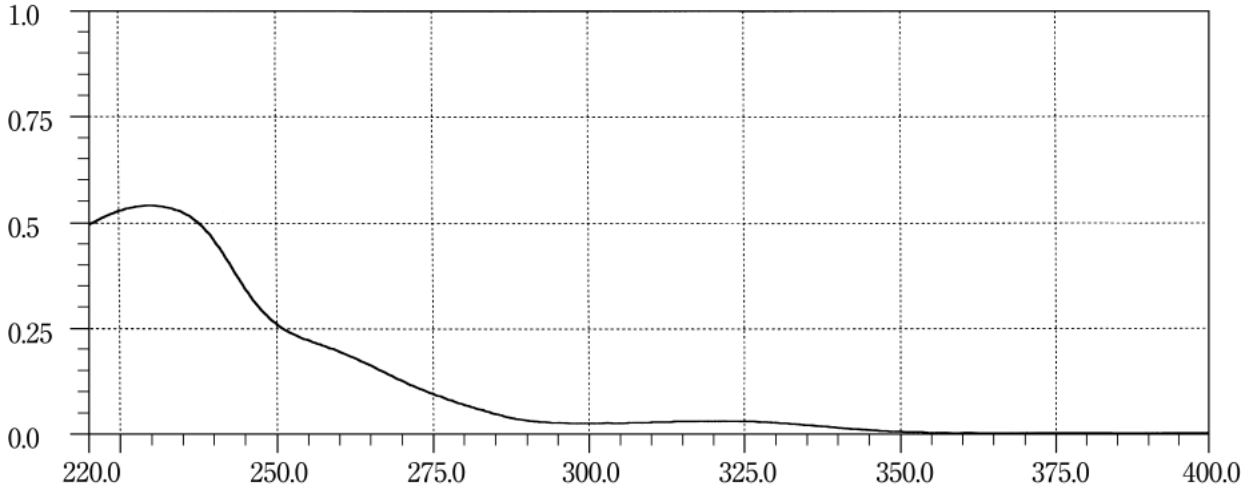
フロプロピオン



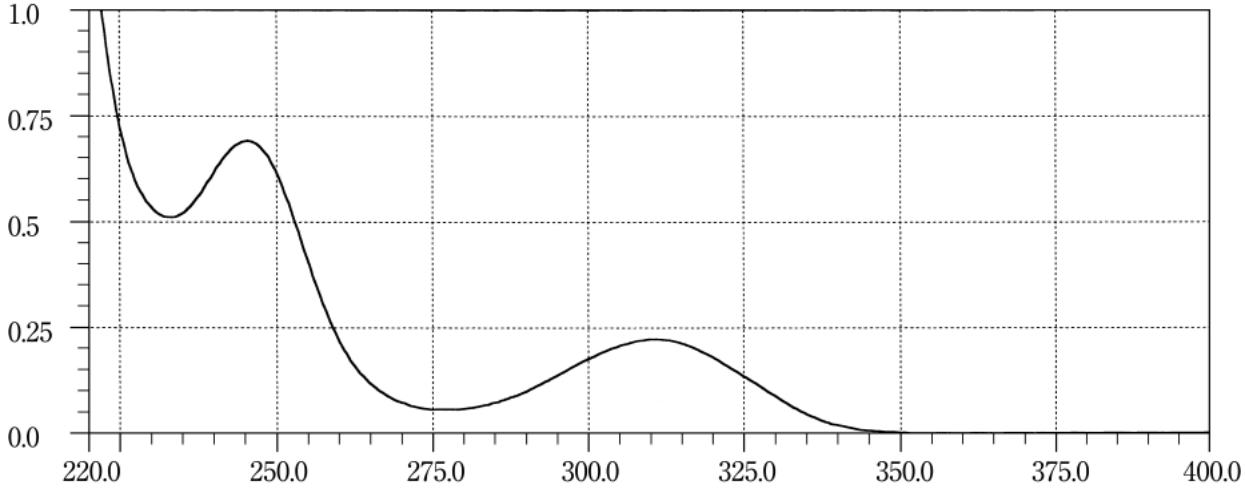
プロベネシド



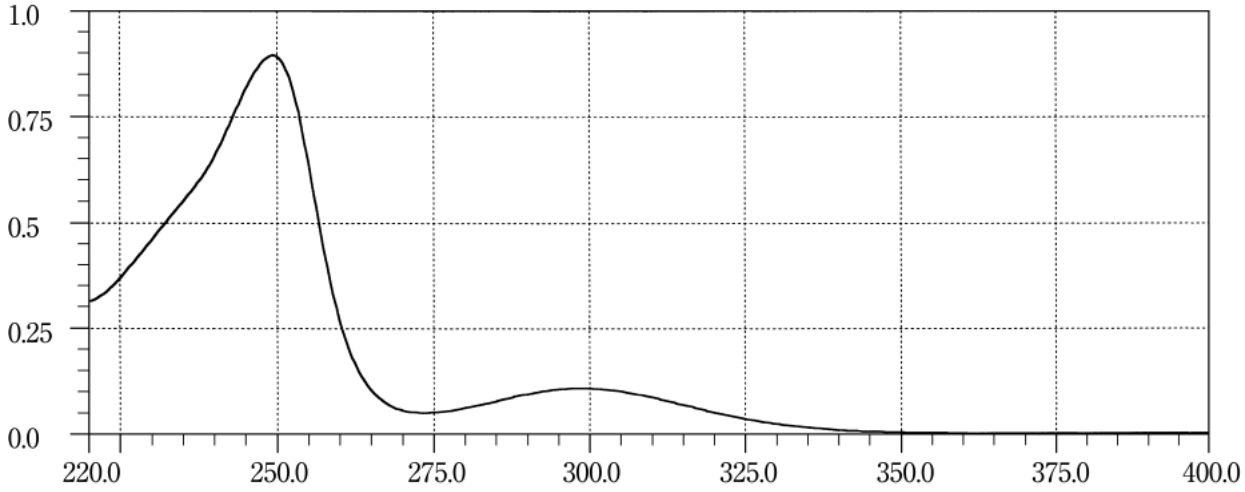
ブロマゼパム



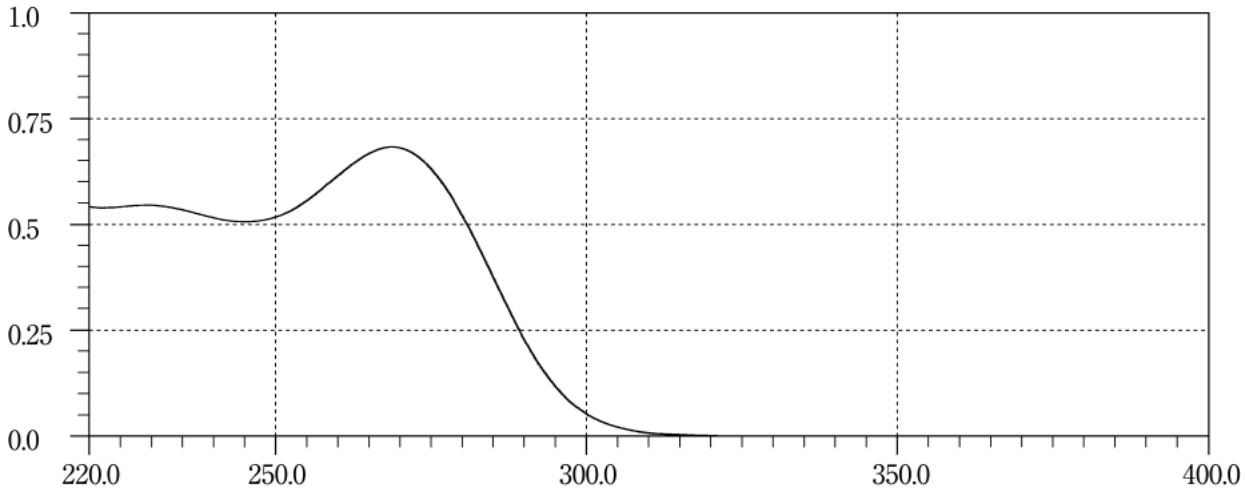
ブロムヘキシン塩酸塩



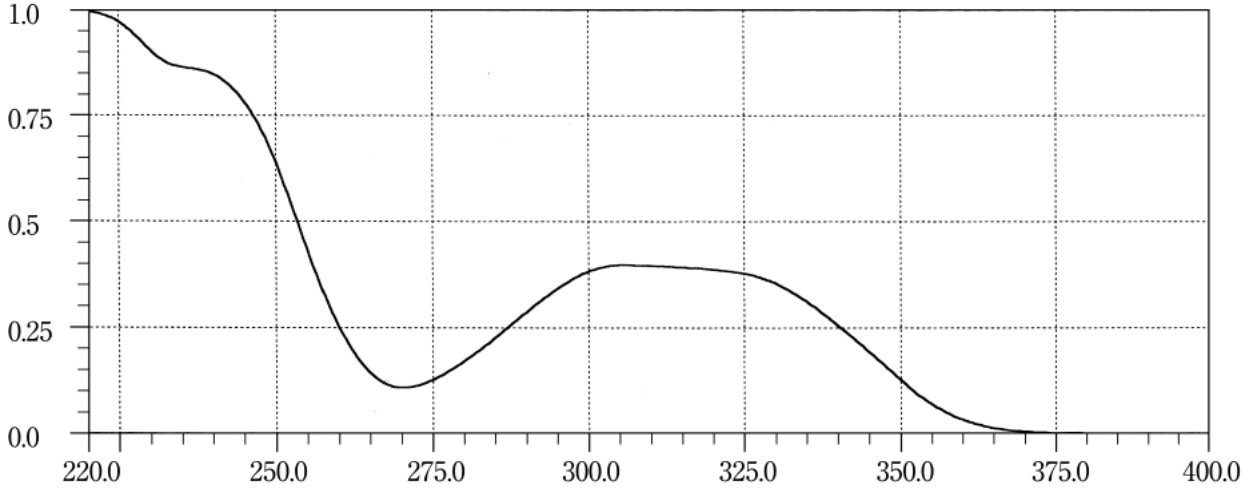
プロメタジン塩酸塩



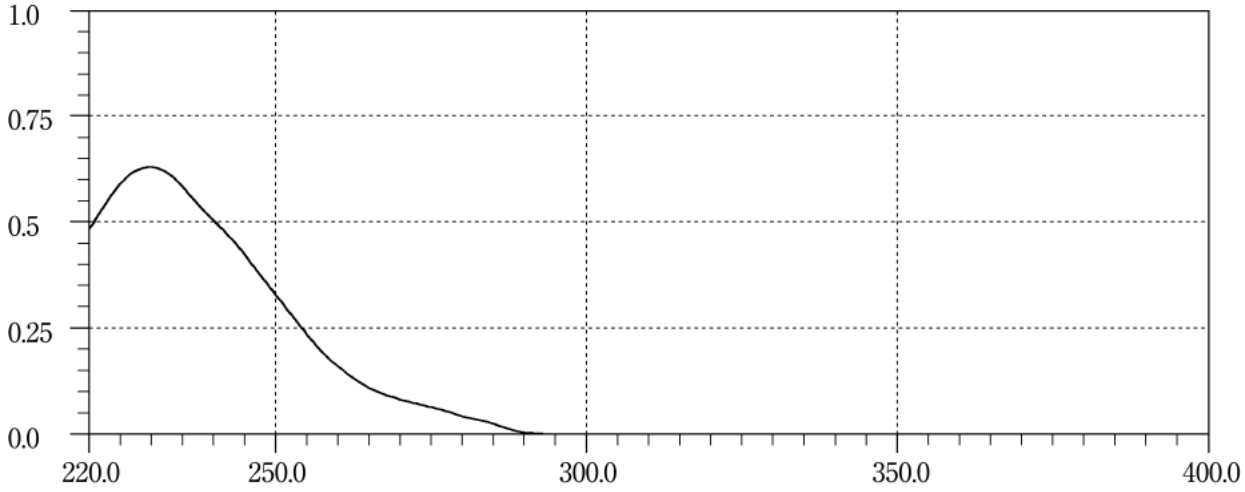
フロモキセフナトリウム



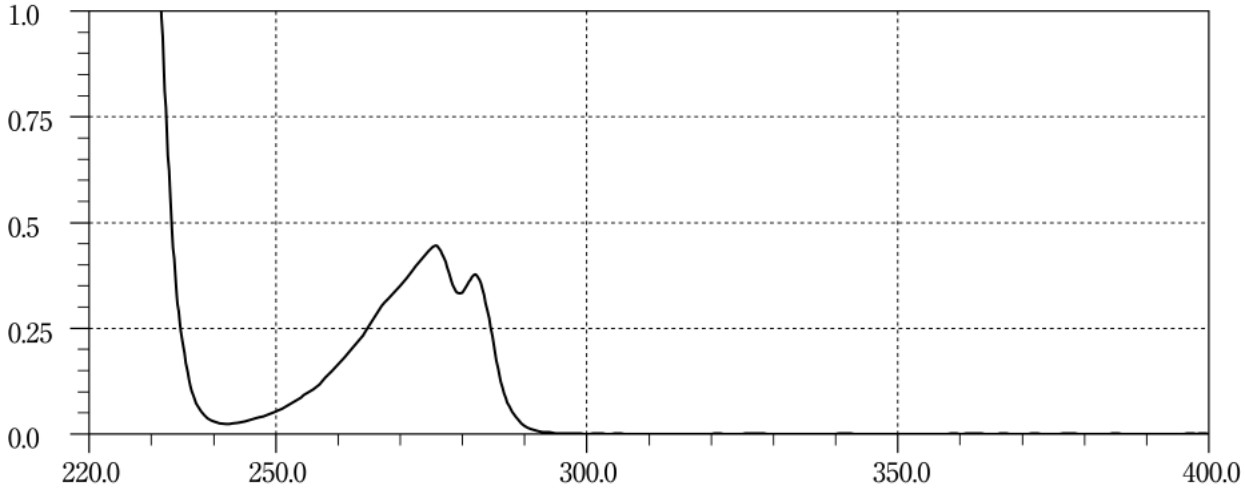
ブロモクリプチンメシル酸塩



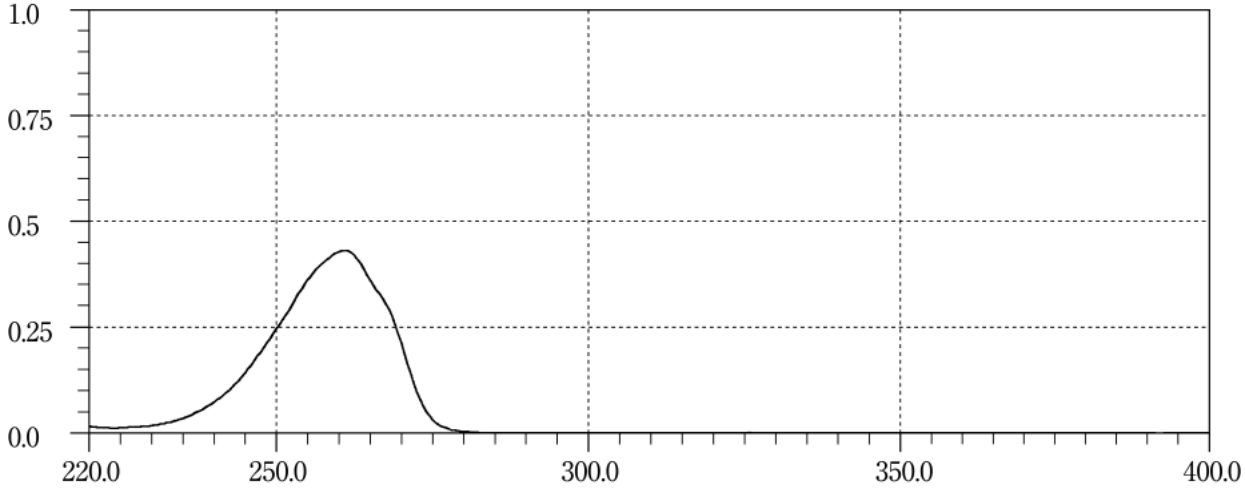
ベザフィブラート



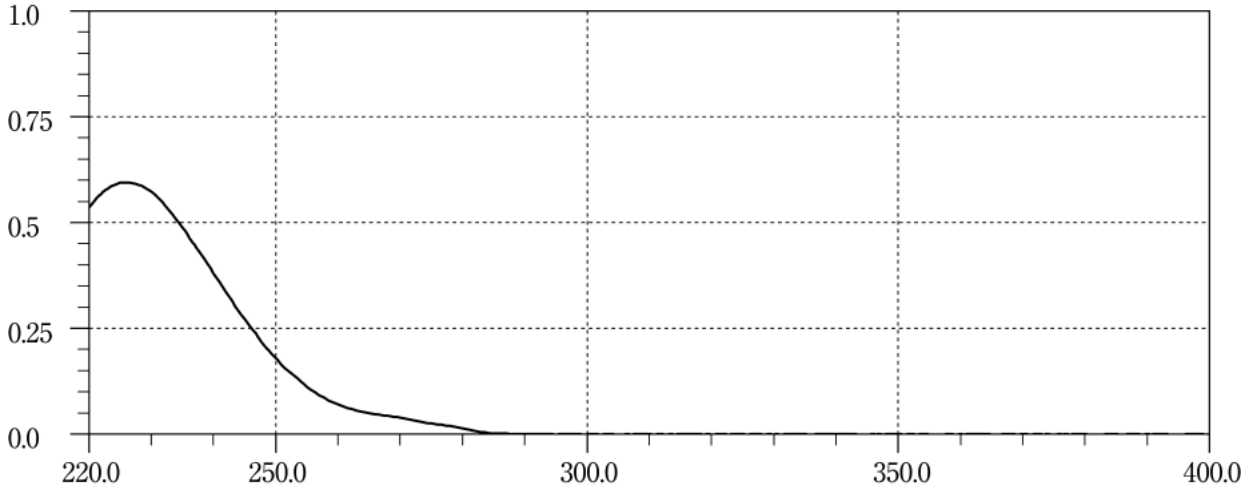
ベタキソロール塩酸塩



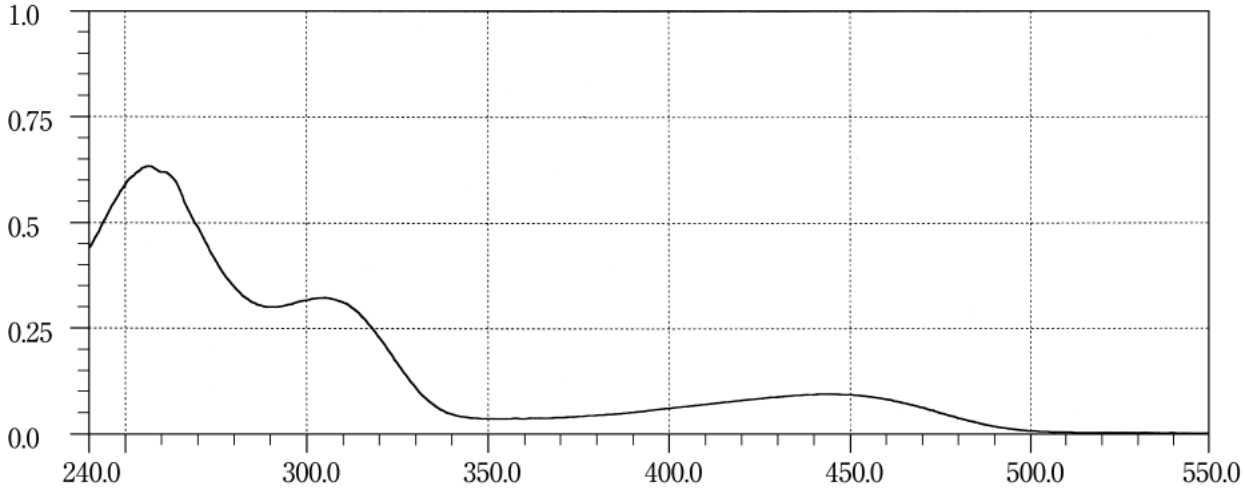
ベタヒスチンメシル酸塩



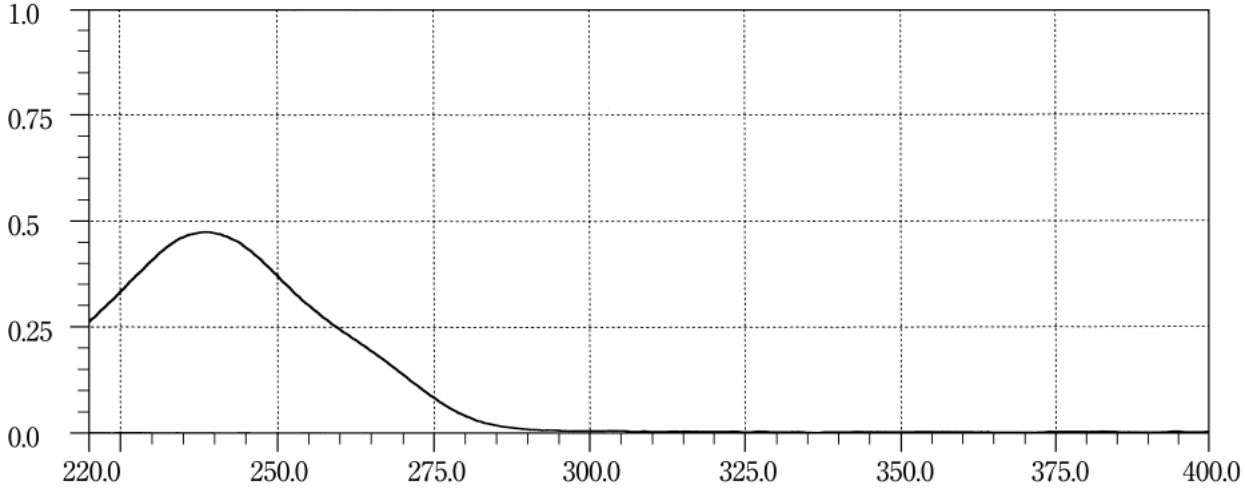
ベタミプロン



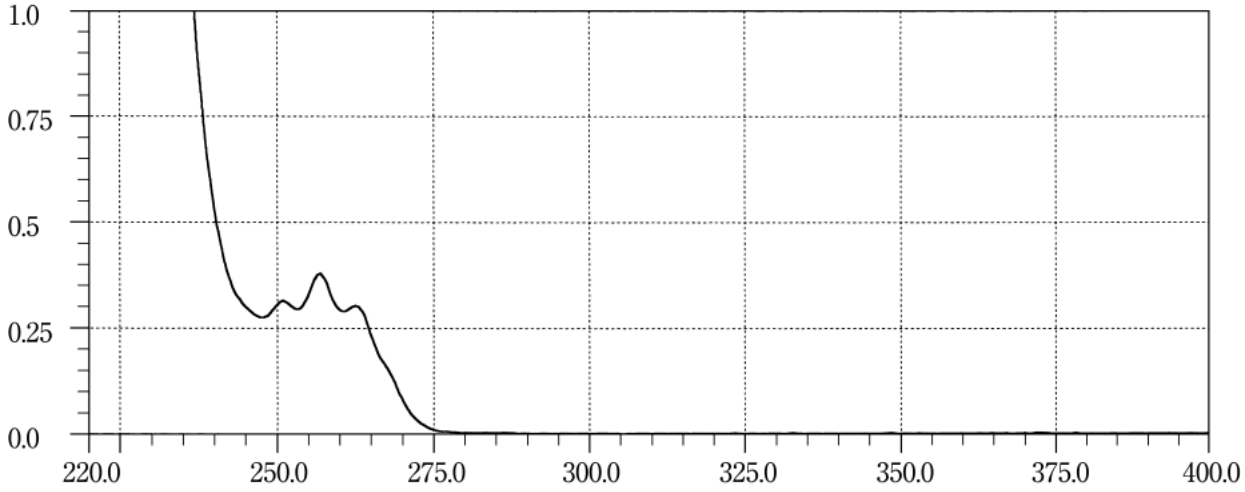
ベタメタゾン



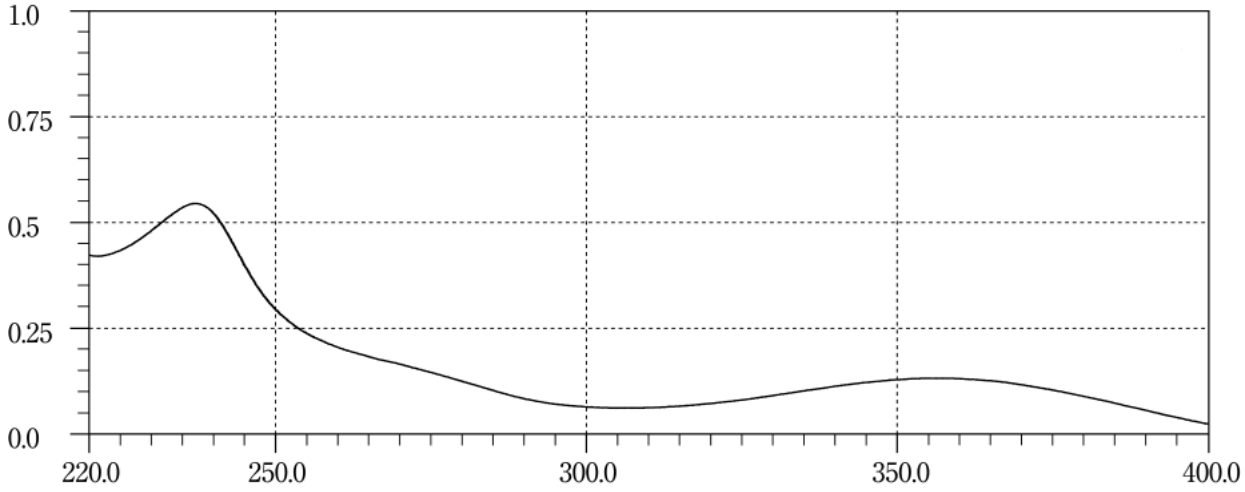
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル



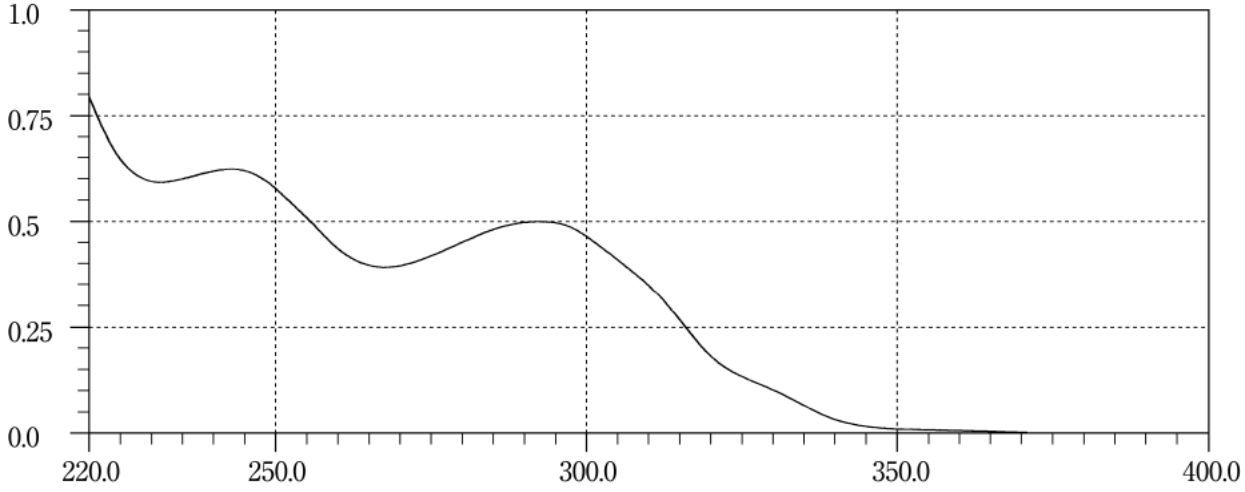
ペチジン塩酸塩



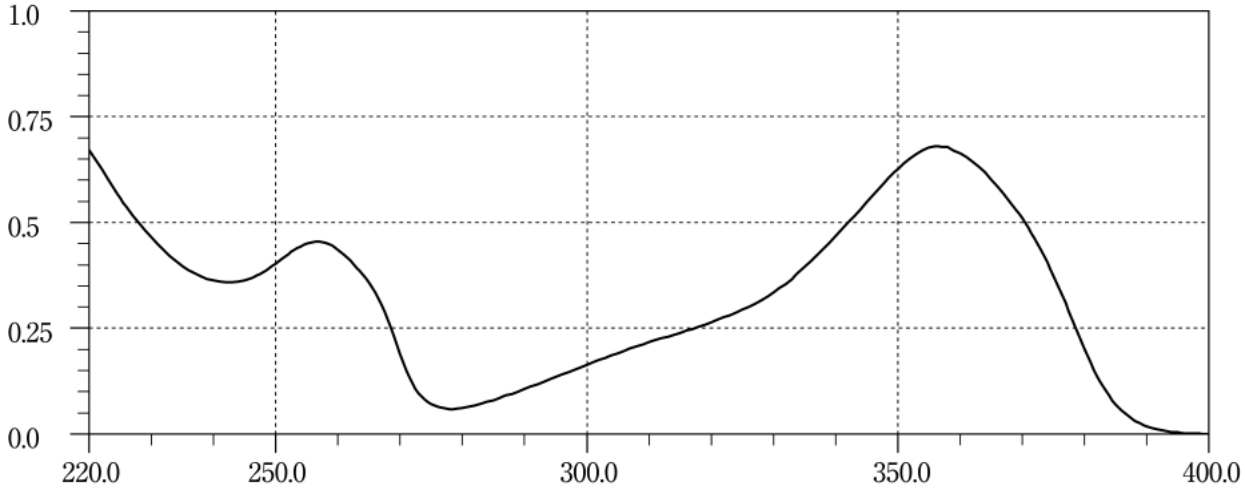
ベニジピン塩酸塩



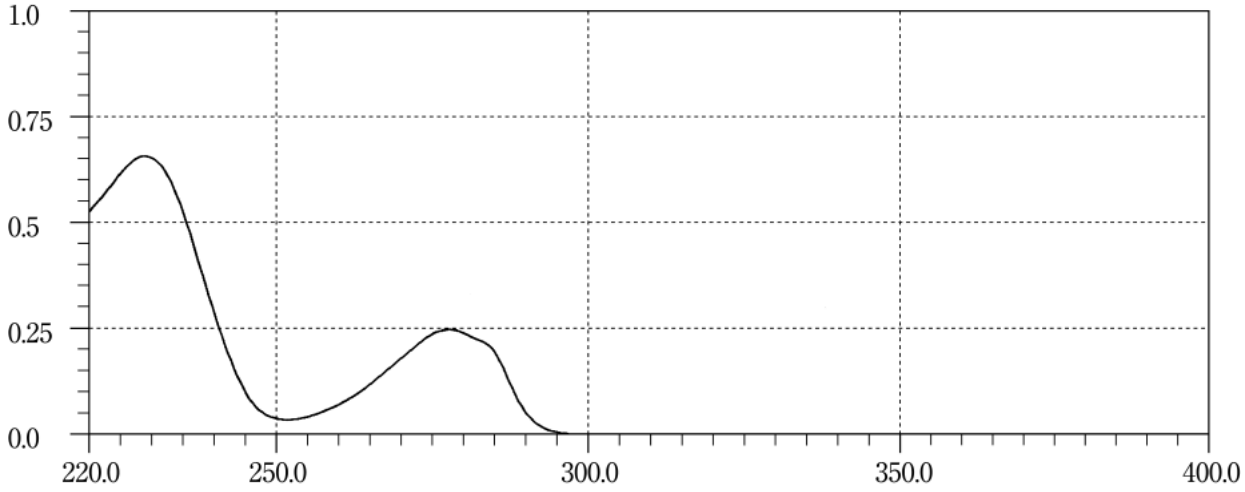
ペプロマイシン硫酸塩



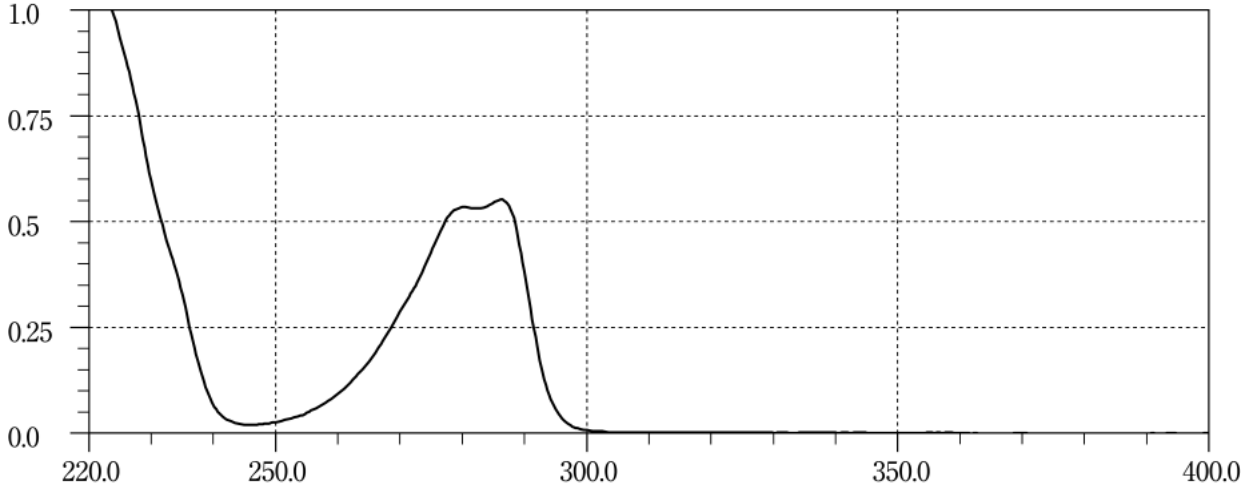
ペミロラストカリウム



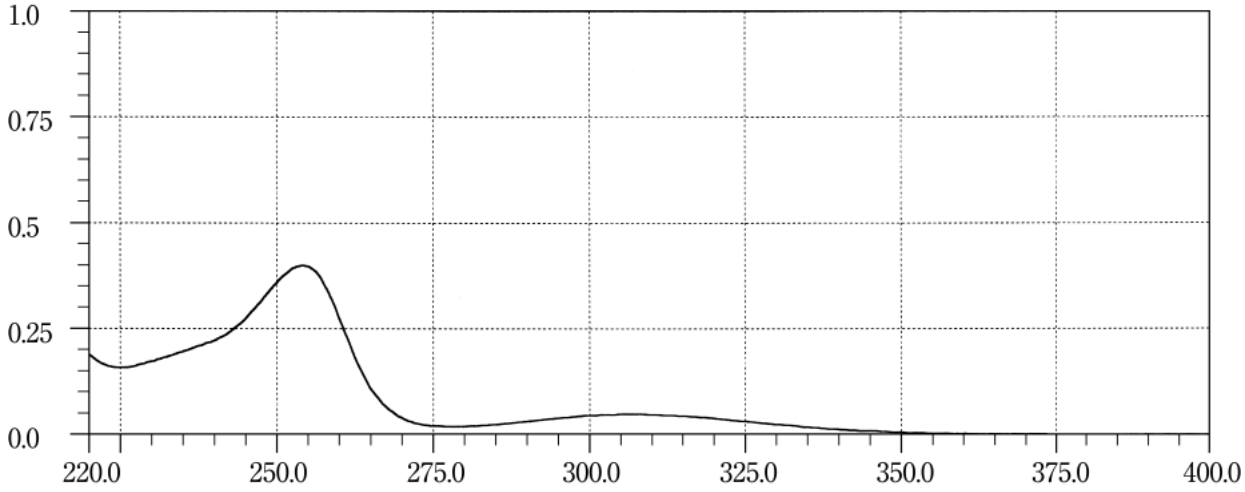
ベラパミル塩酸塩



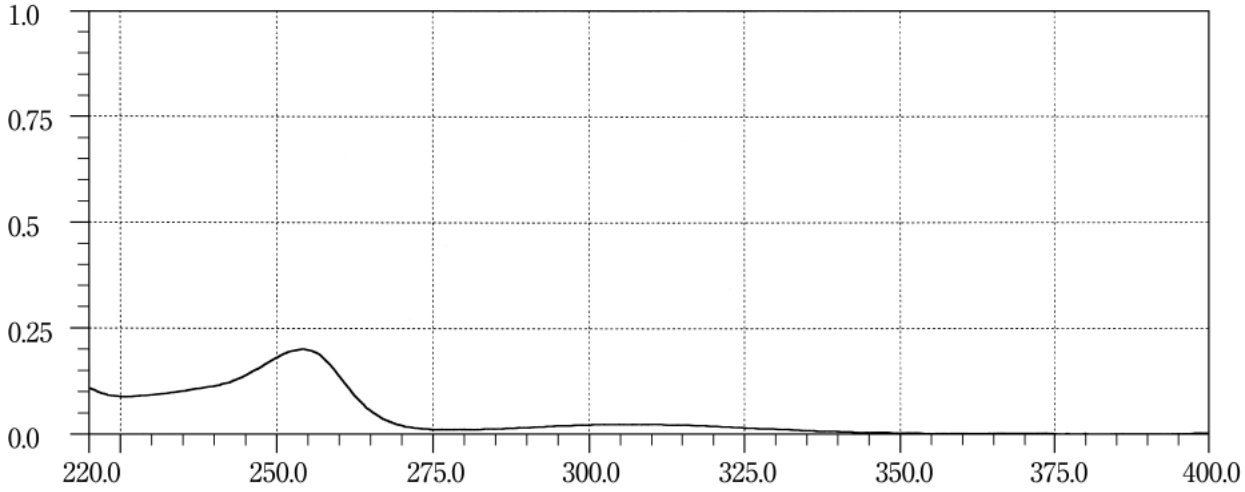
ベラプロストナトリウム



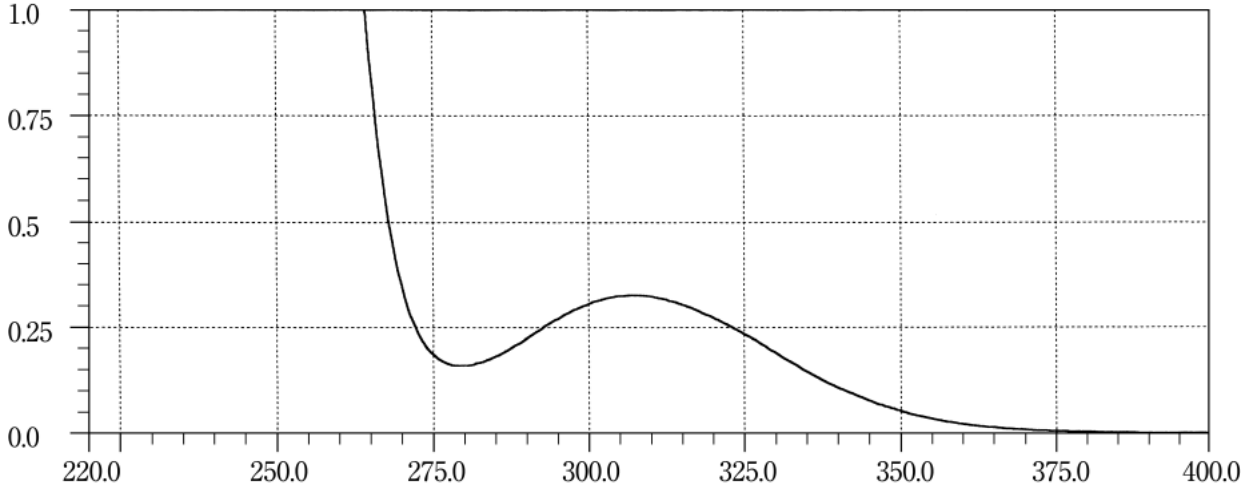
ペルフェナジン 1



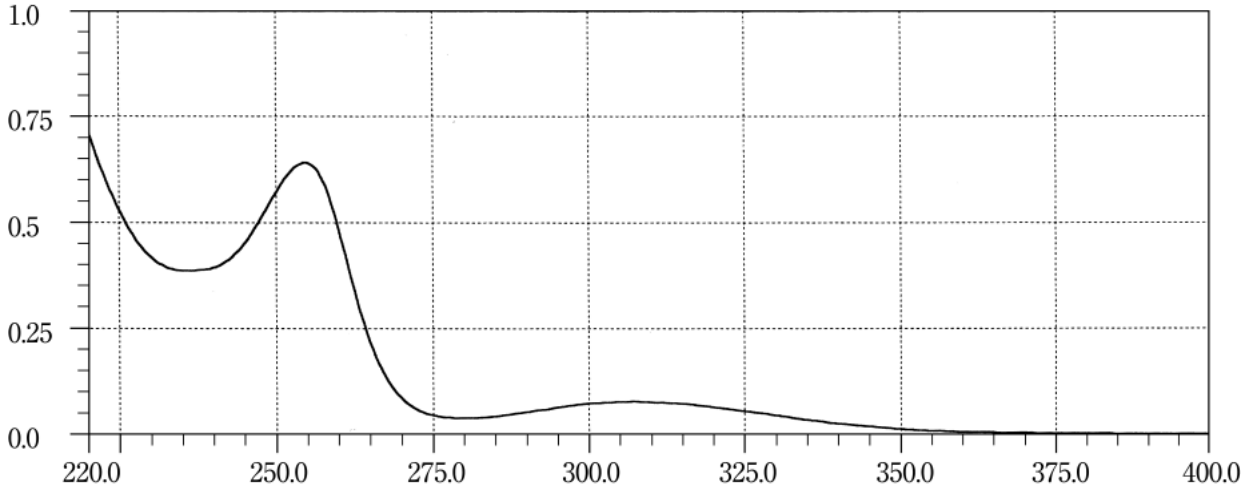
ペルフェナジン 2



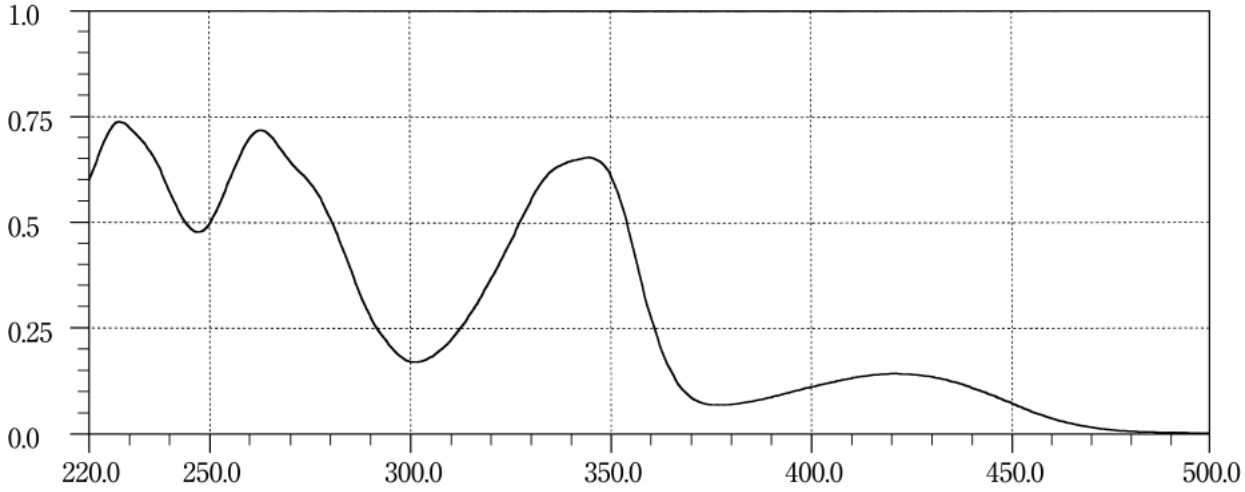
ペルフェナジンマレイン酸塩 1



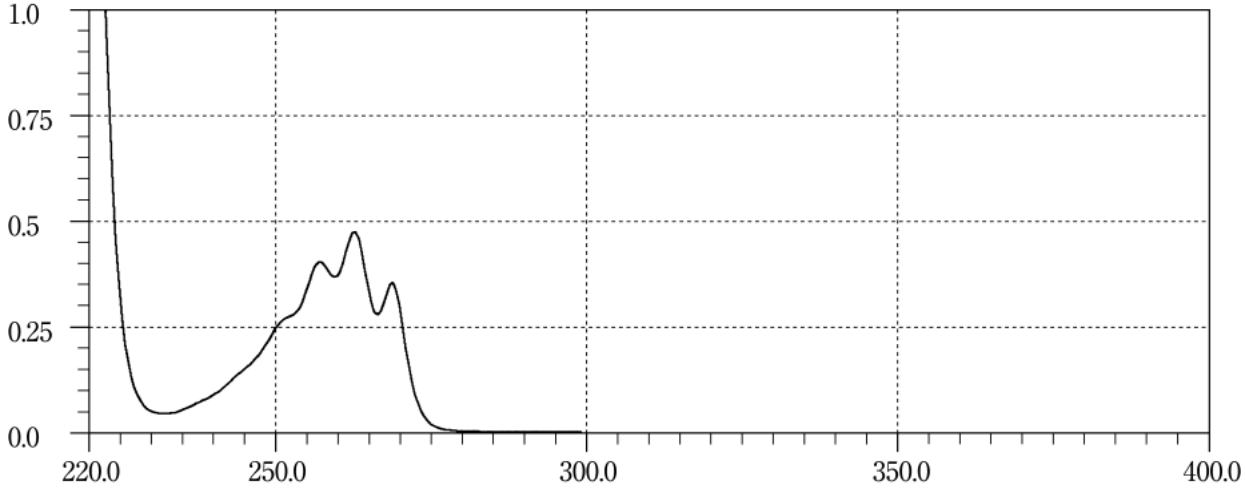
ペルフェナジンマレイン酸塩 2



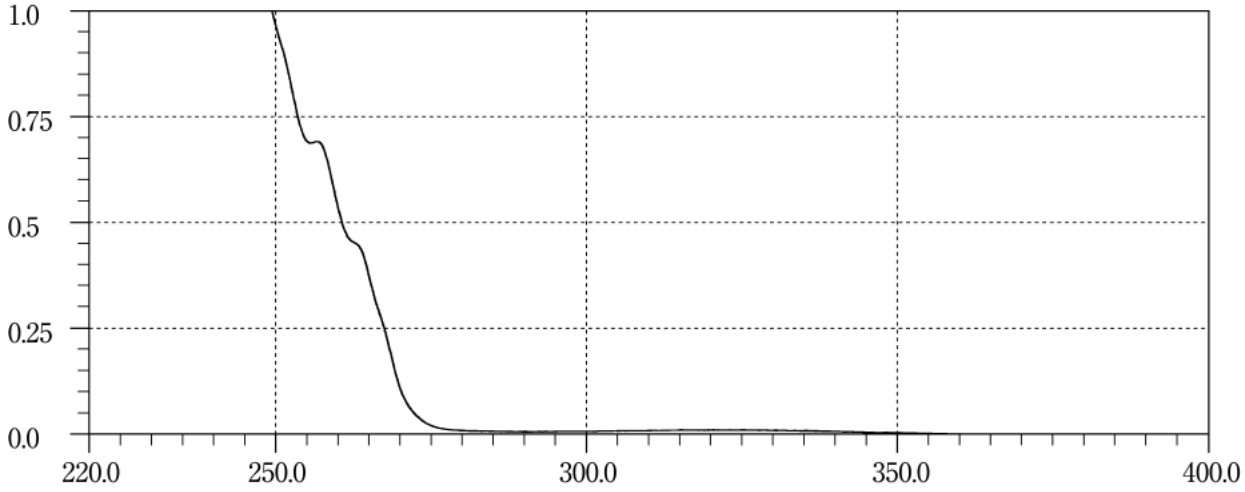
ベルベリン塩化物水和物



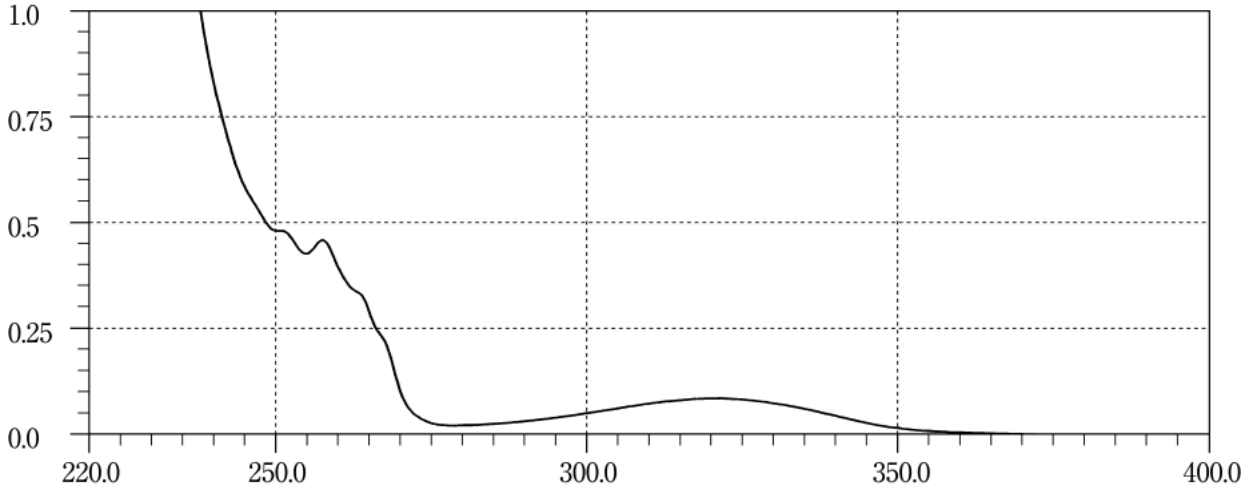
ベンザルコニウム塩化物



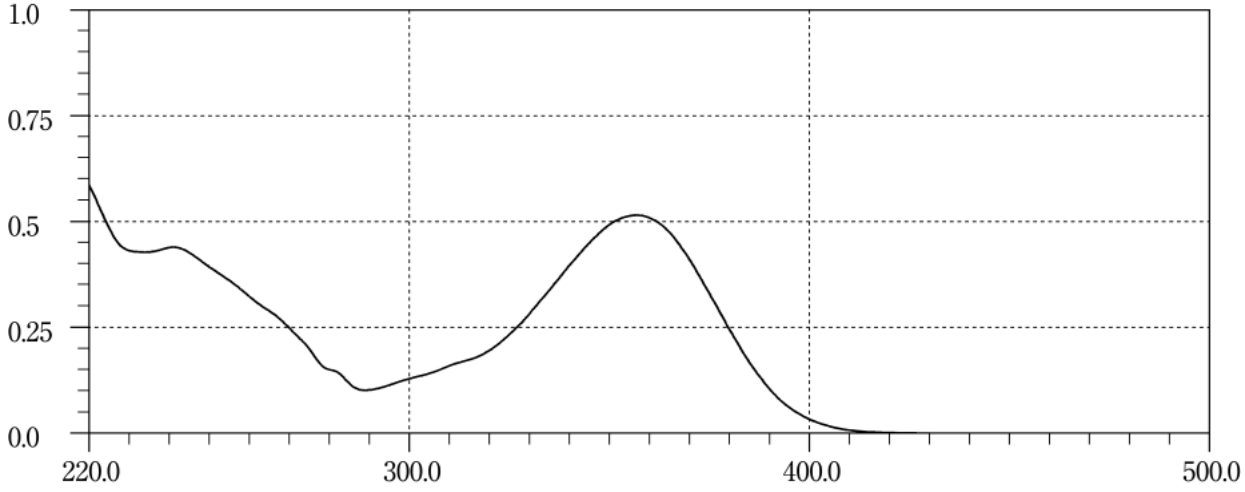
ベンジルペニシリンカリウム



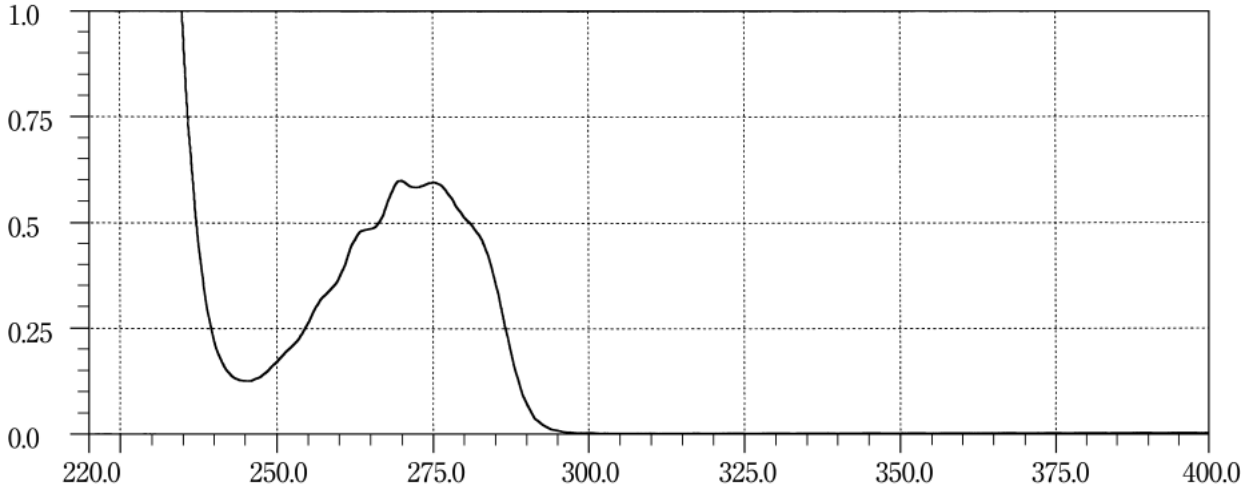
ベンジルペニシリンベンザチン水和物



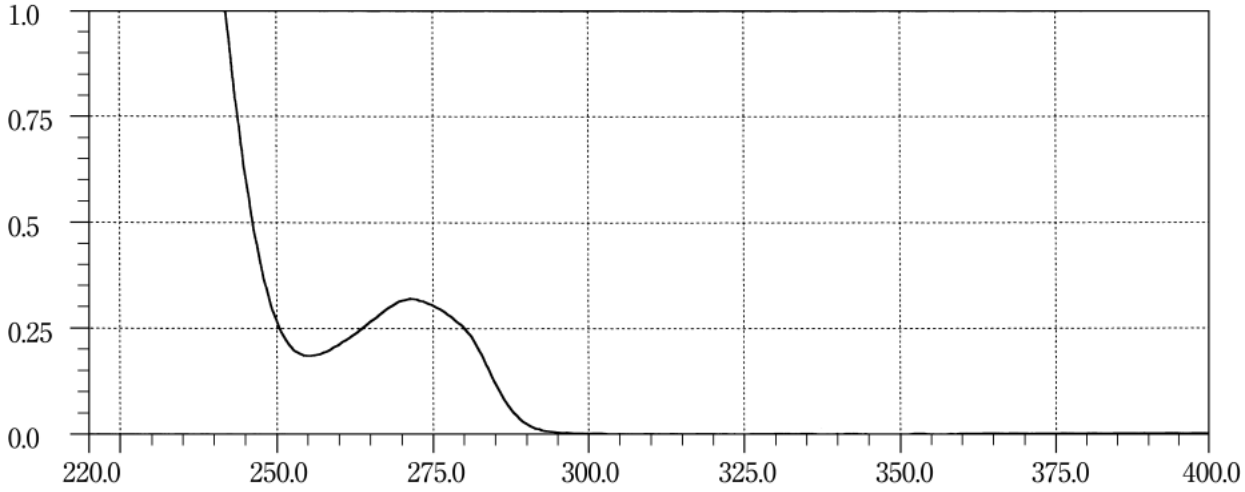
ベンズブロマロン



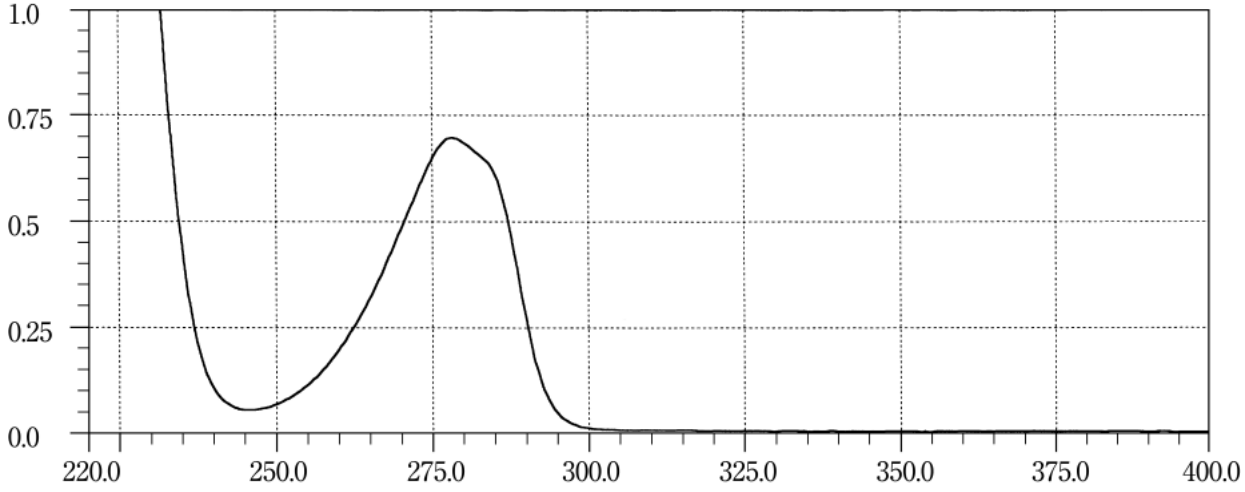
ベンゼトニウム塩化物



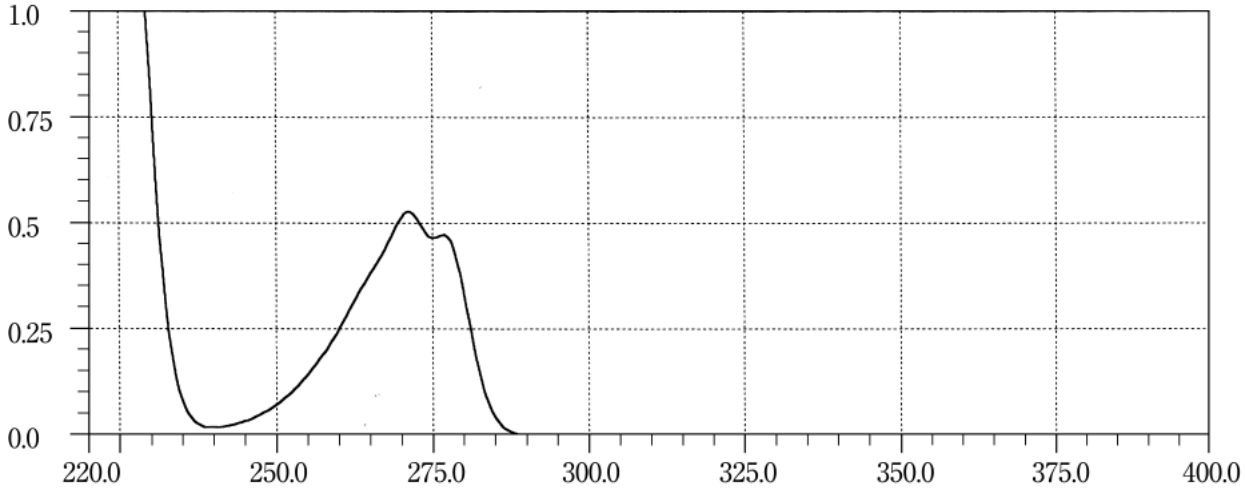
ベンセラジド塩酸塩



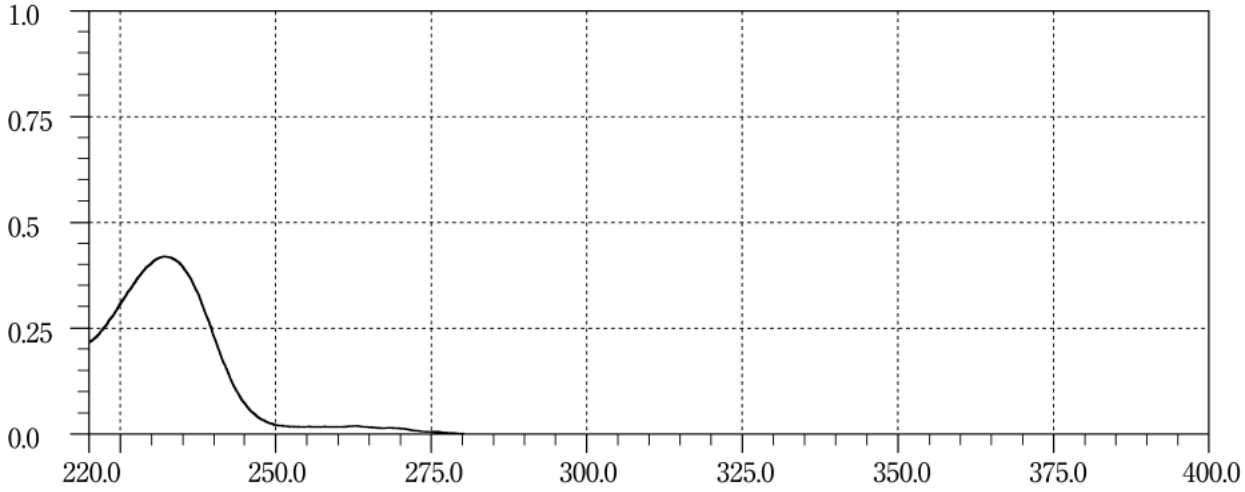
ペンタゾシン



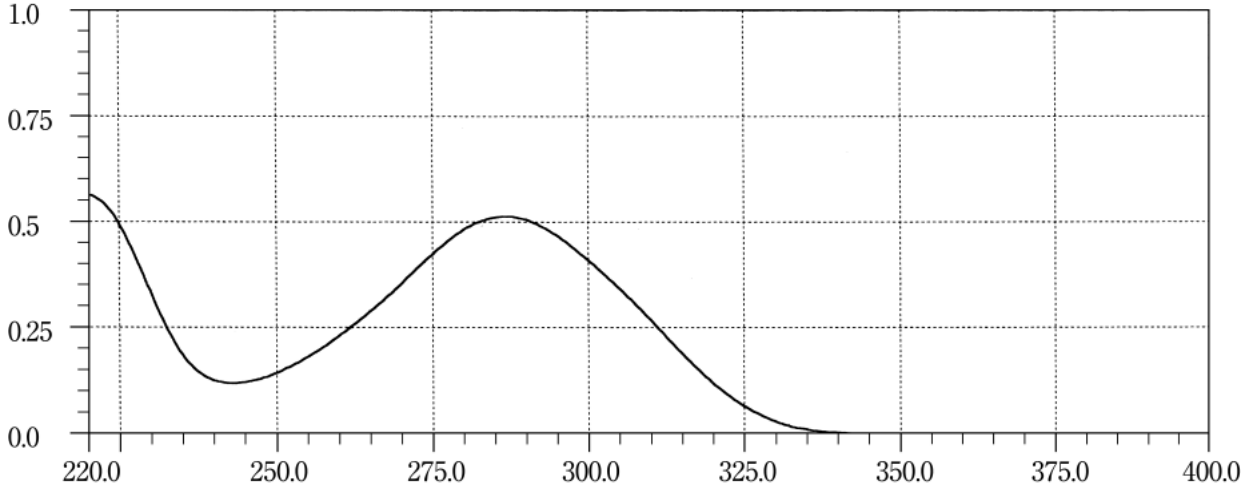
ペンブトロール硫酸塩



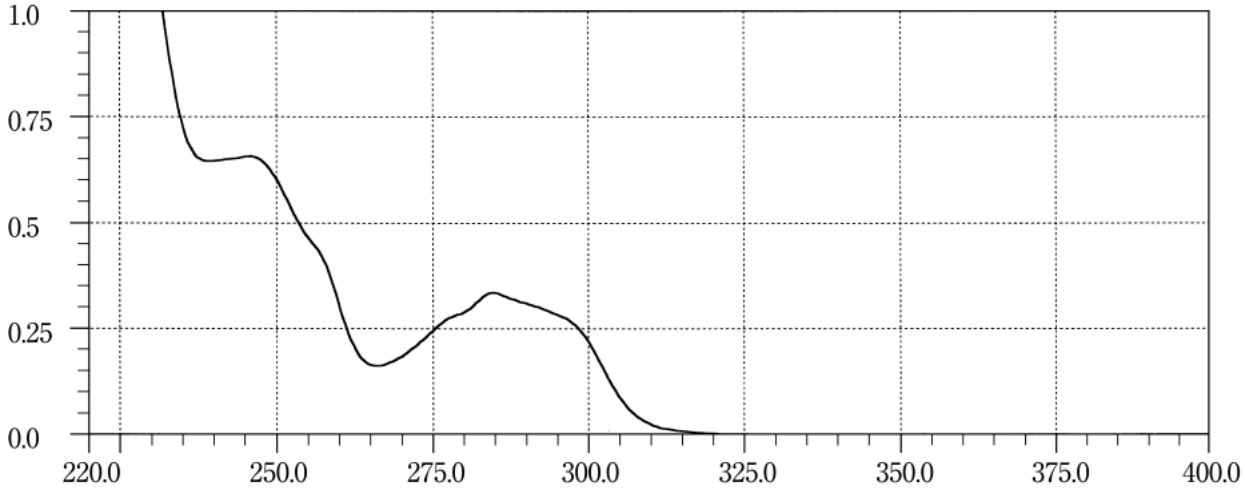
ホモクロルシクリジン塩酸塩



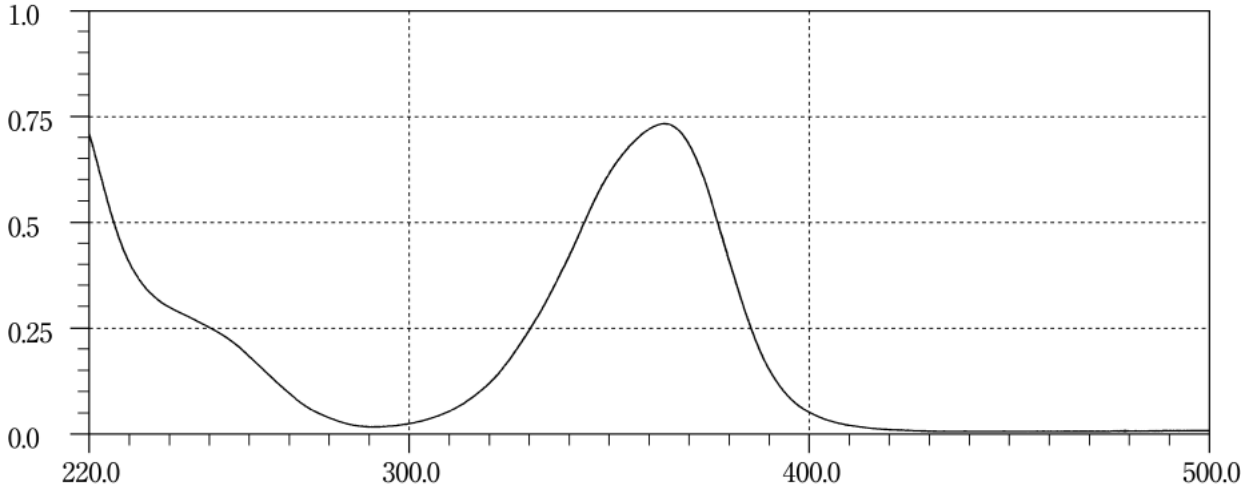
ホリナートカルシウム



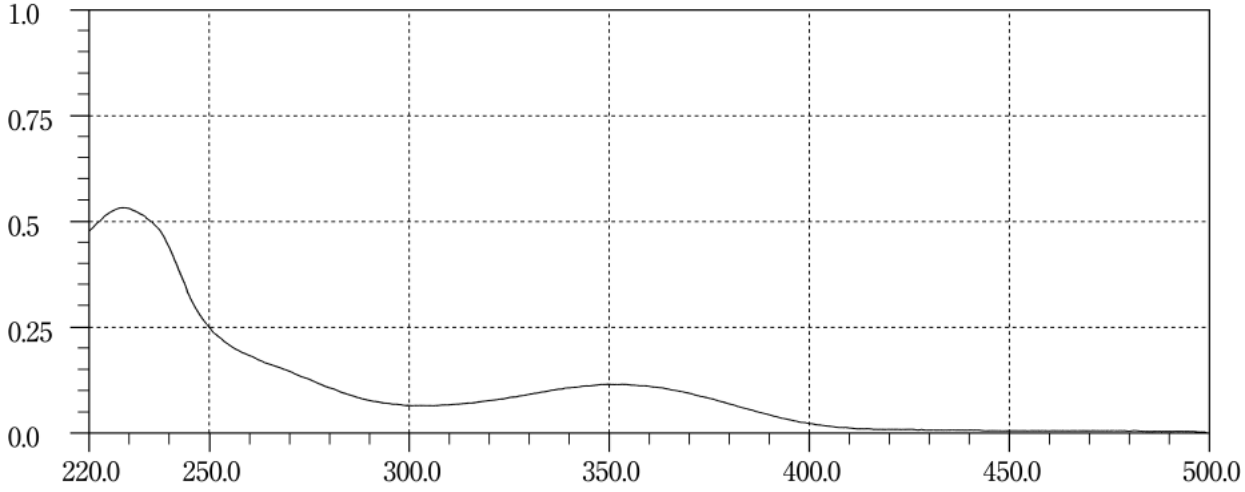
ホルモテロールフマル酸塩水和物



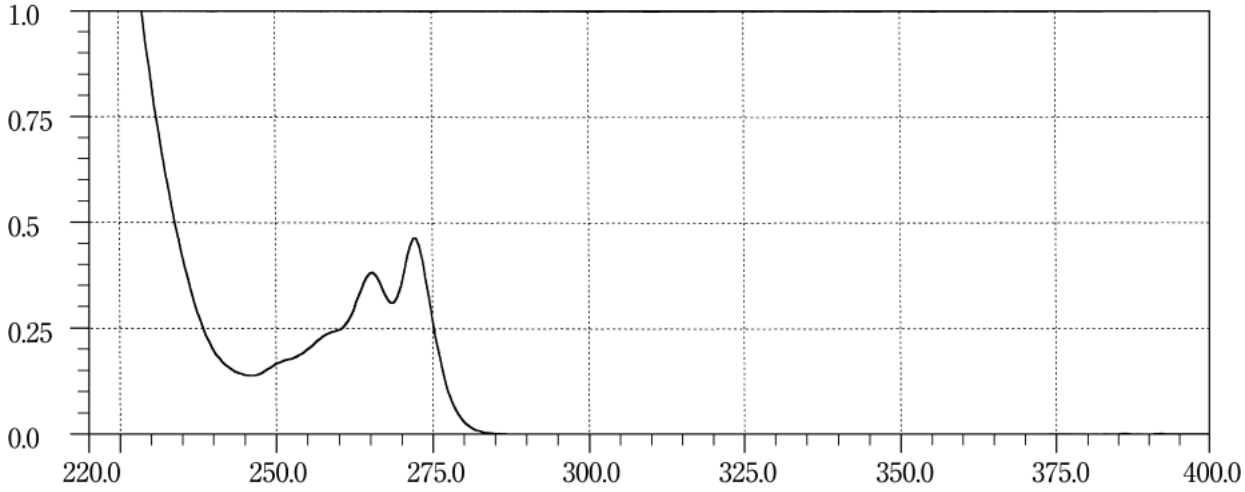
マイトマイシンC



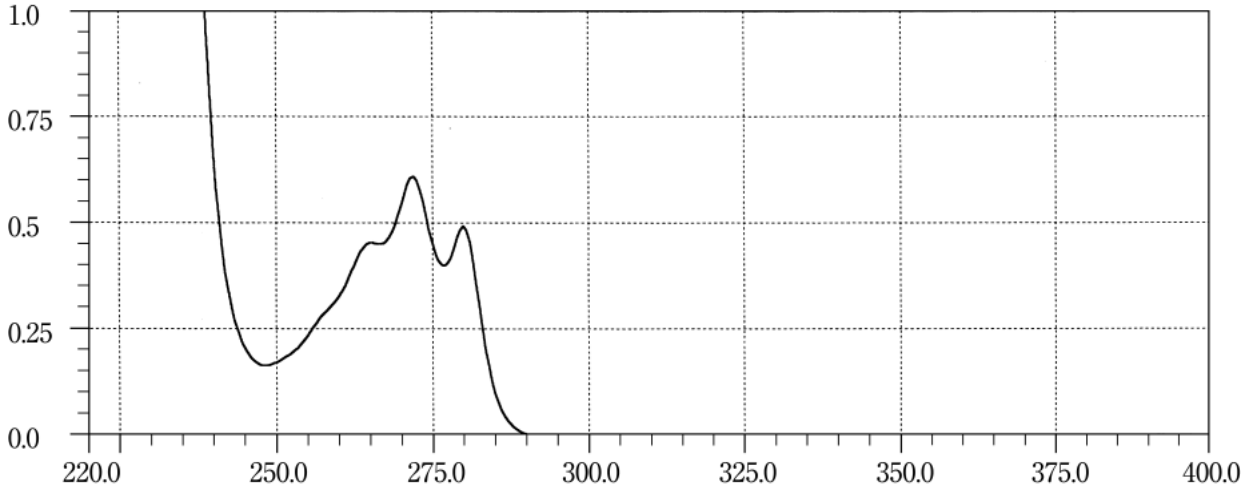
マニジピン塩酸塩



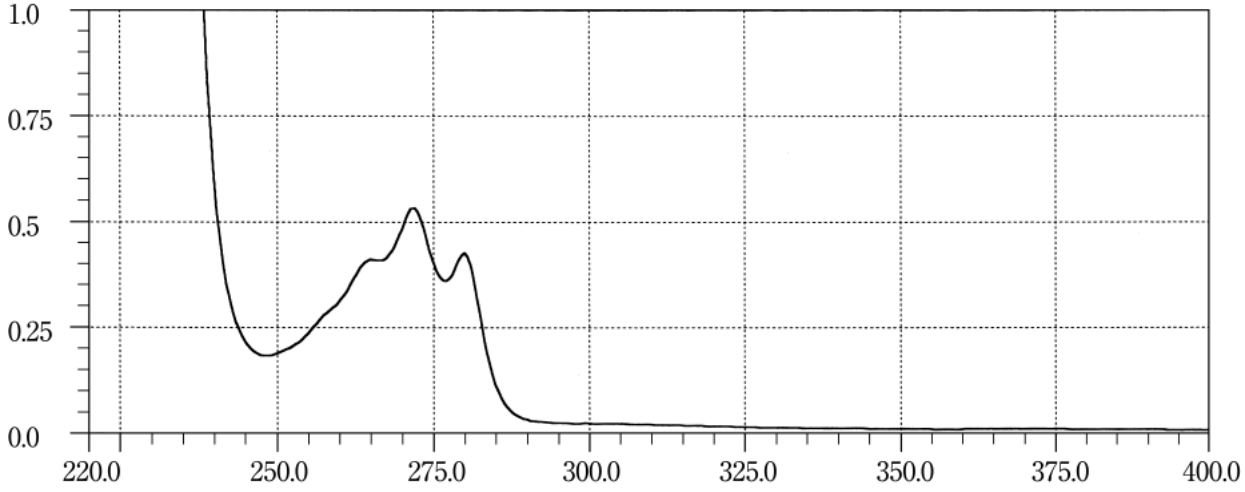
マプロチリン塩酸塩



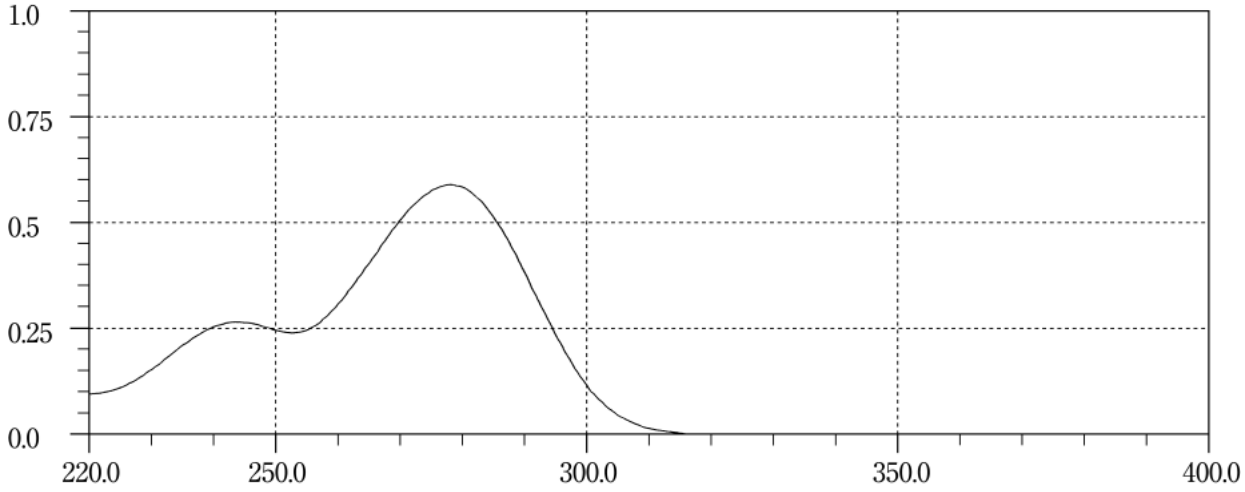
ミコナゾール



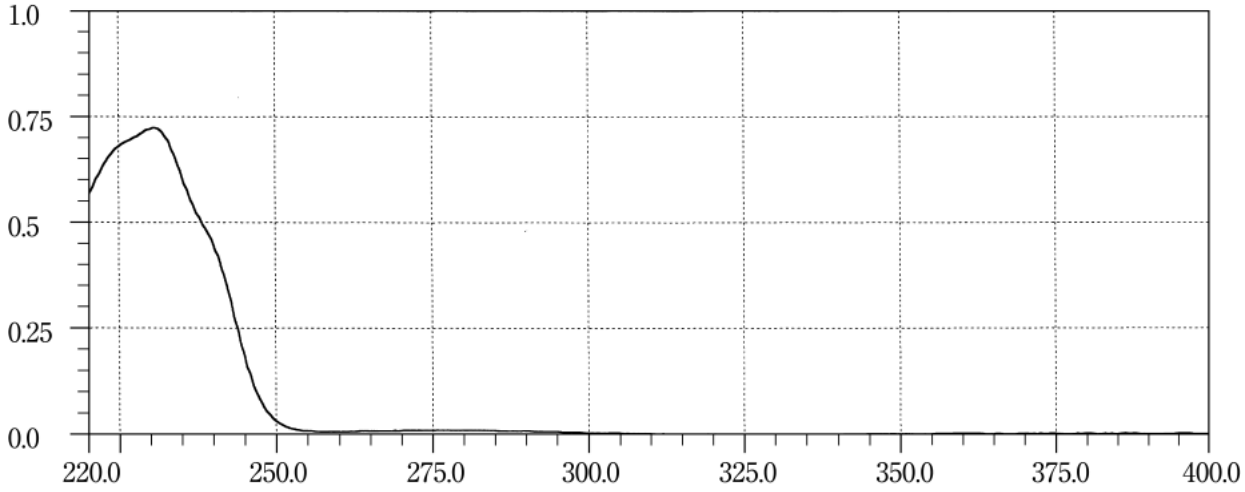
ミコナゾール硝酸塩



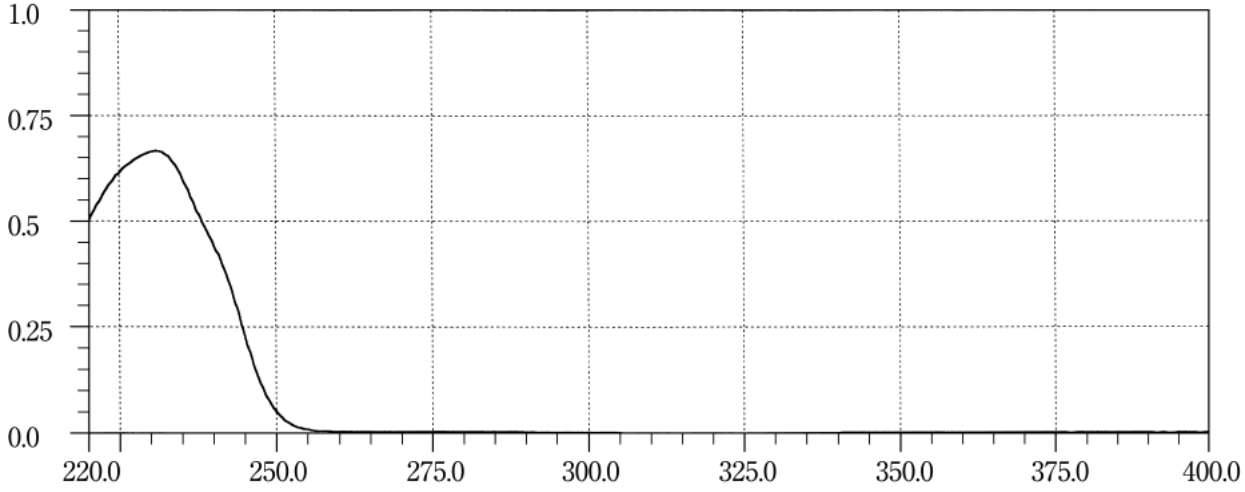
ミゾリビン



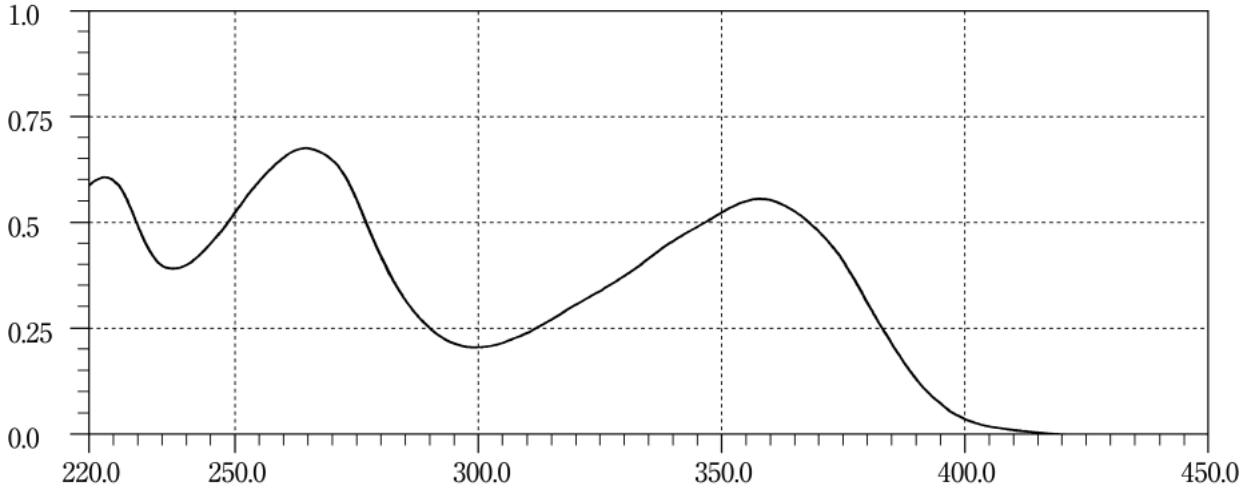
ミデカマイシン



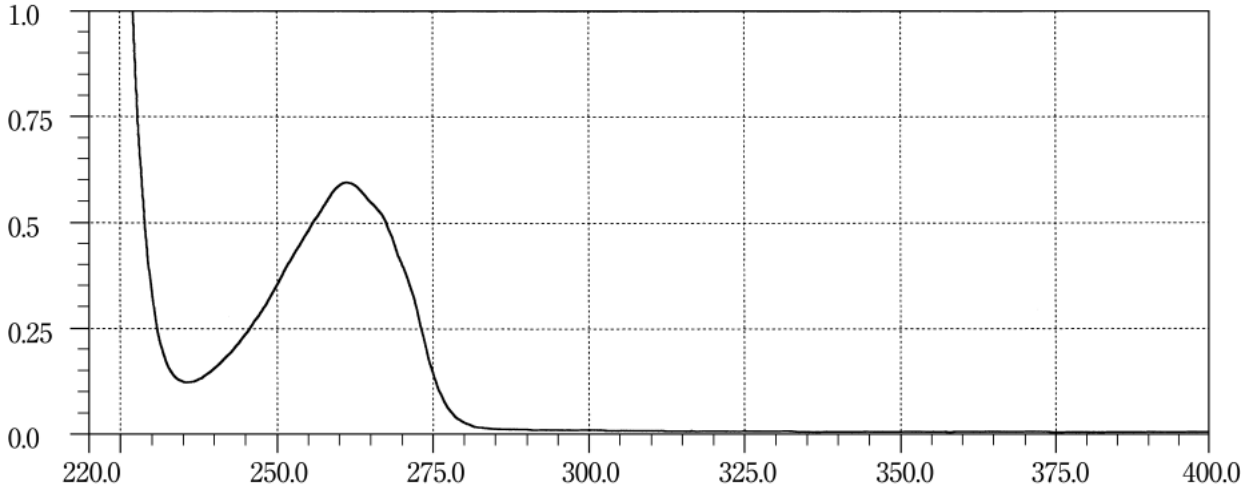
ミデカマイシン酢酸エステル



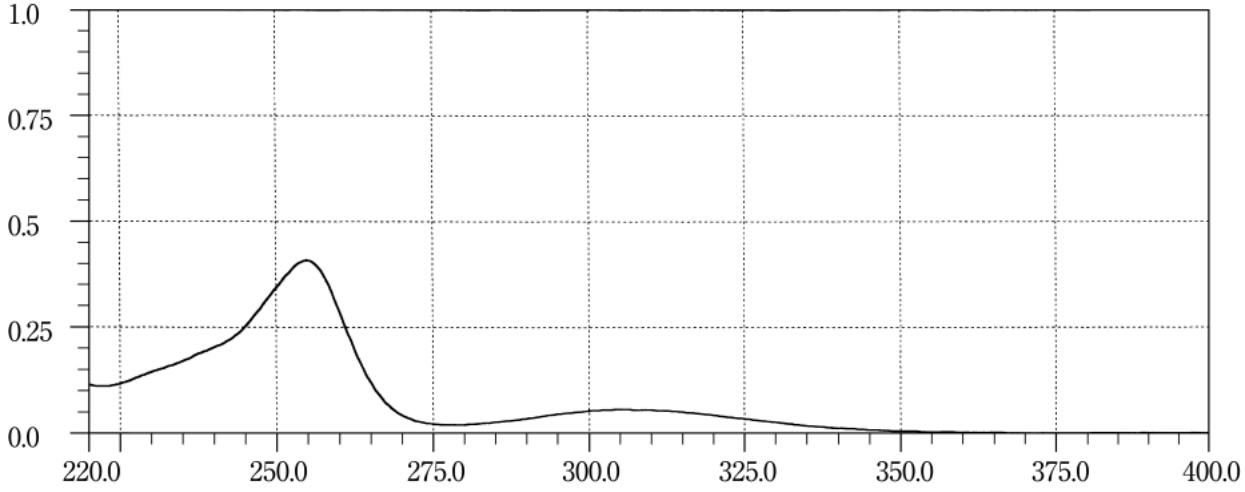
ミノサイクリン塩酸塩



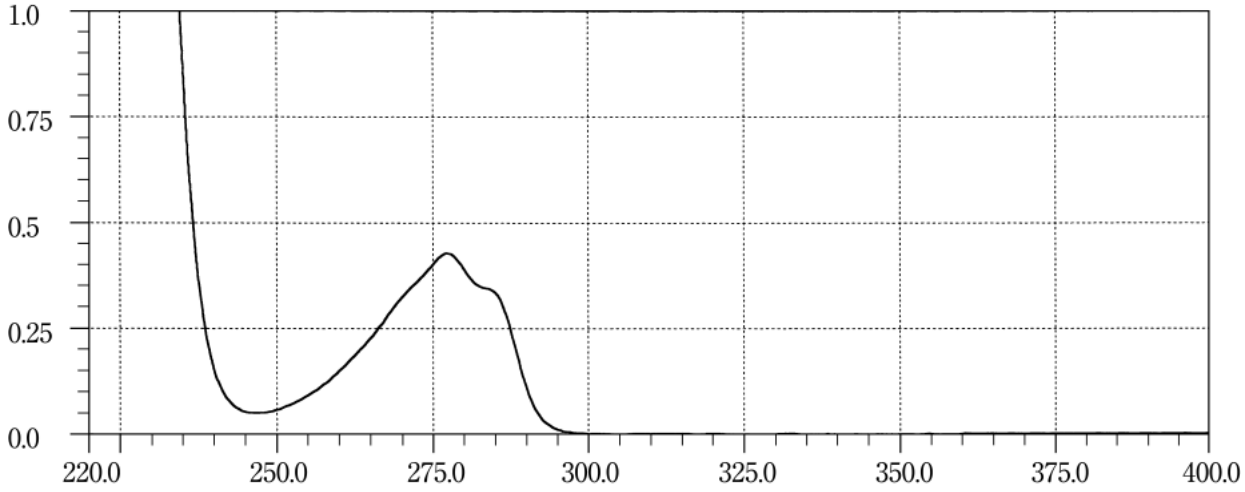
メキシレチン塩酸塩



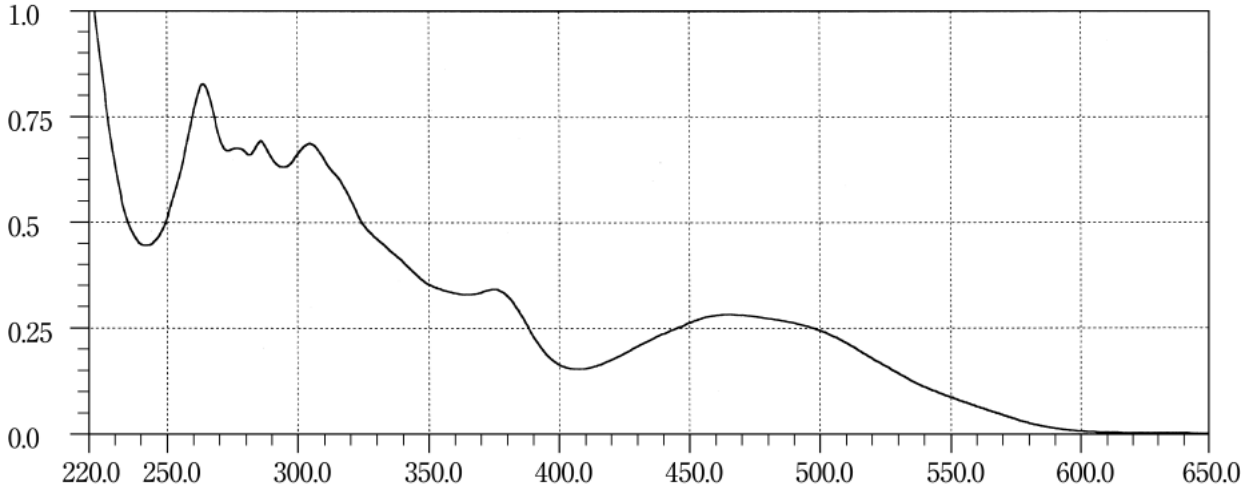
メキタジン



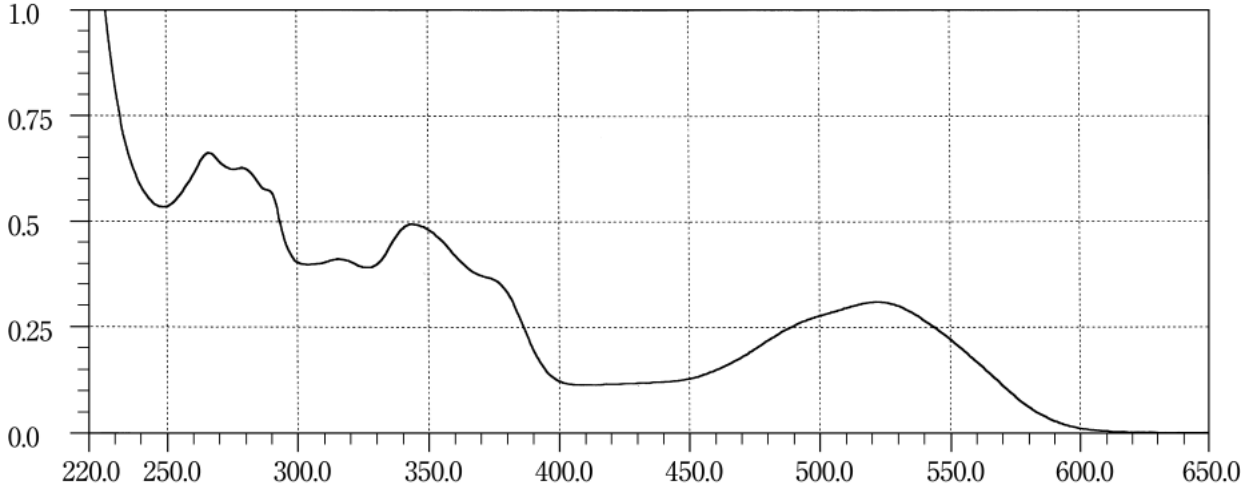
メクロフェノキサート塩酸塩



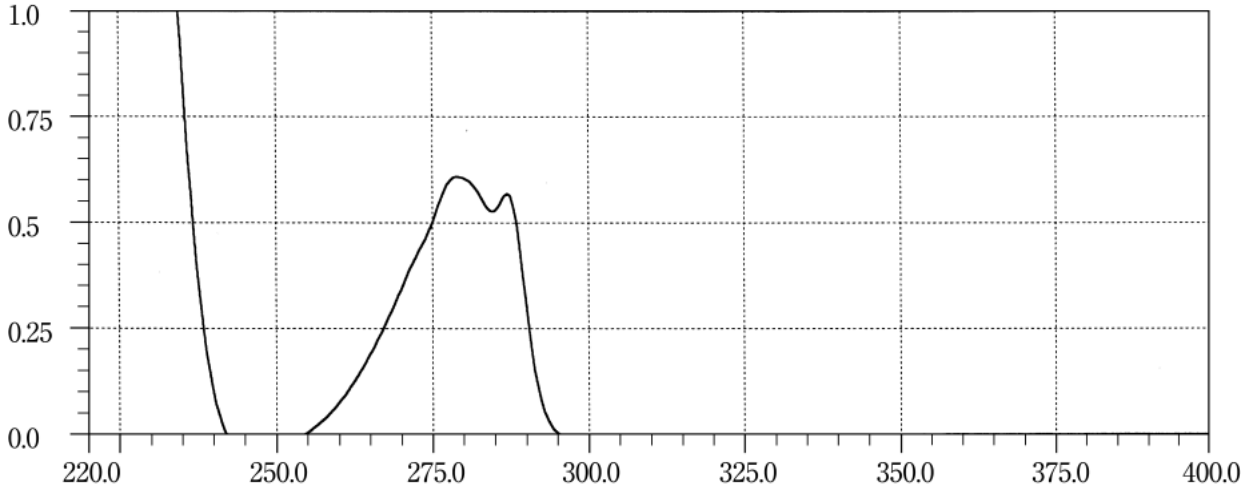
メコバラミン１



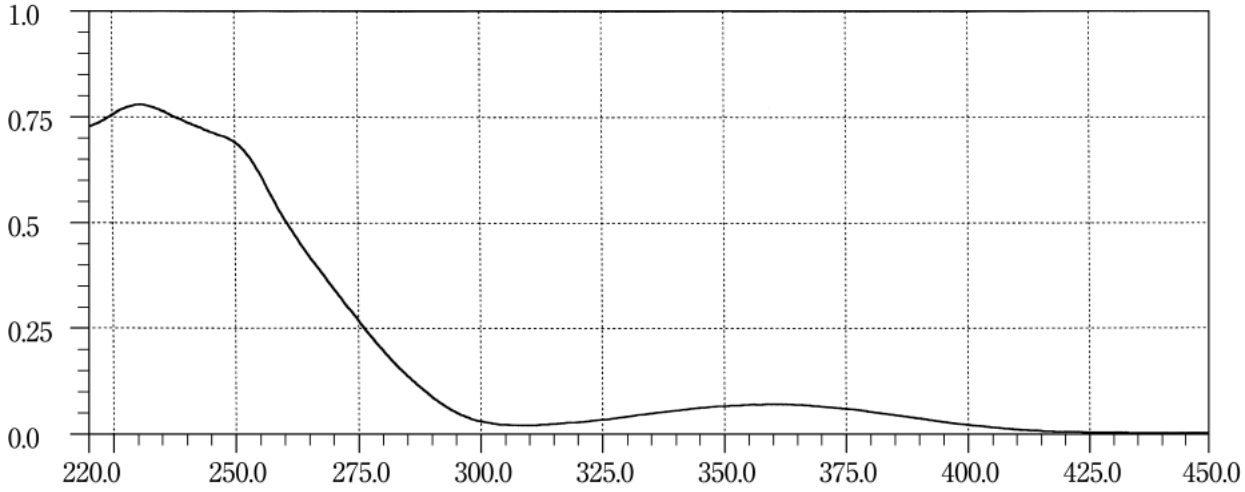
メコバラミン２



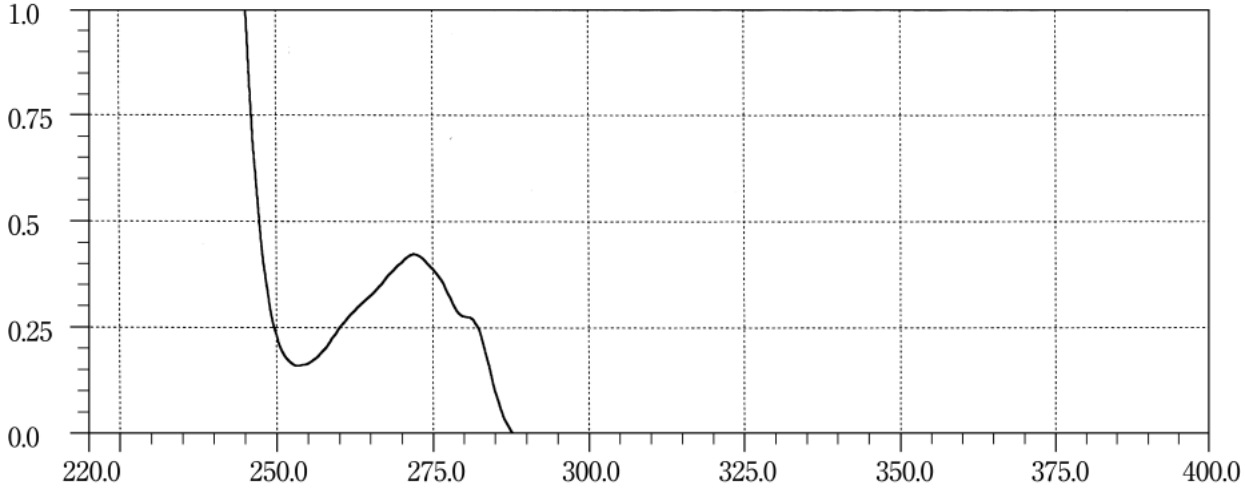
メストラノール



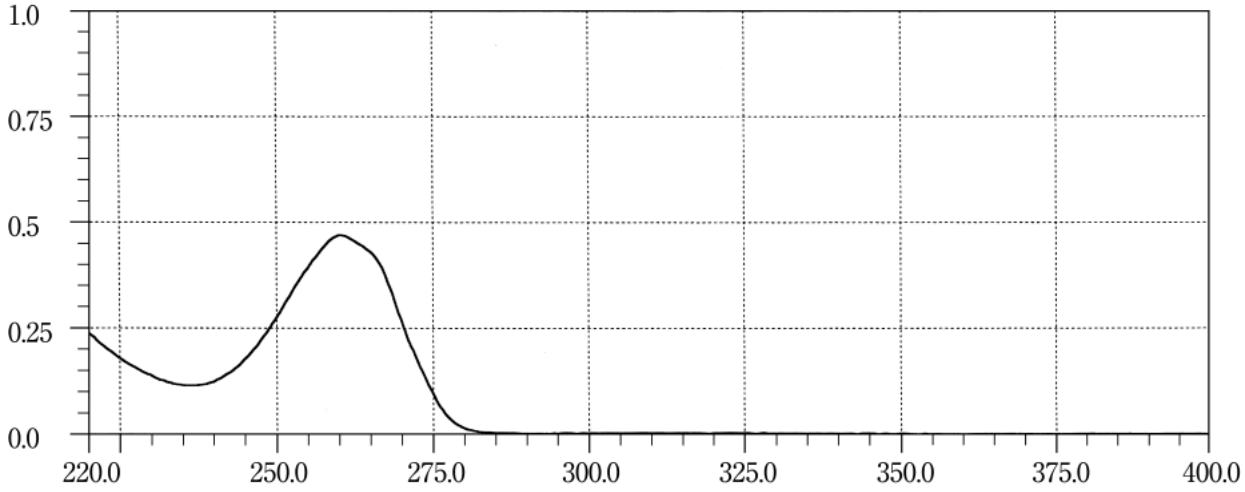
メダゼパム



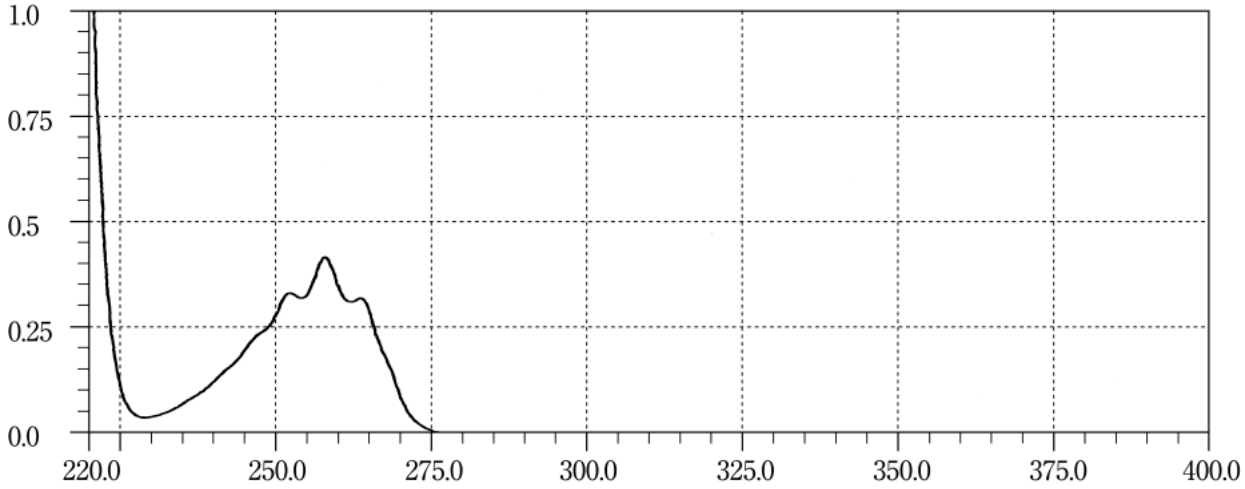
メチクラン



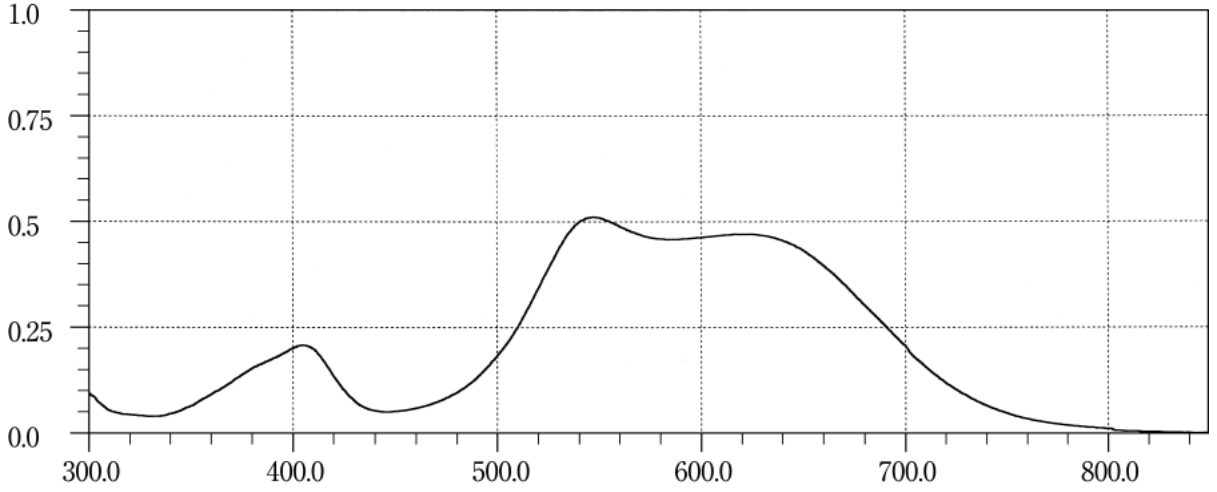
メチラポン



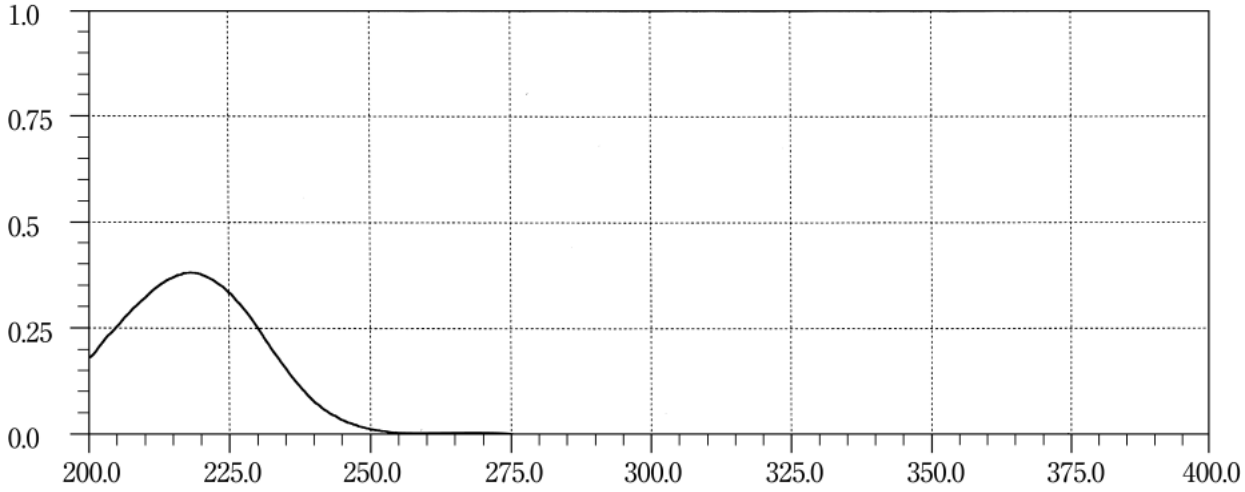
dl－メチルエフェドリン塩酸塩



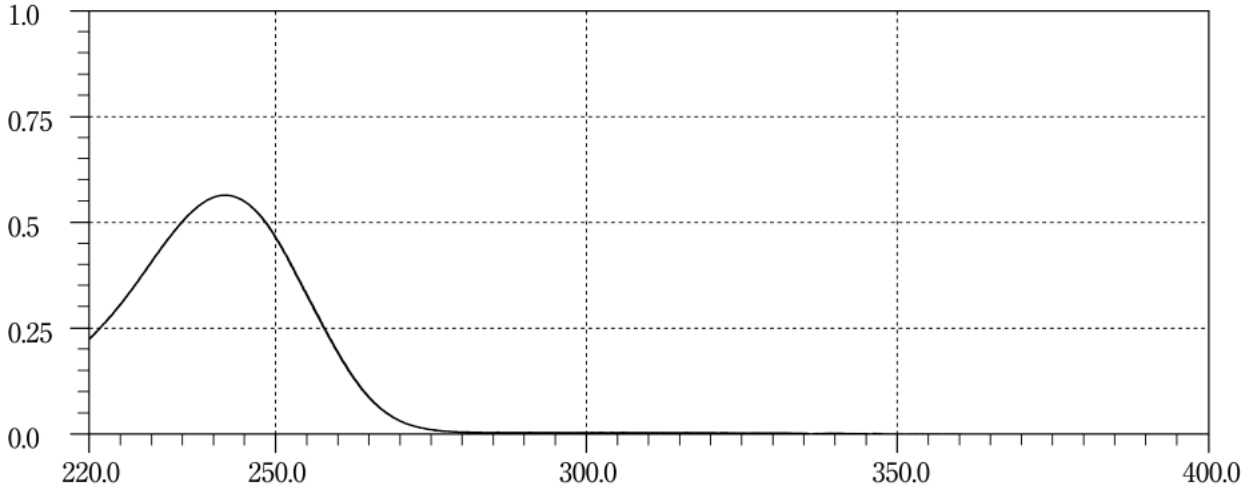
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩



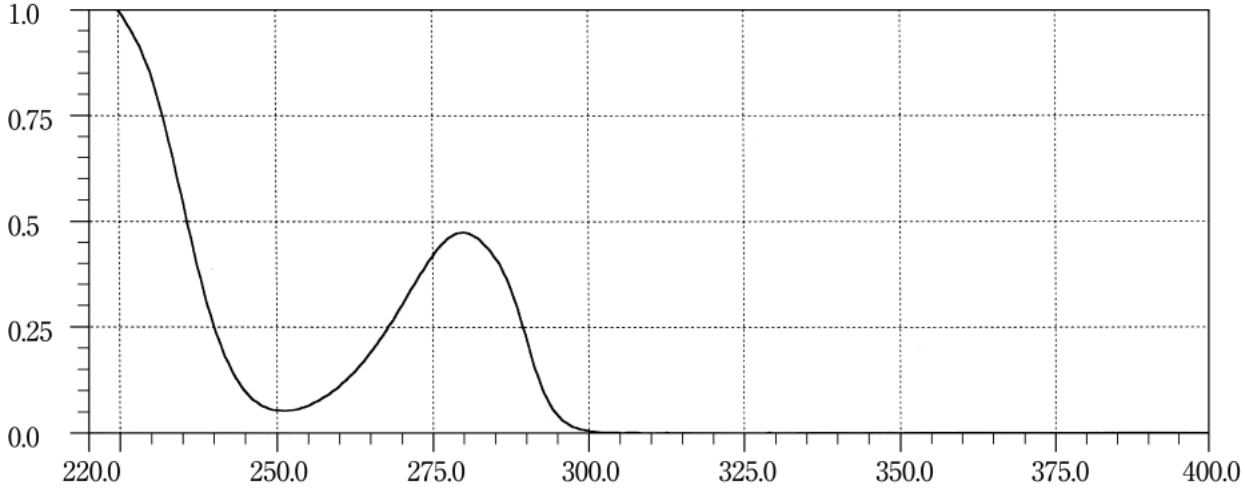
メチルジゴキシン



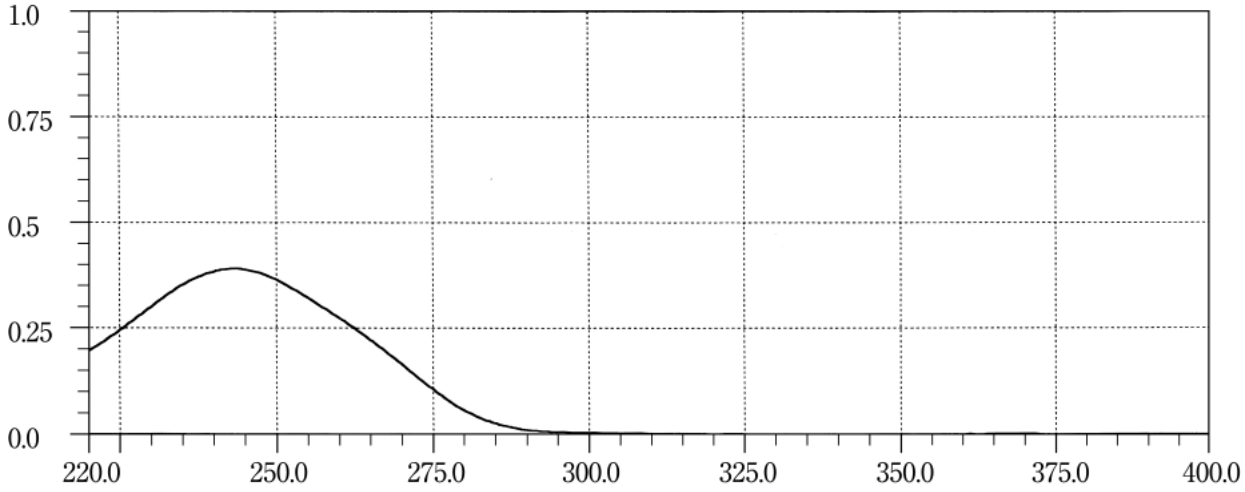
メチルテストステロン



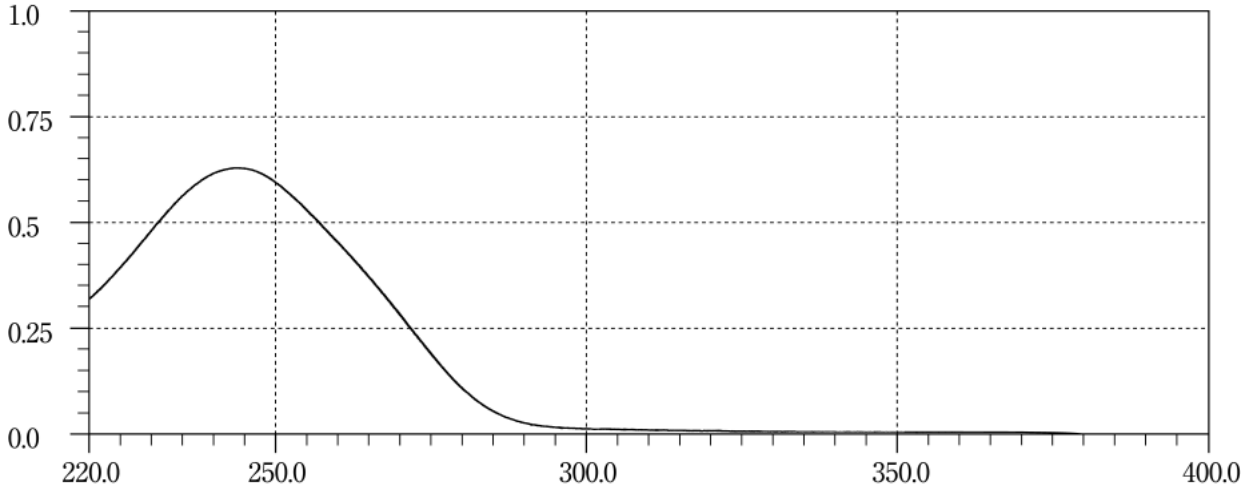
メチルドパ水和物



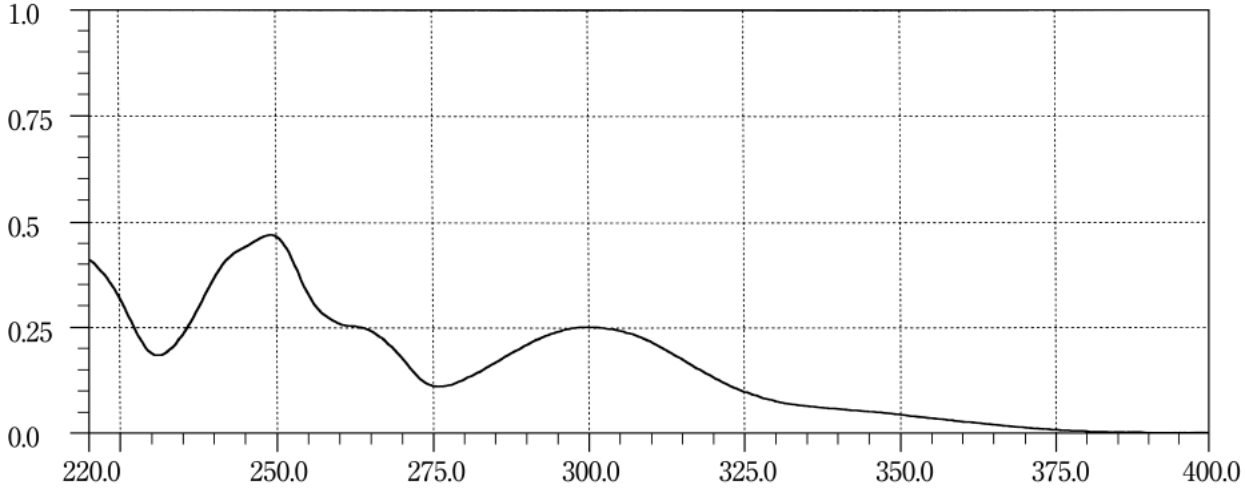
メチルプレドニゾロン



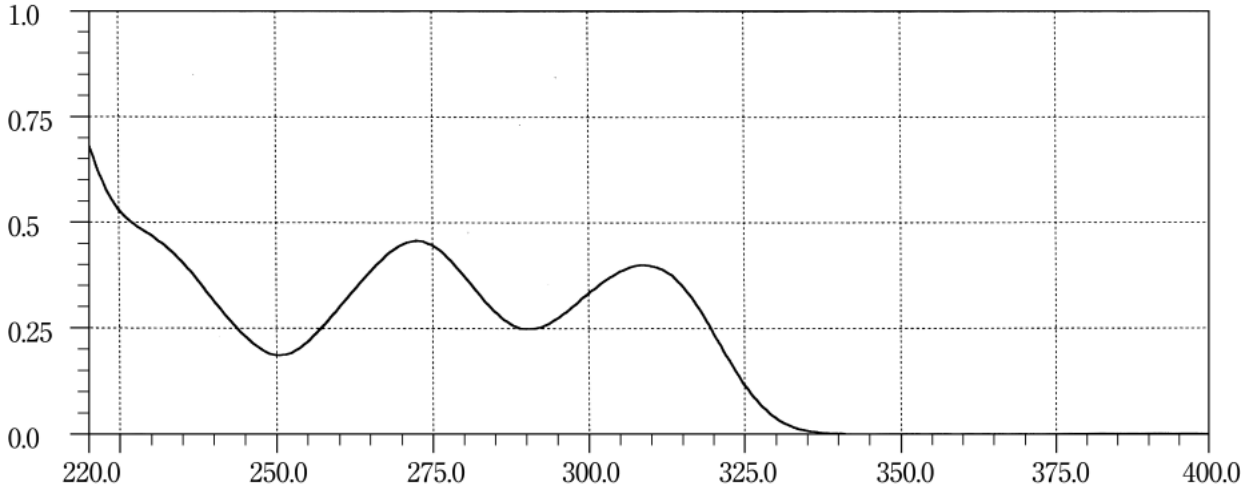
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル



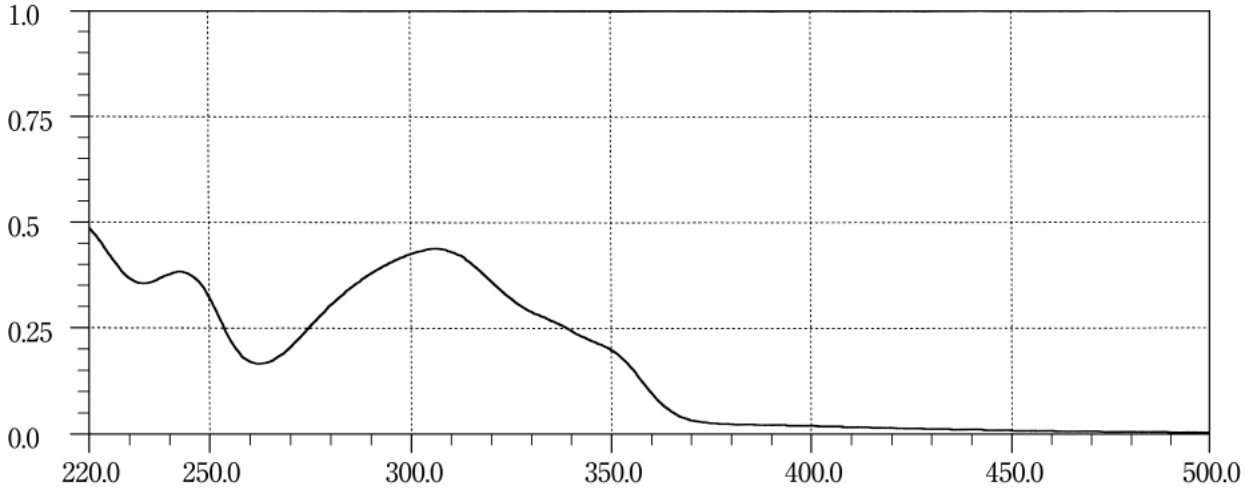
メトキサレン



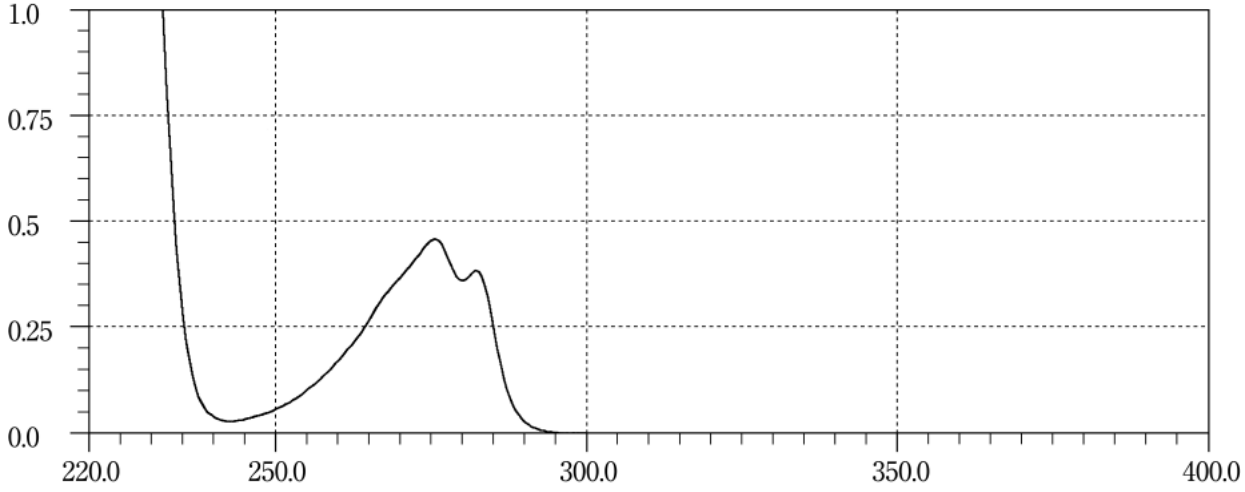
メトクロプラミド



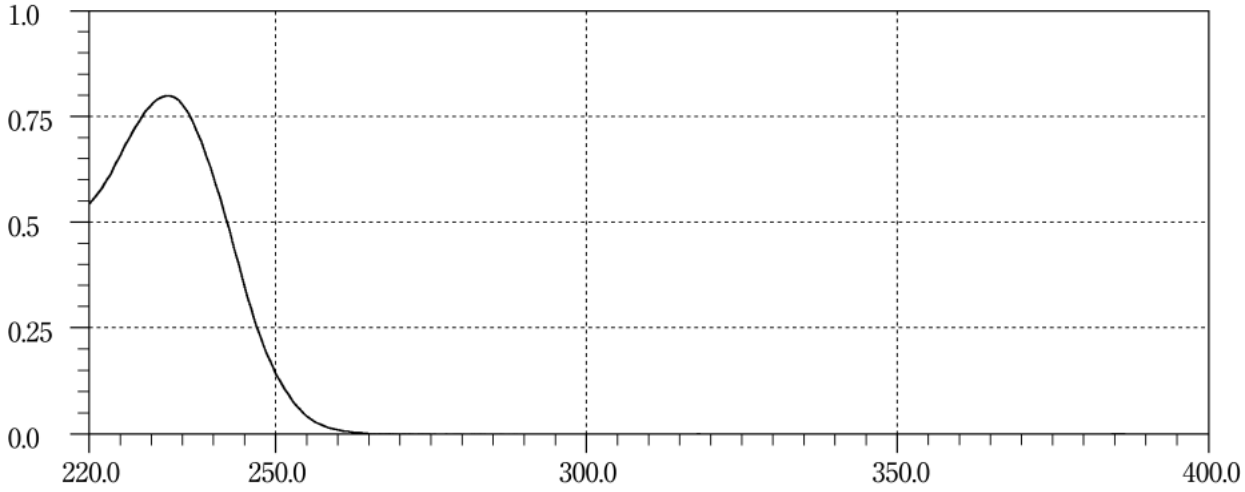
メトトレキサート



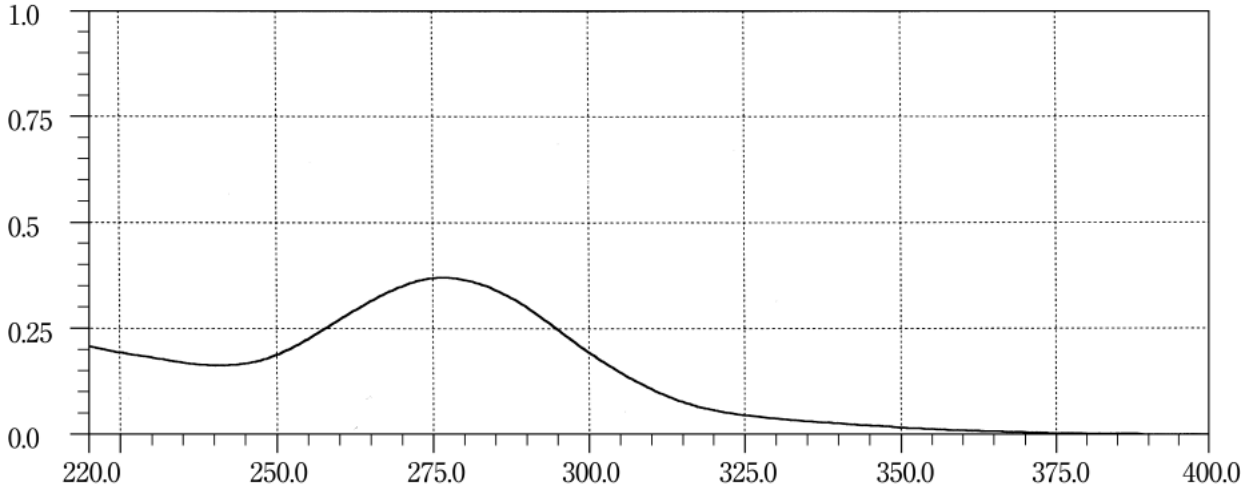
メトプロロール酒石酸塩



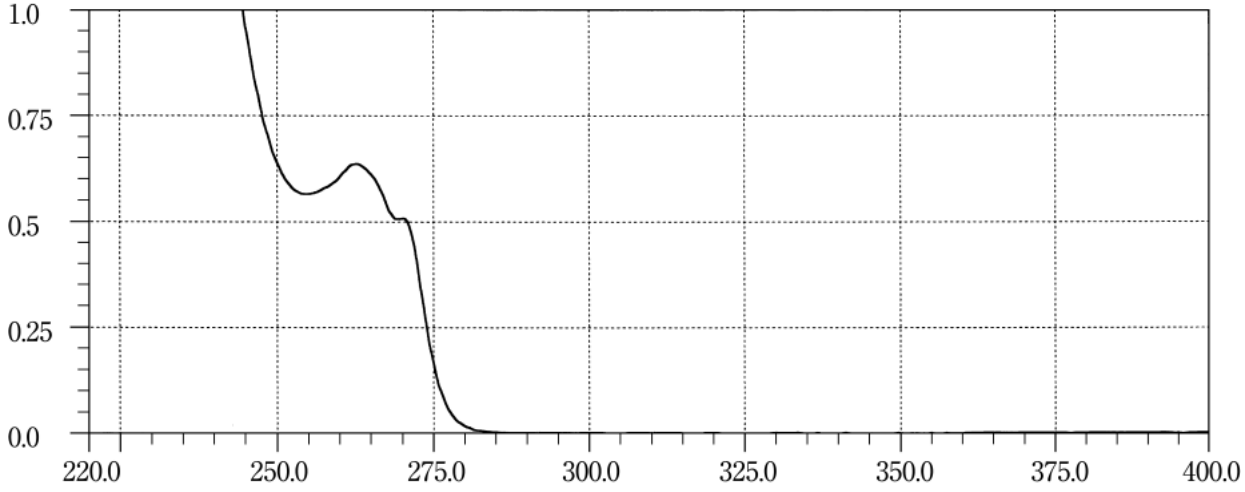
メトホルミン塩酸塩



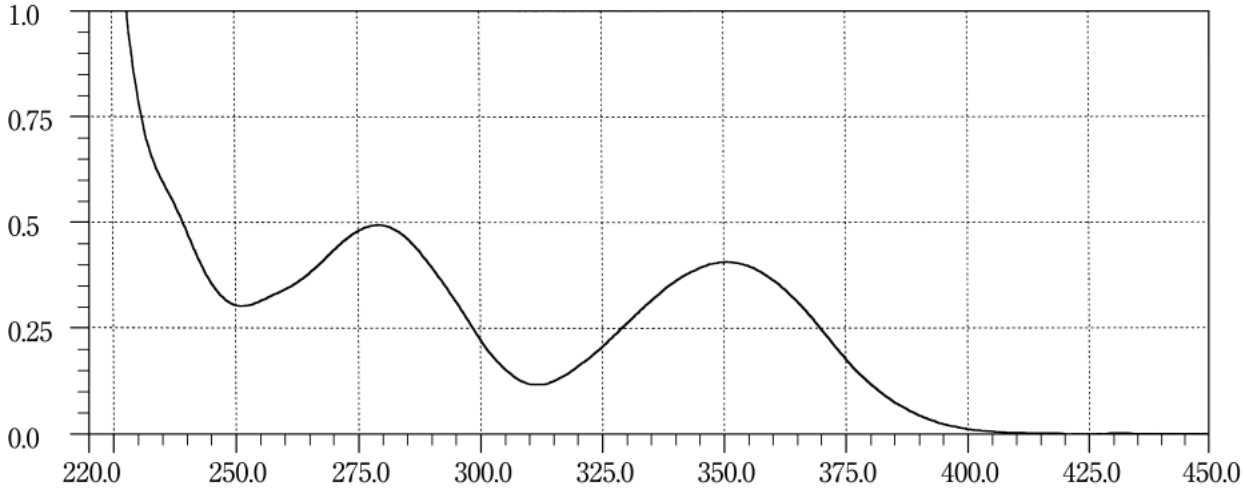
メトロニダゾール



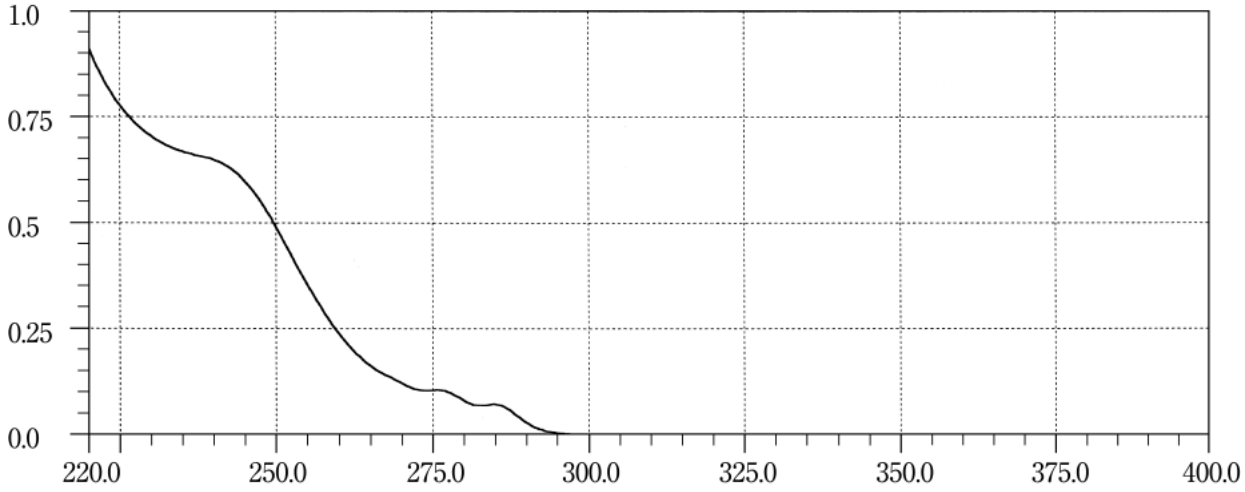
メピバカイン塩酸塩



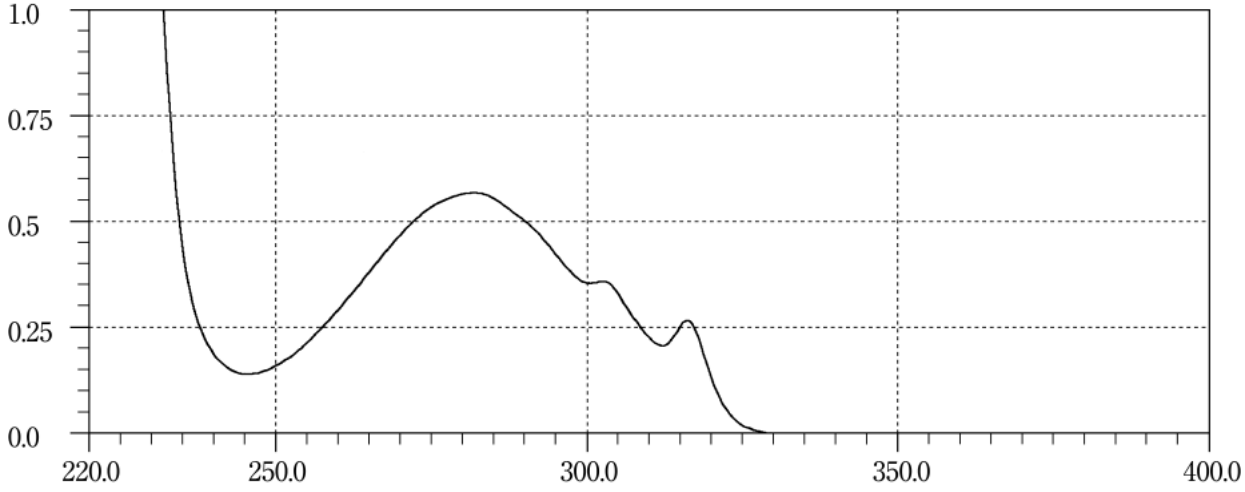
メフェナム酸



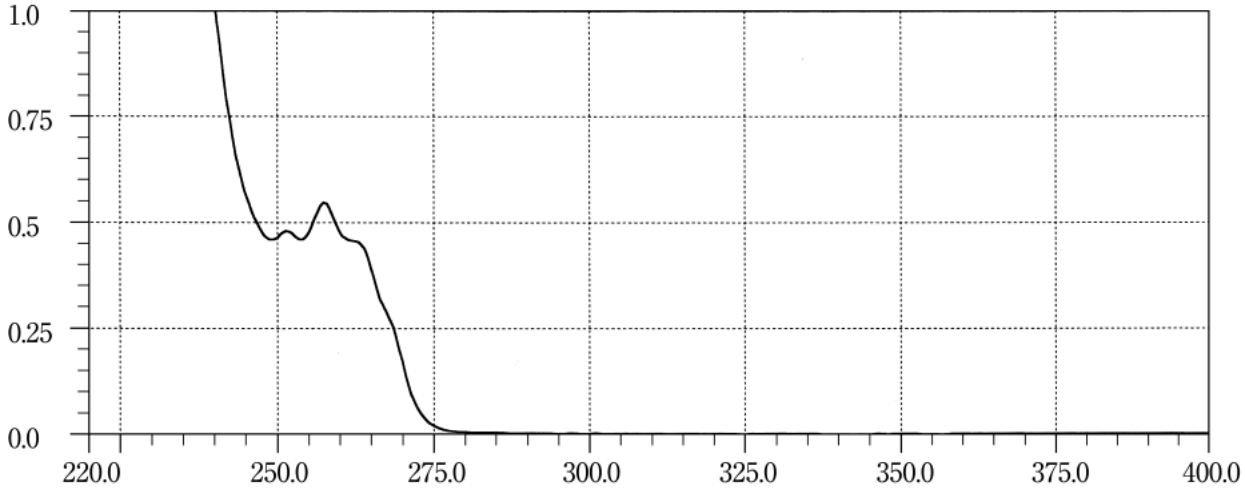
メフルシド



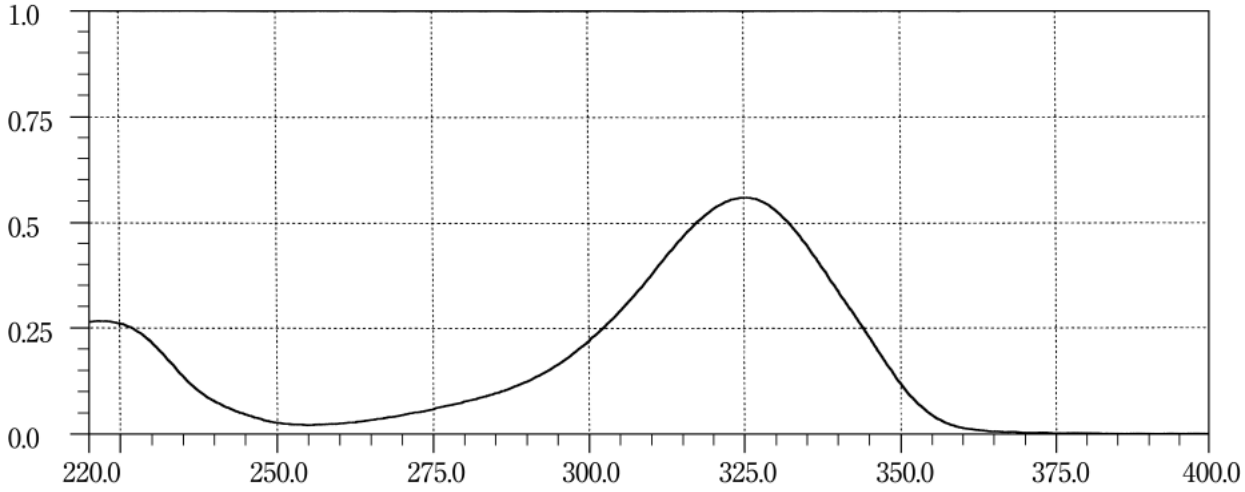
メフロキン塩酸塩



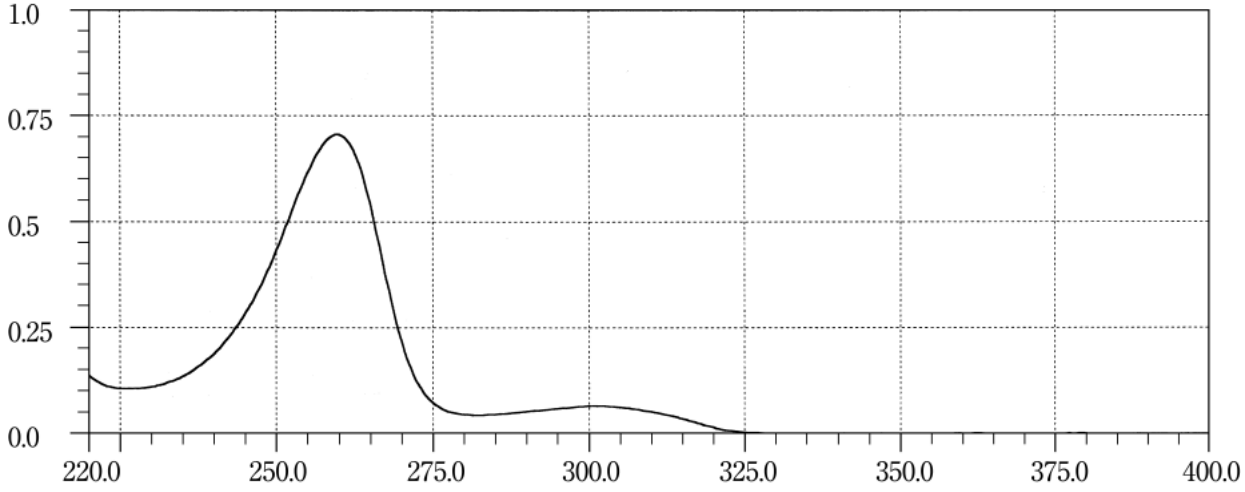
メペンゾラート臭化物



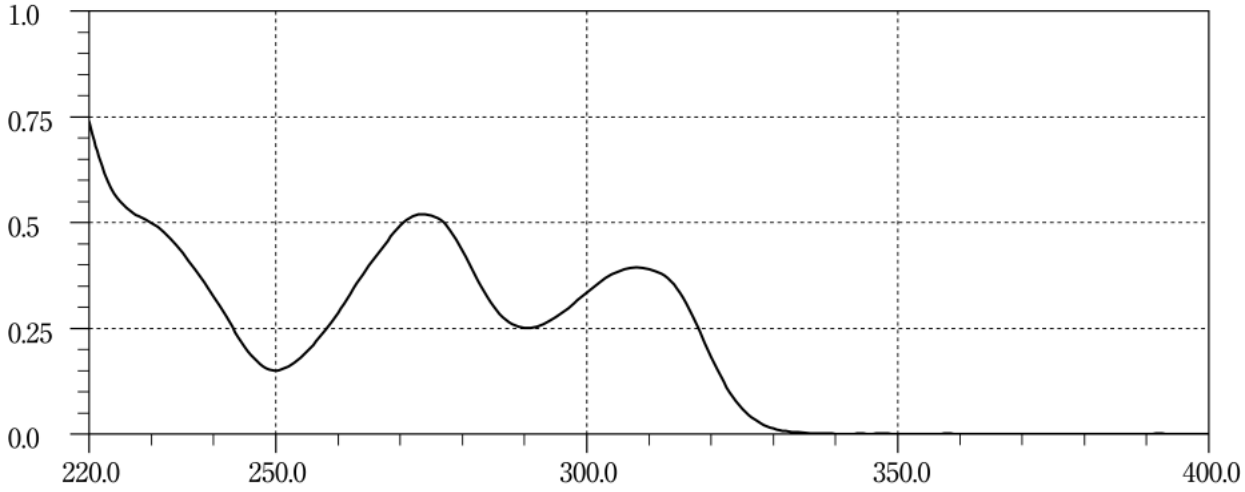
メルカプトプリン水和物



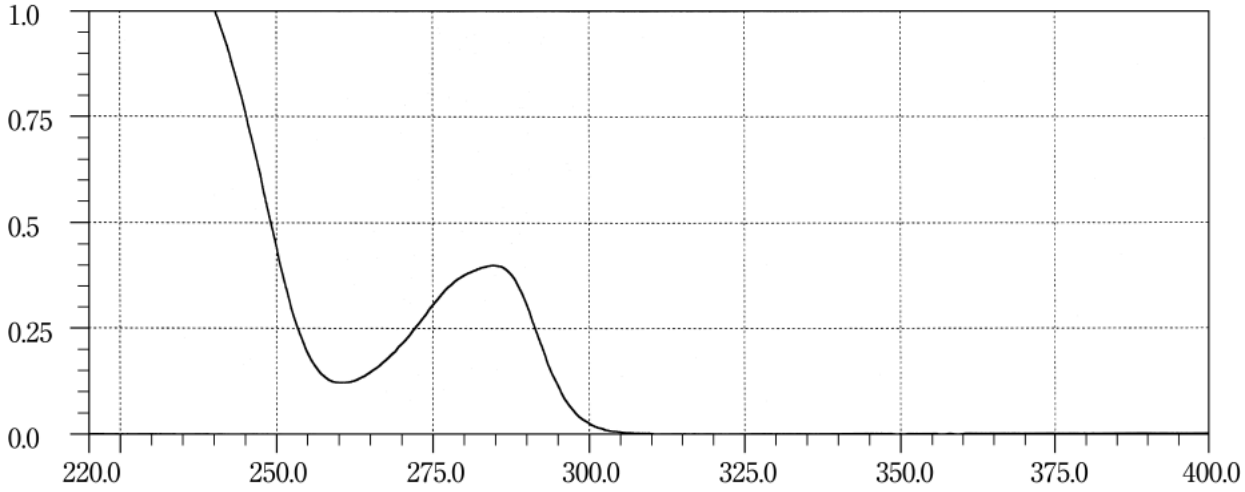
メルファラン



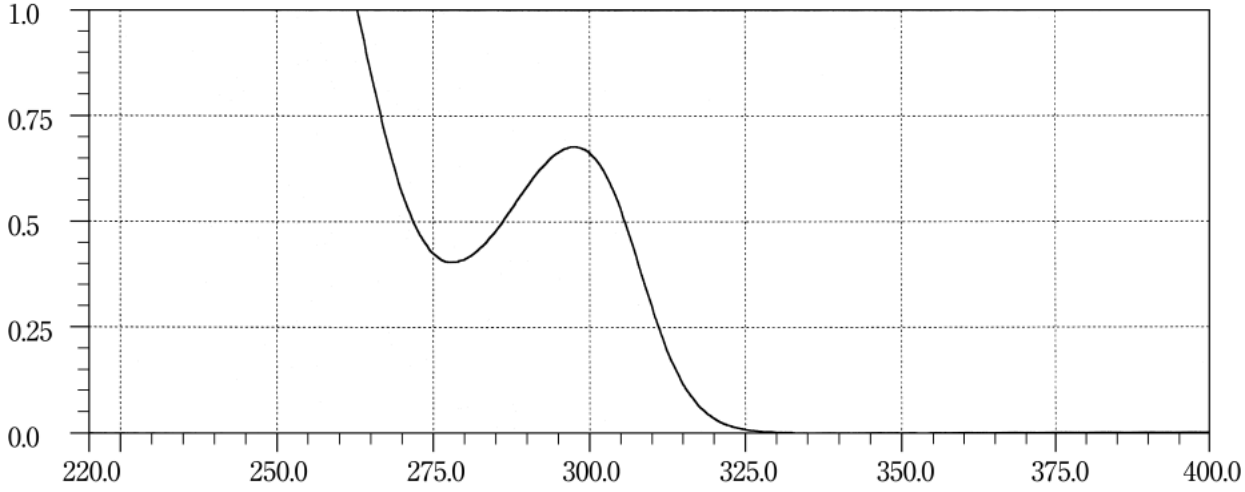
モサプリドクエン酸塩水和物



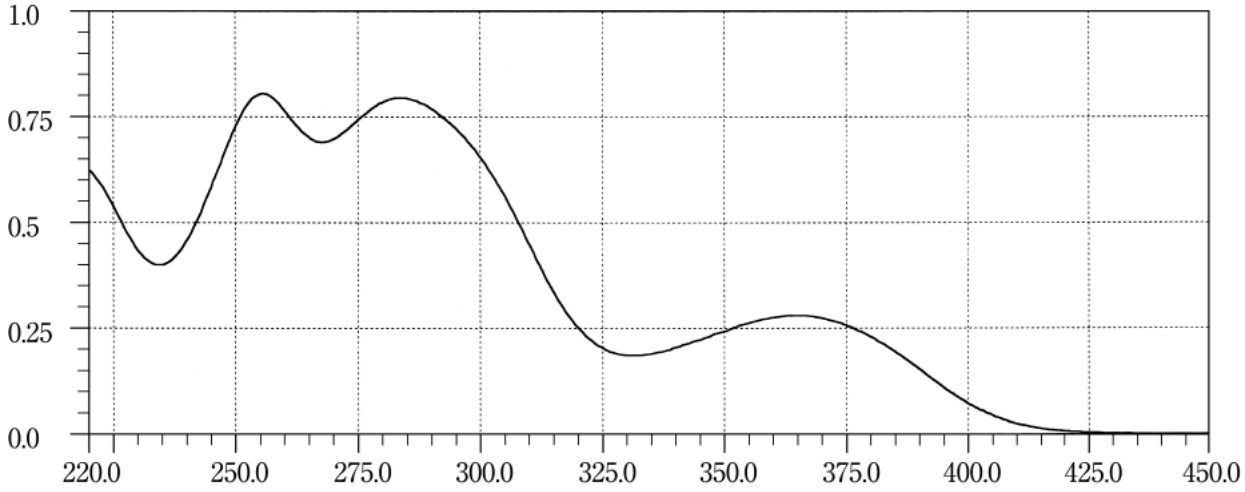
モルヒネ塩酸塩水和物 1



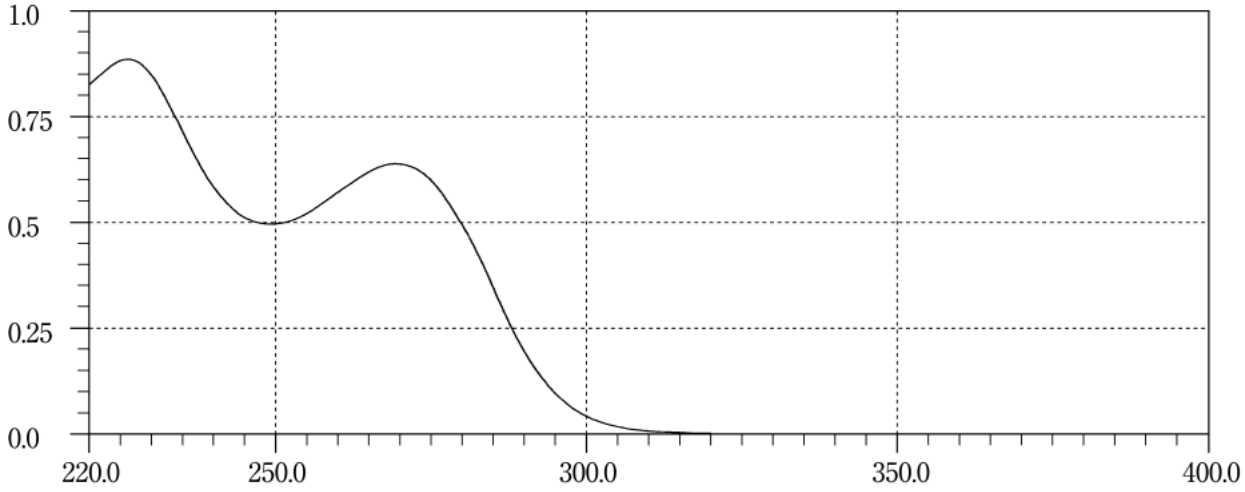
モルヒネ塩酸塩水和物 2



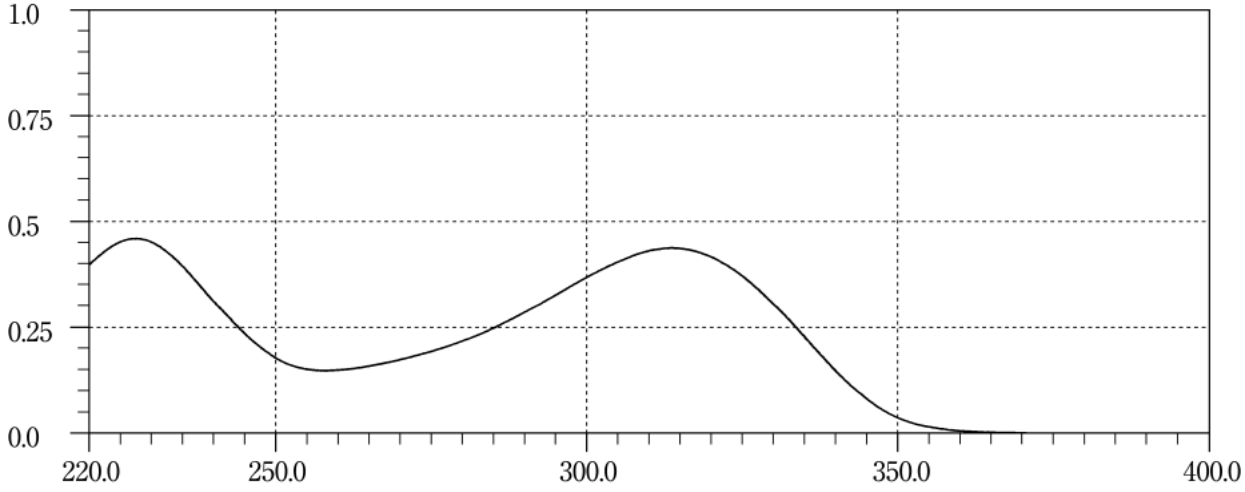
葉酸



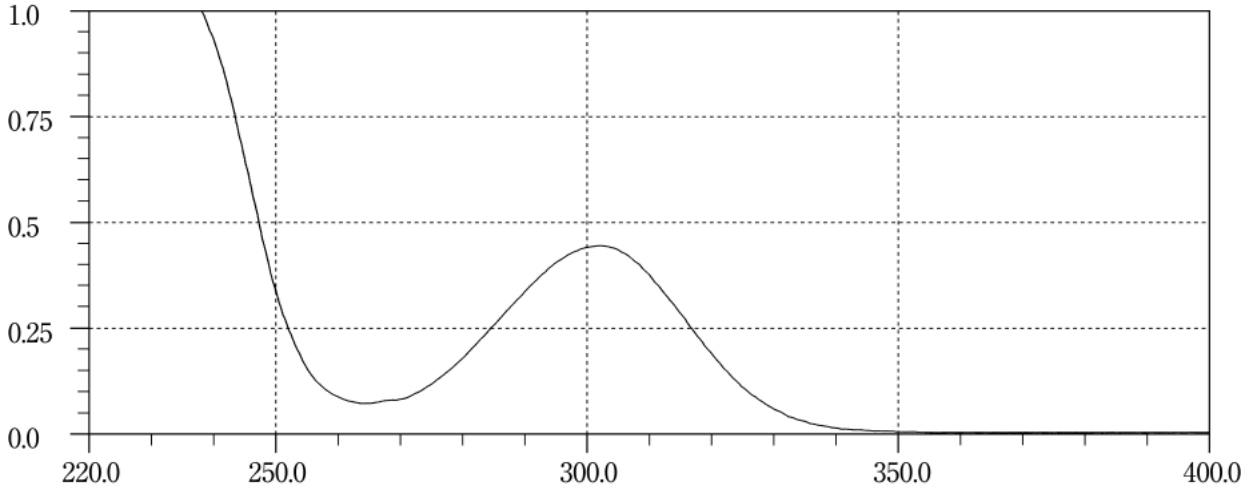
ラタモキセフナトリウム



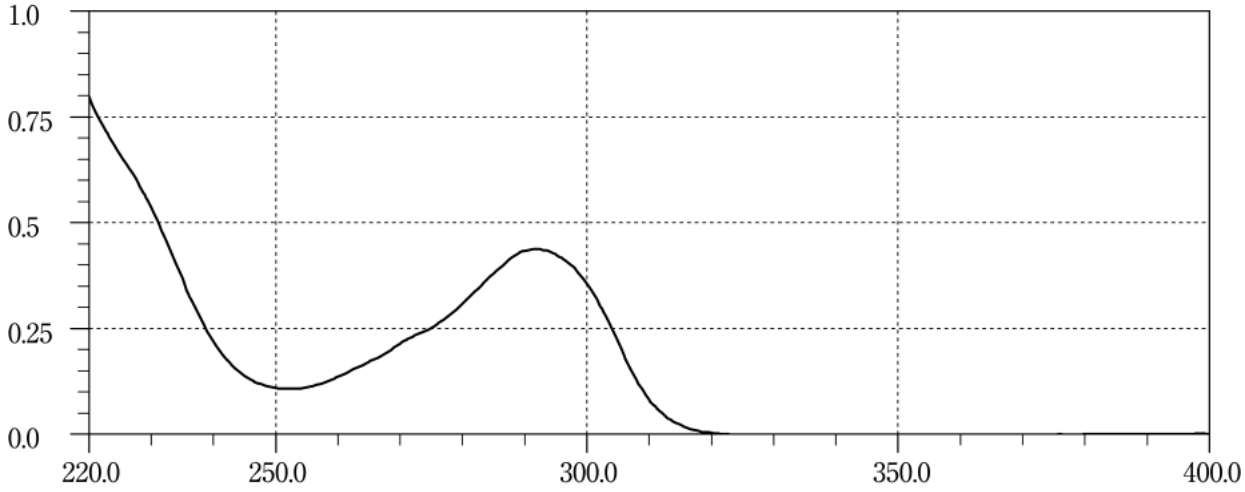
ラニチジン塩酸塩



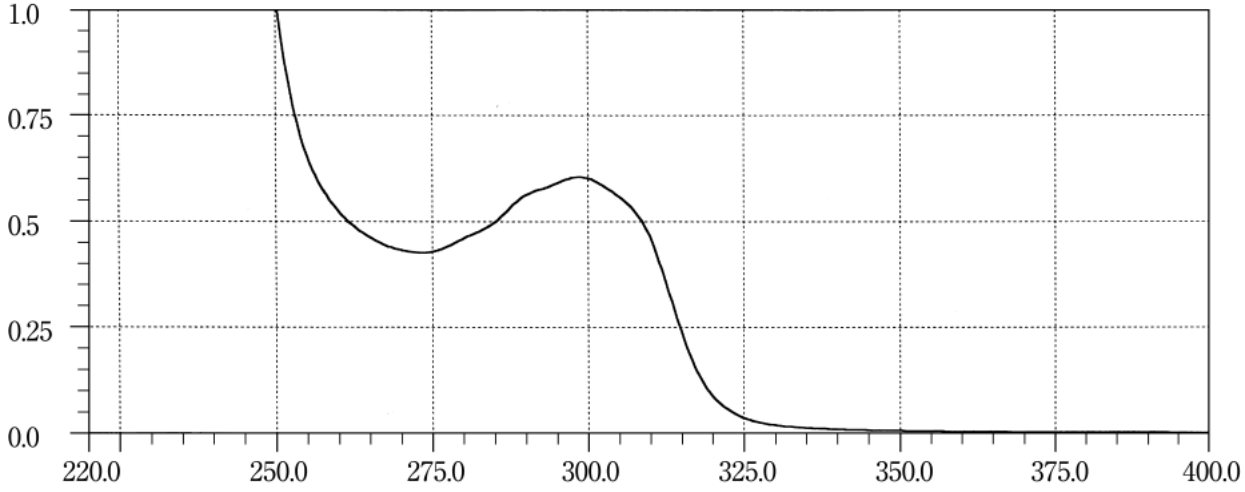
ラベタロール塩酸塩



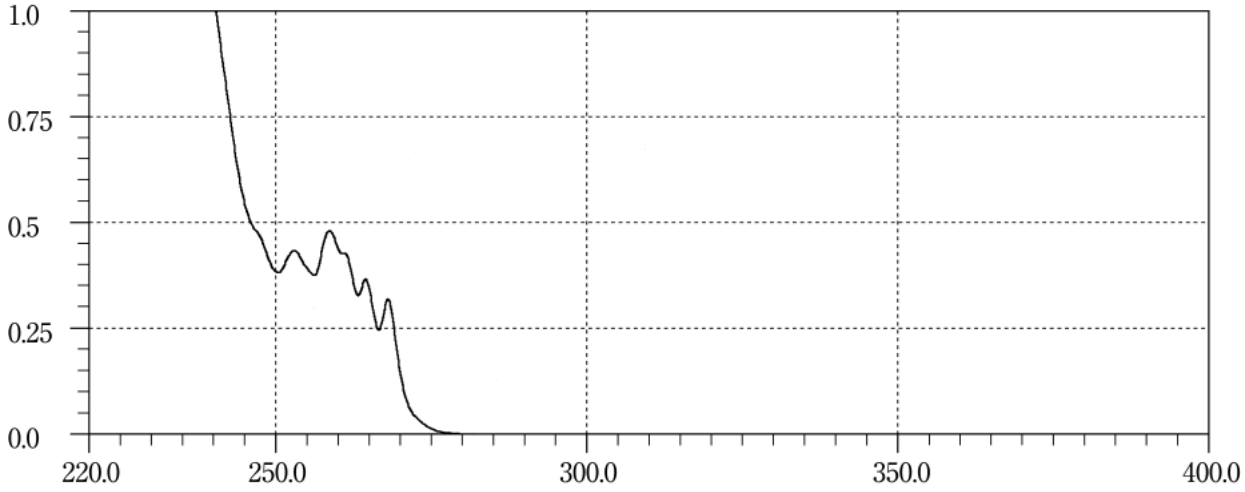
ラベプラゾールナトリウム



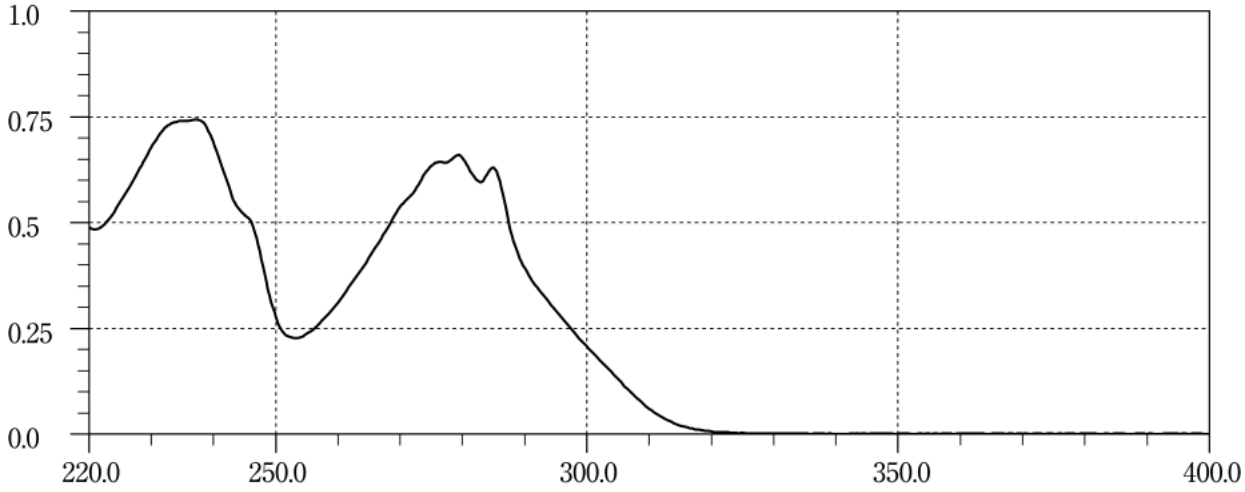
リオチロニンナトリウム



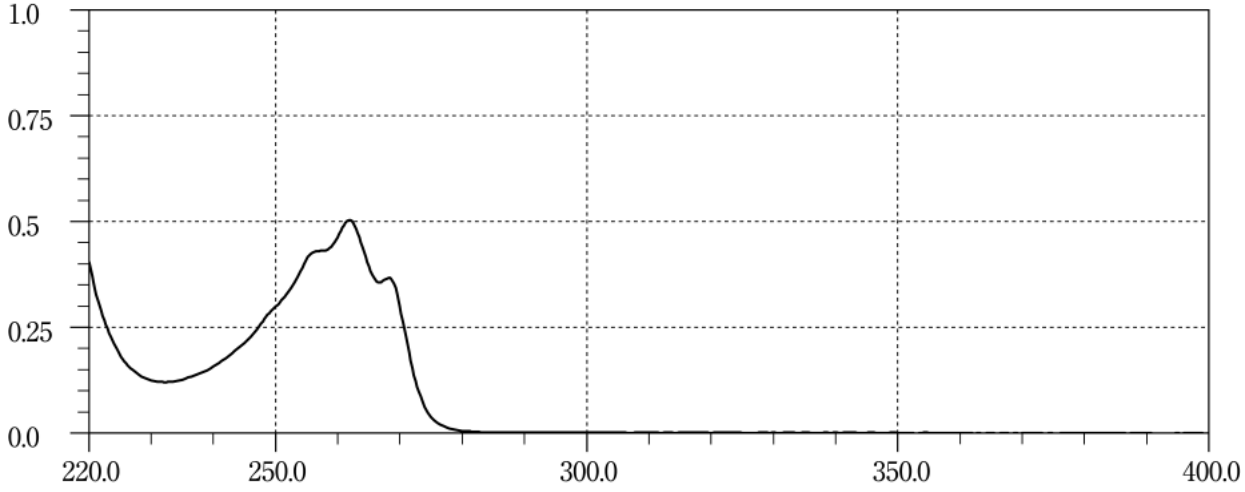
リシノプリル水和物



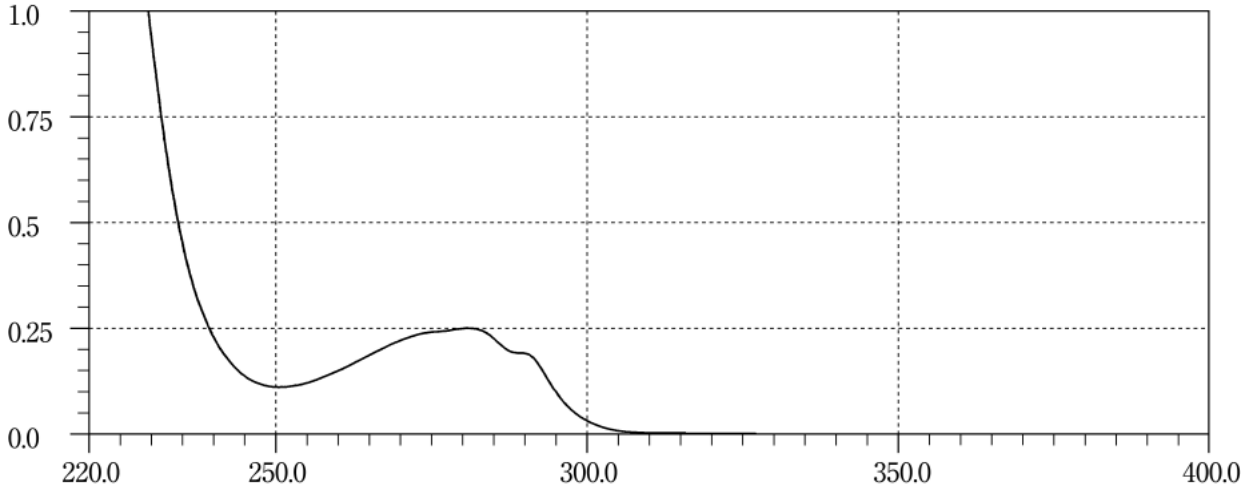
リスペリドン



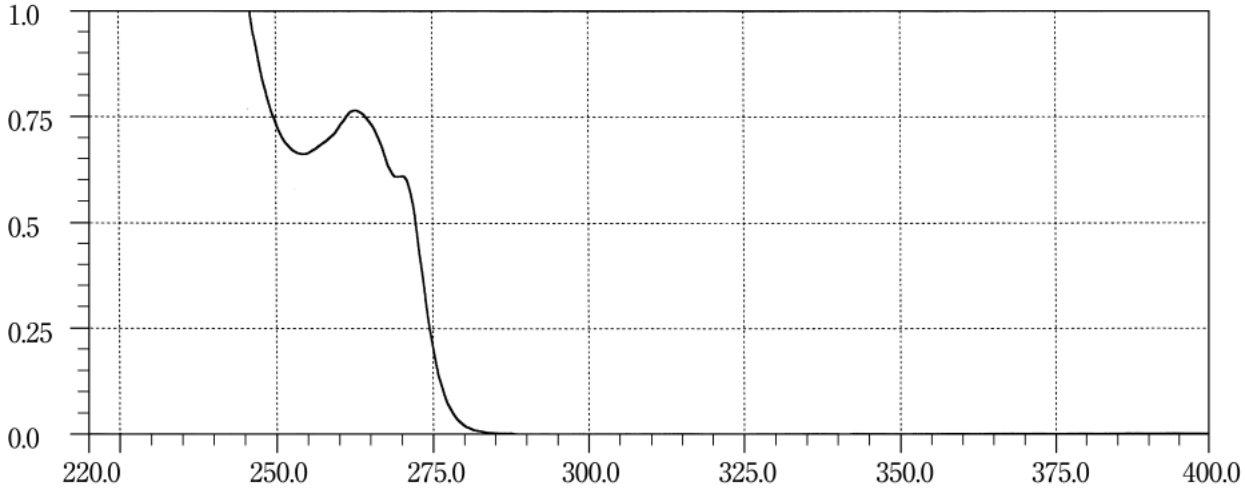
リセドロン酸ナトリウム水和物



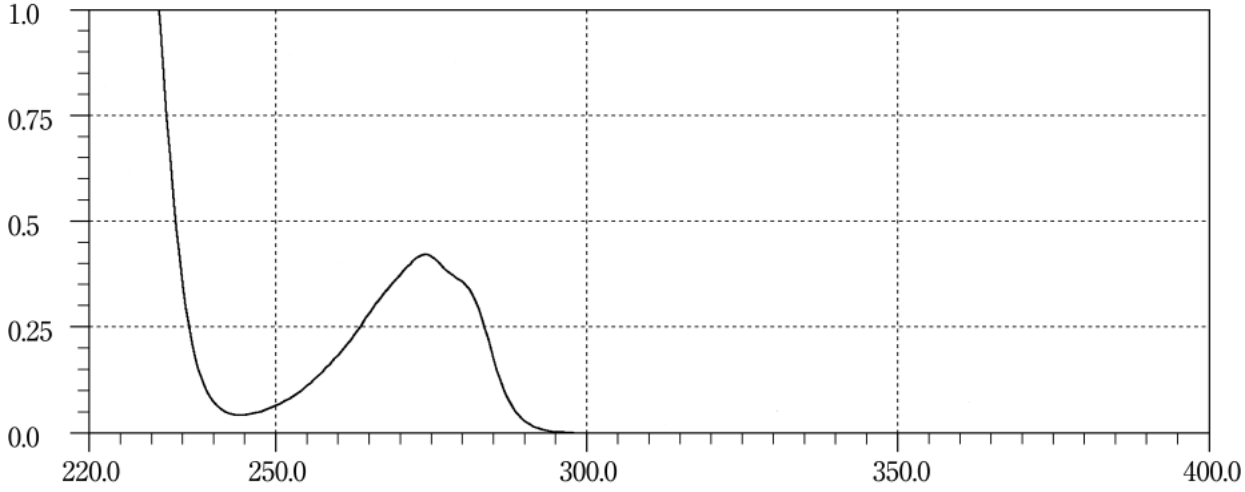
リゾチーム塩酸塩



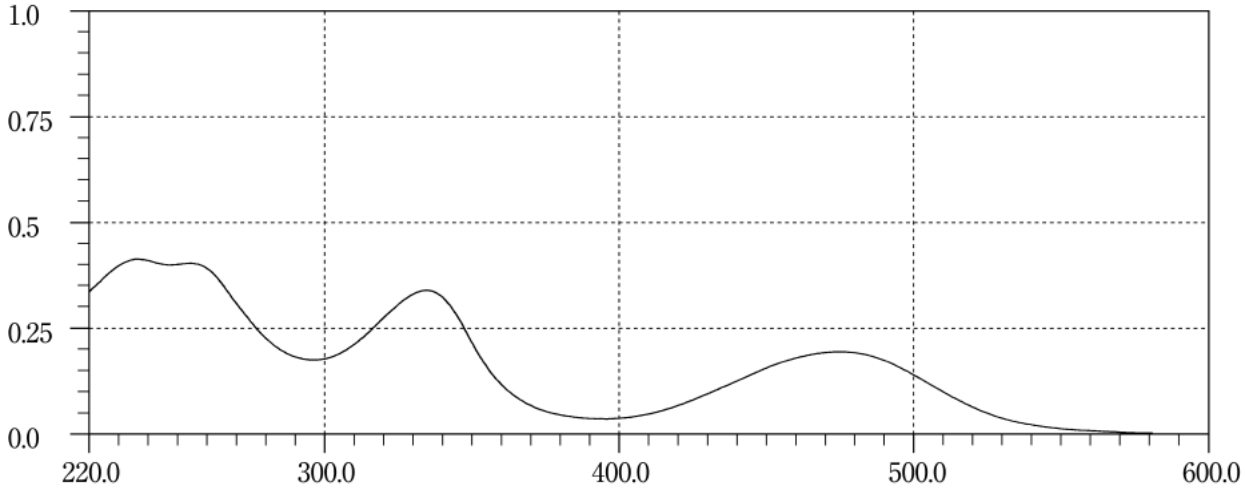
リドカイン



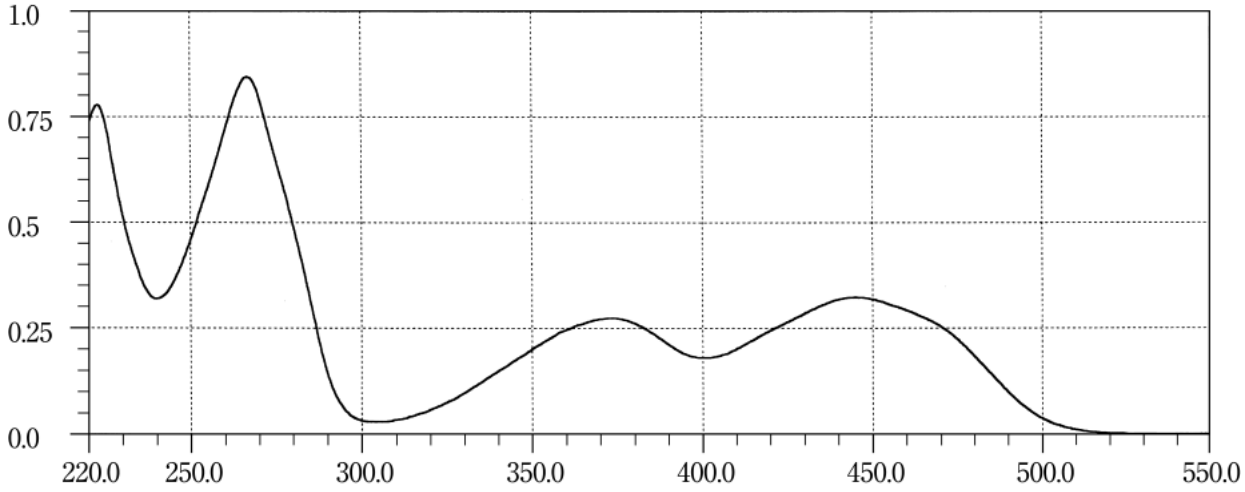
リトドリン塩酸塩



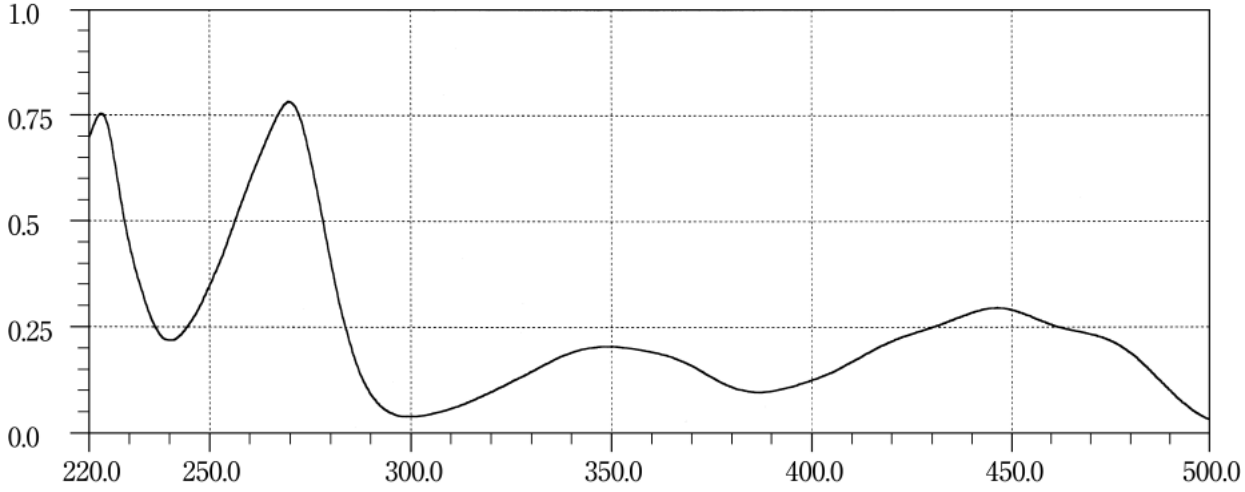
リファンピシン



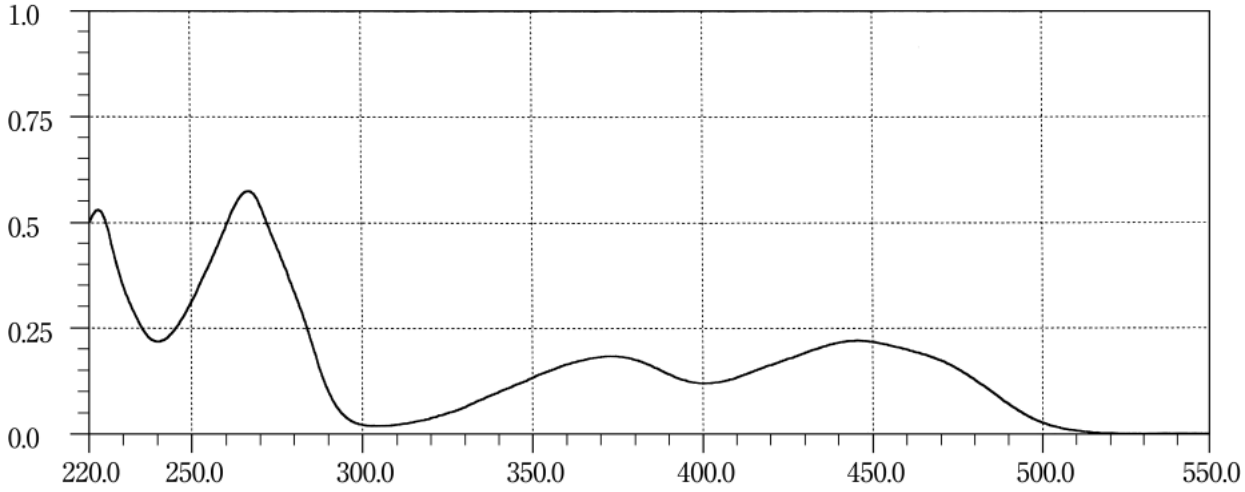
リボフラビン



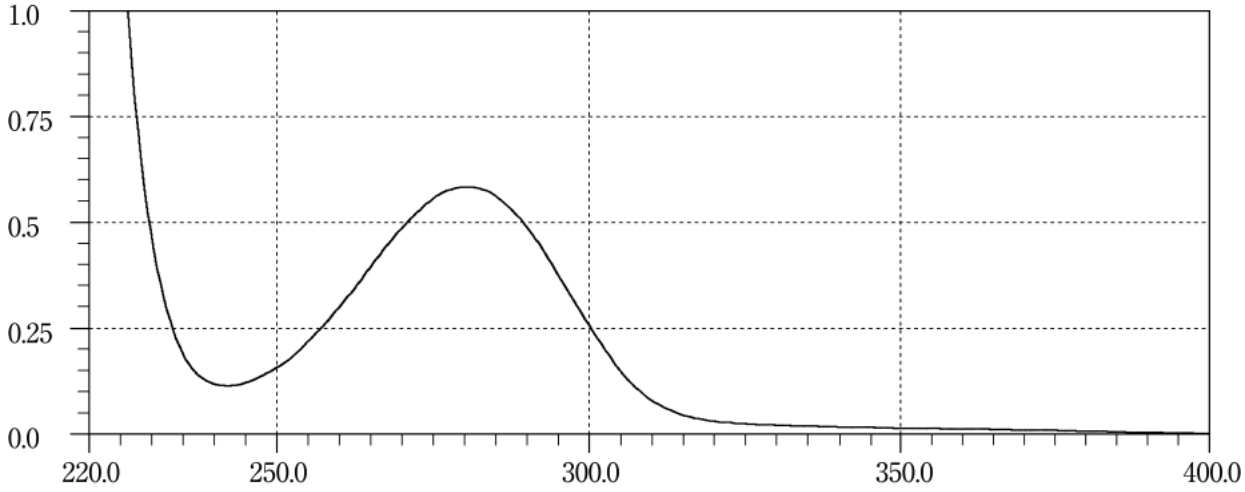
リボフラビン酪酸エステル



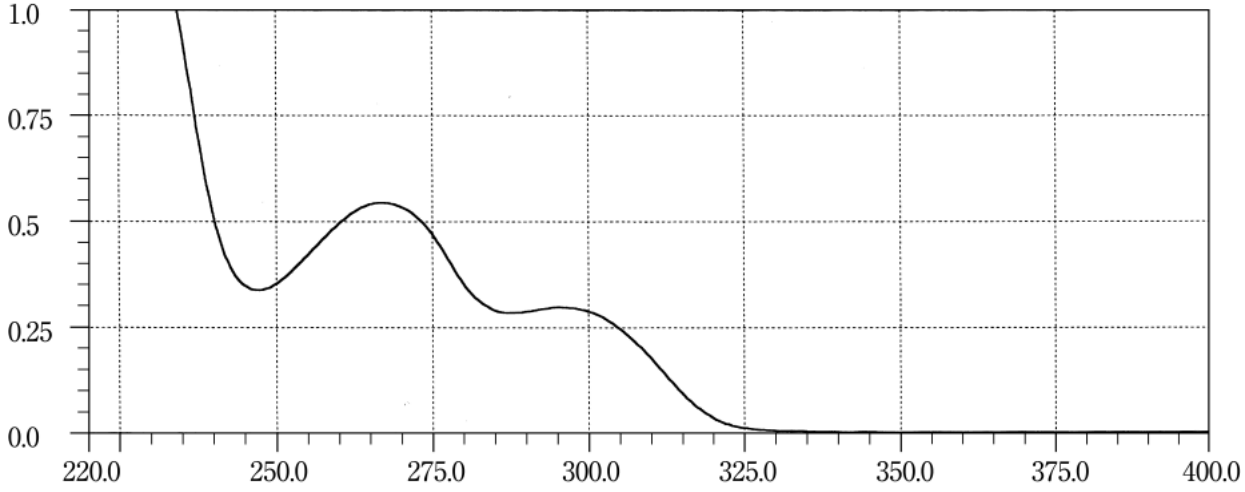
リボフラビンリン酸エステルナトリウム



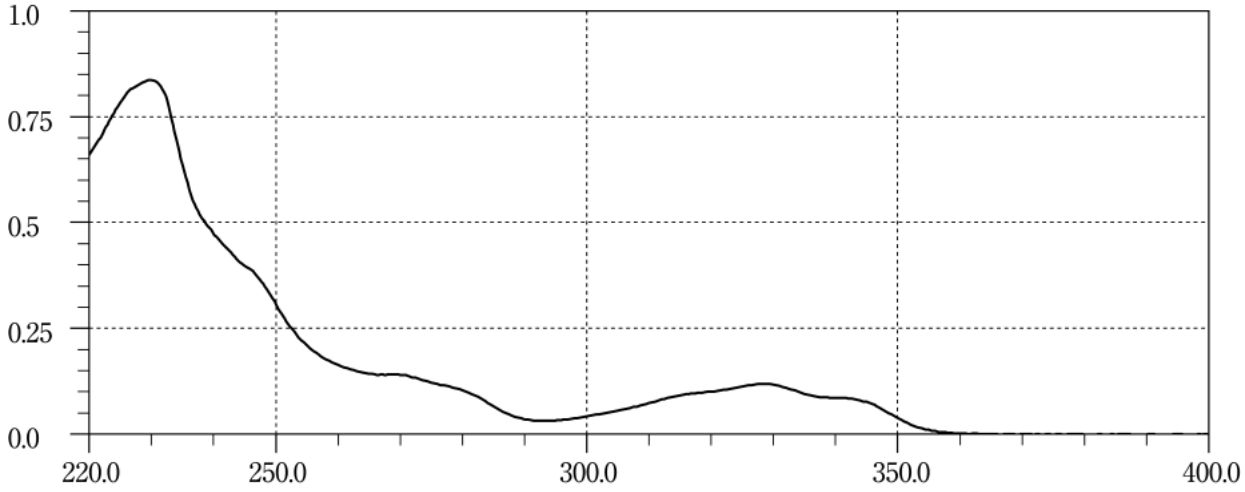
リマプロスト　アルファデクス



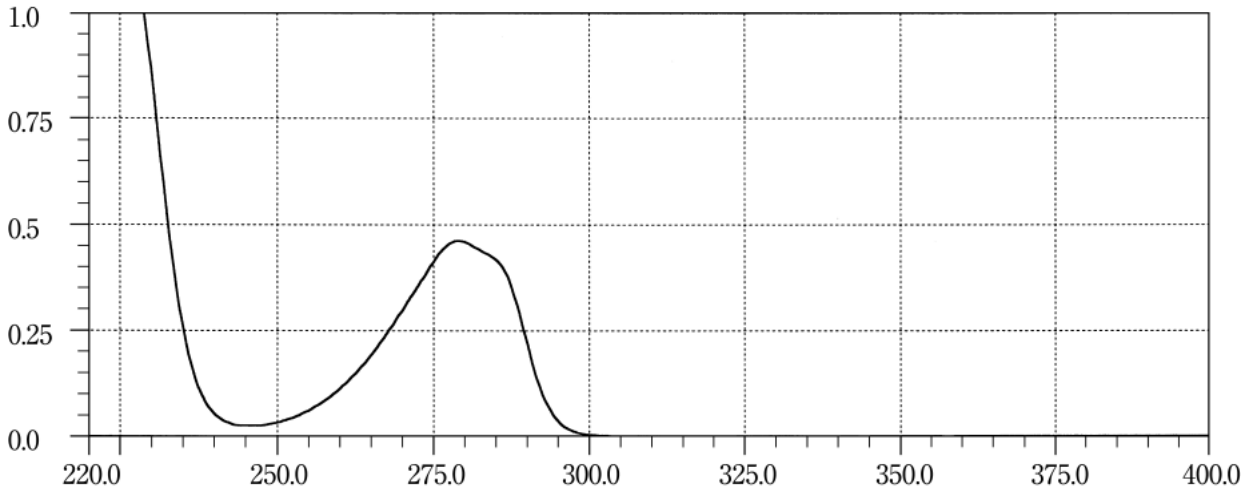
レセルピン



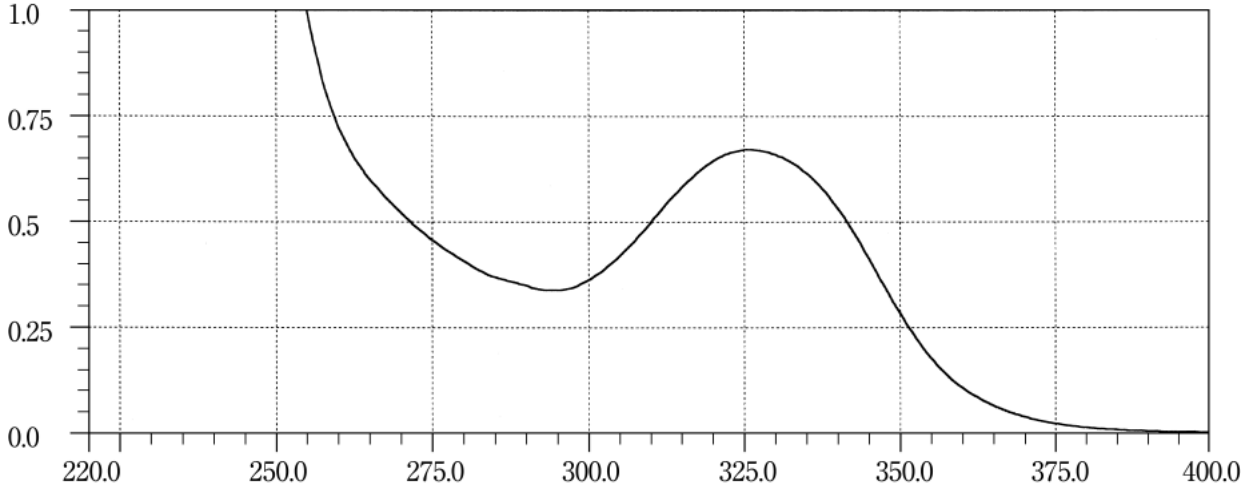
レバミピド



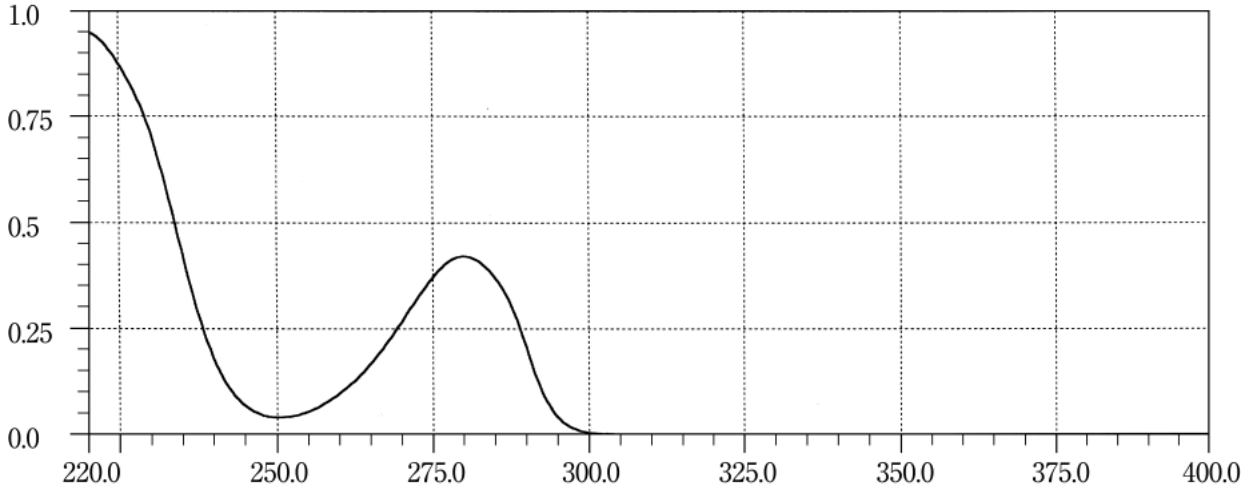
レバロルファン酒石酸塩



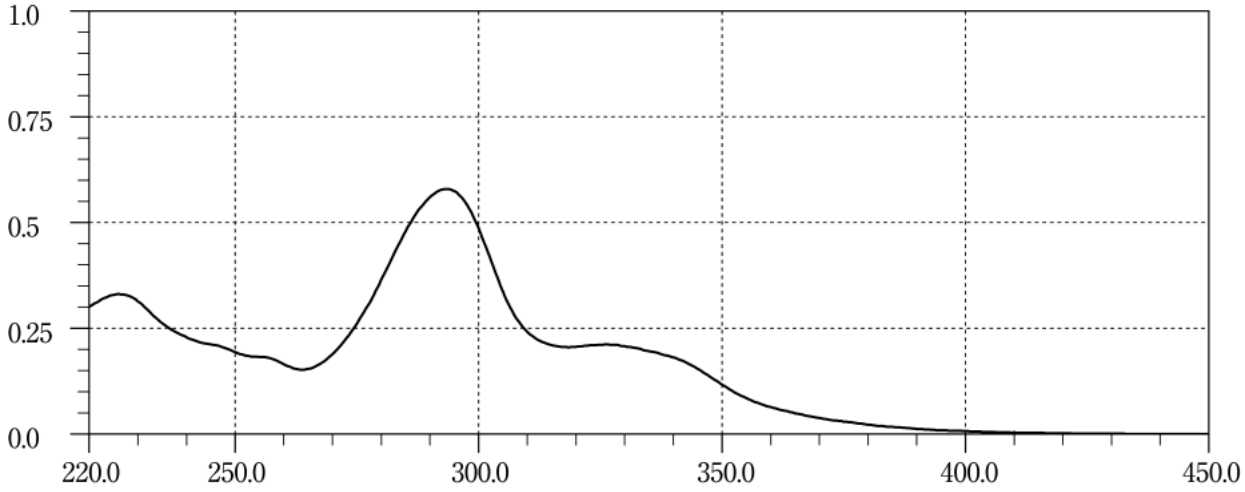
レボチロキシンナトリウム水和物



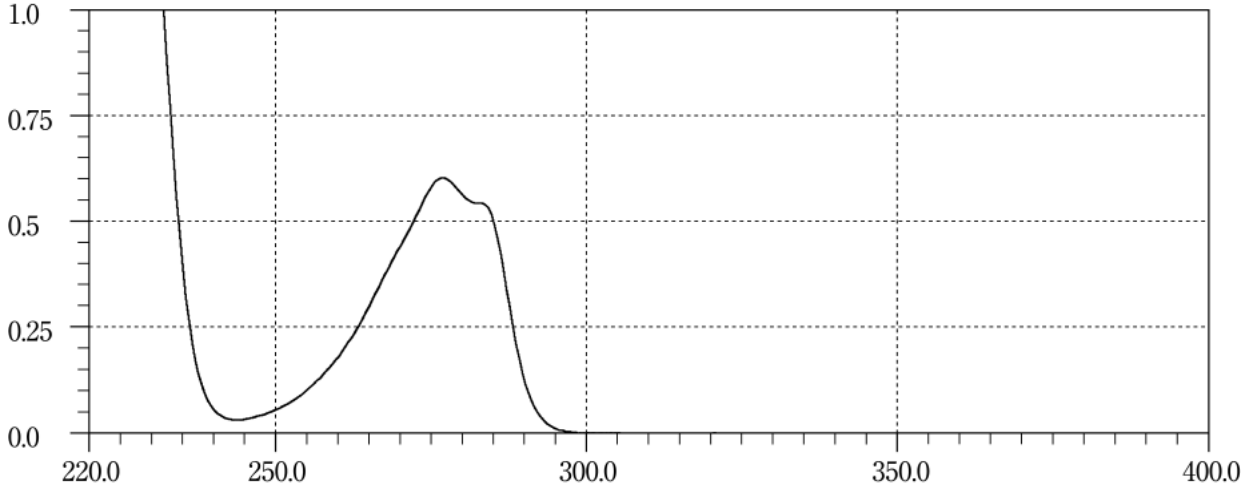
レボドパ



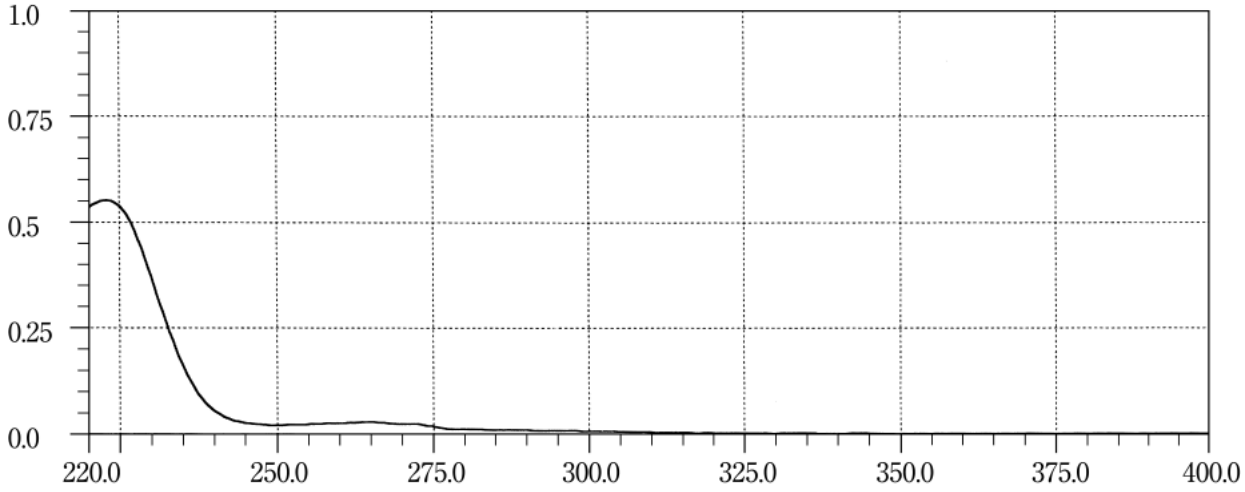
レボフロキサシン水和物



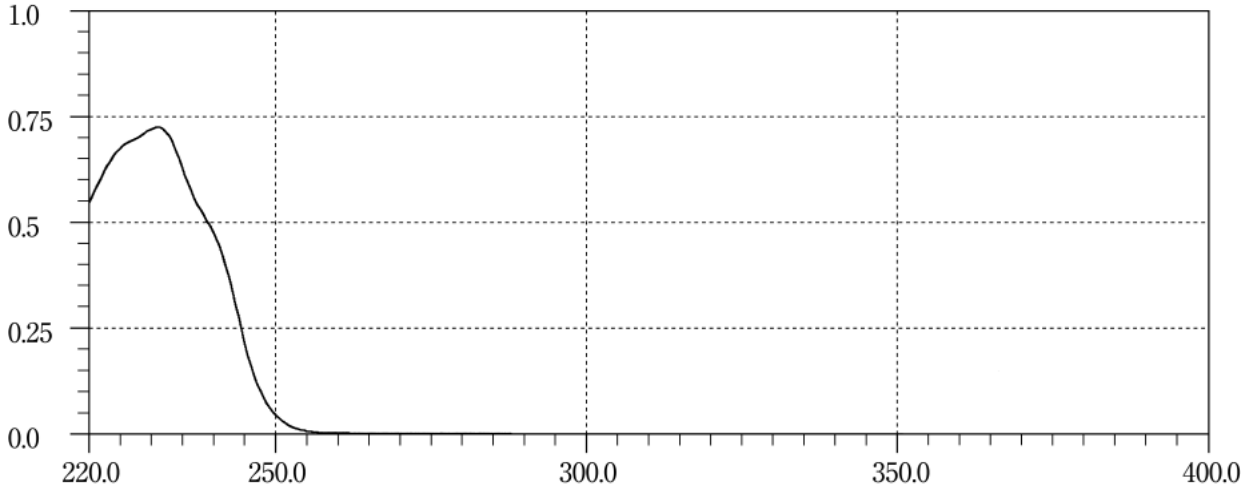
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩



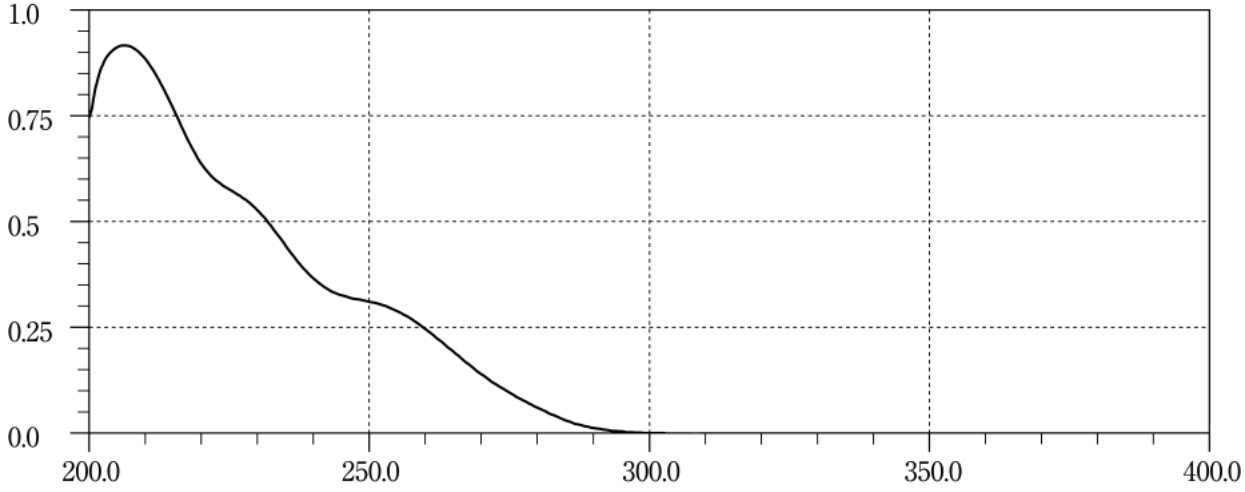
ロキソプロフェンナトリウム水和物



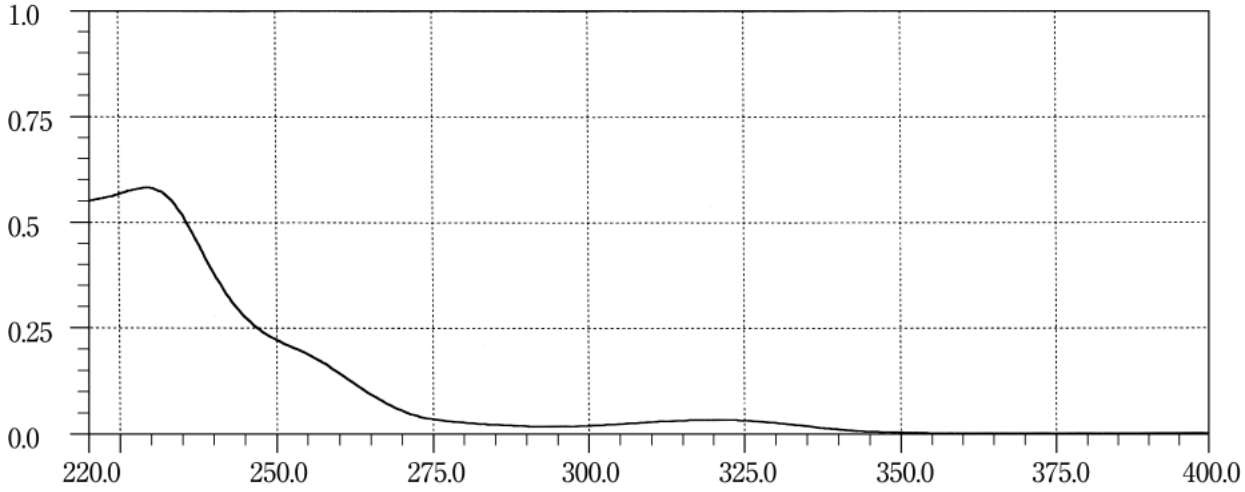
ロキタマイシン



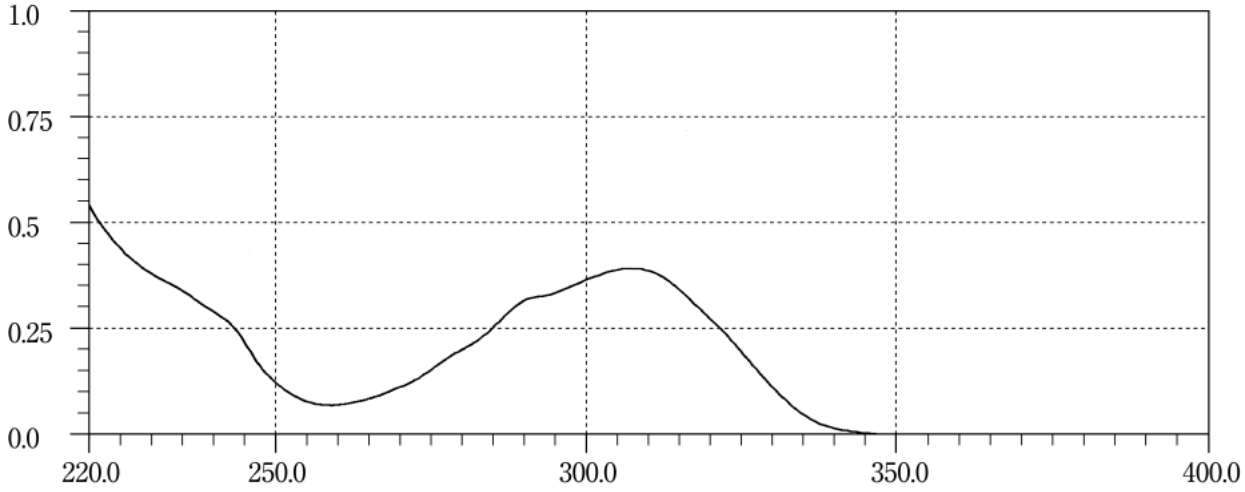
ロサルタンカリウム



ロラゼパム



ワルファリンカリウム

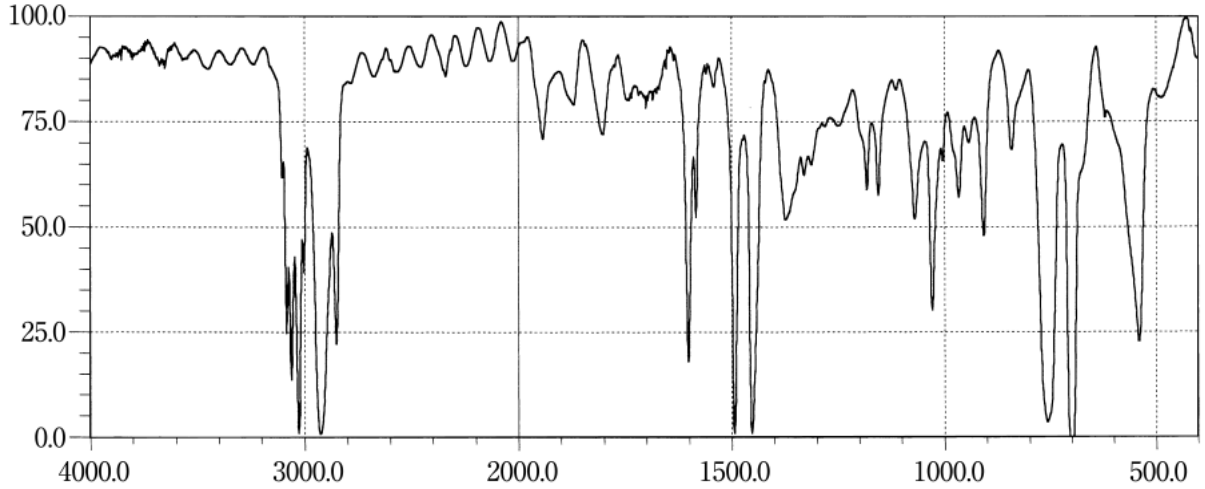


参照赤外吸収スペクトル

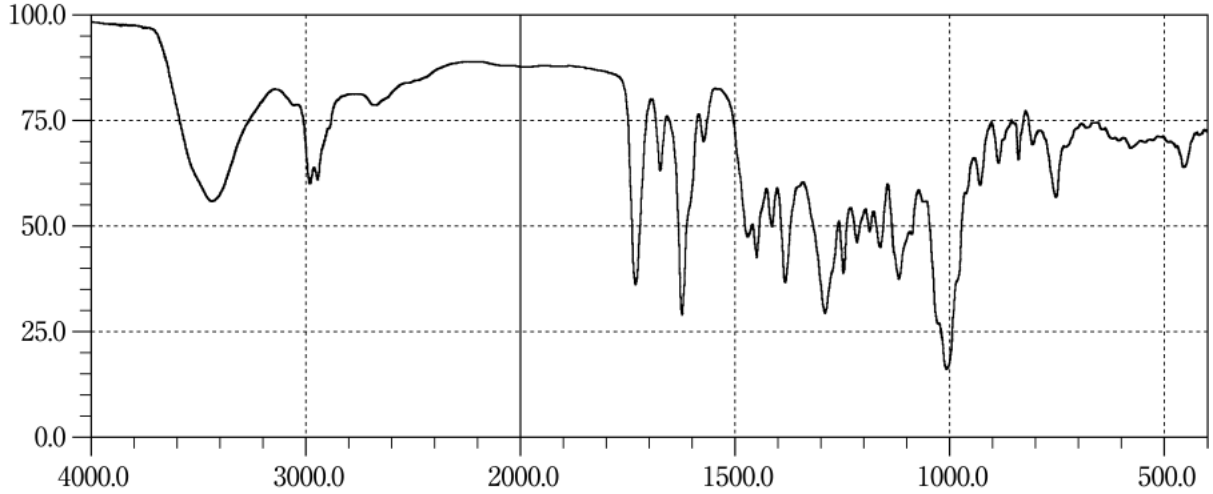
ここに掲げる参照スペクトルは, フーリエ変換形赤外分光光度計を用い, 医薬品各条に規定する方法により測定を行ったものである.

横軸に波数（cm^{-1}），縦軸に透過率（%）をとり図示する．なお，参考に資料と同様の条件で測定したポリスチレン膜のスペクトルを示す.

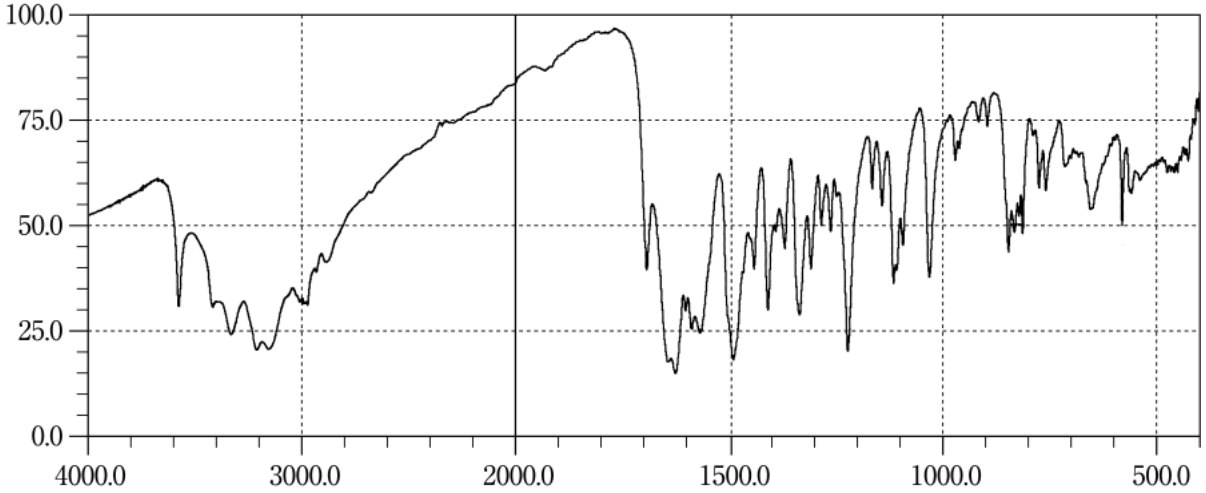
ポリスチレン



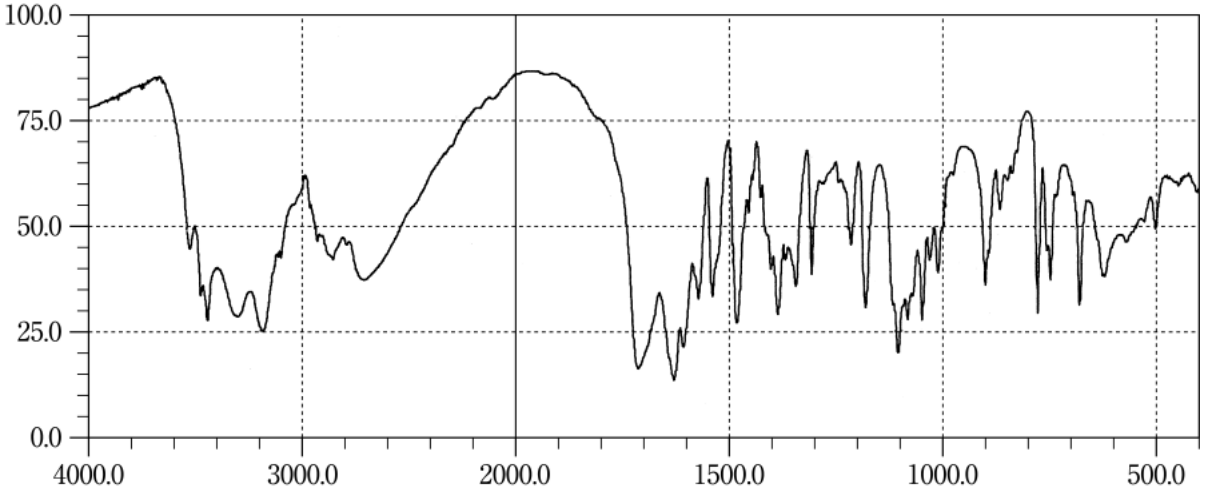
アクラルビシン塩酸塩



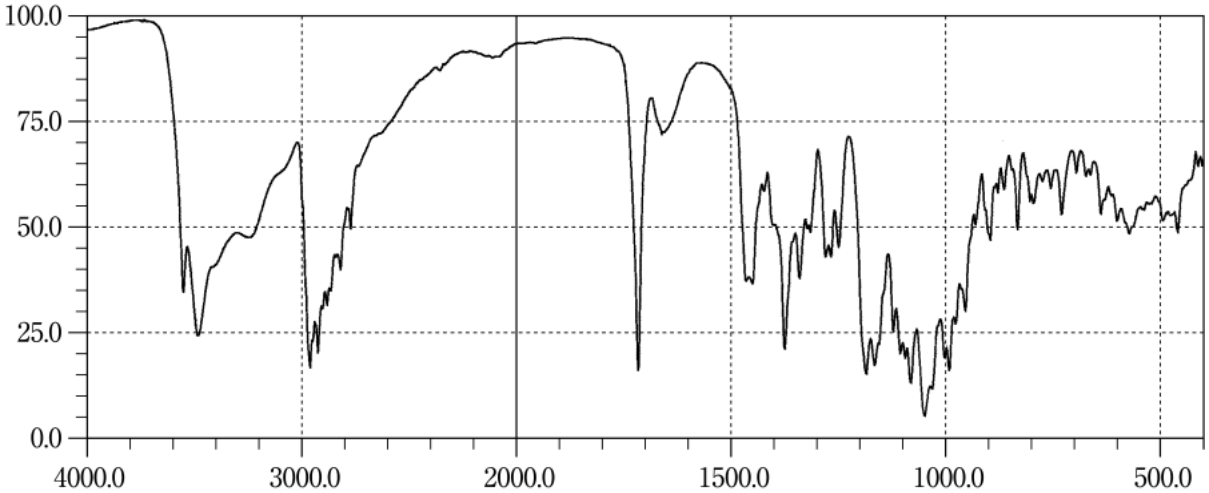
アクリノール水和物



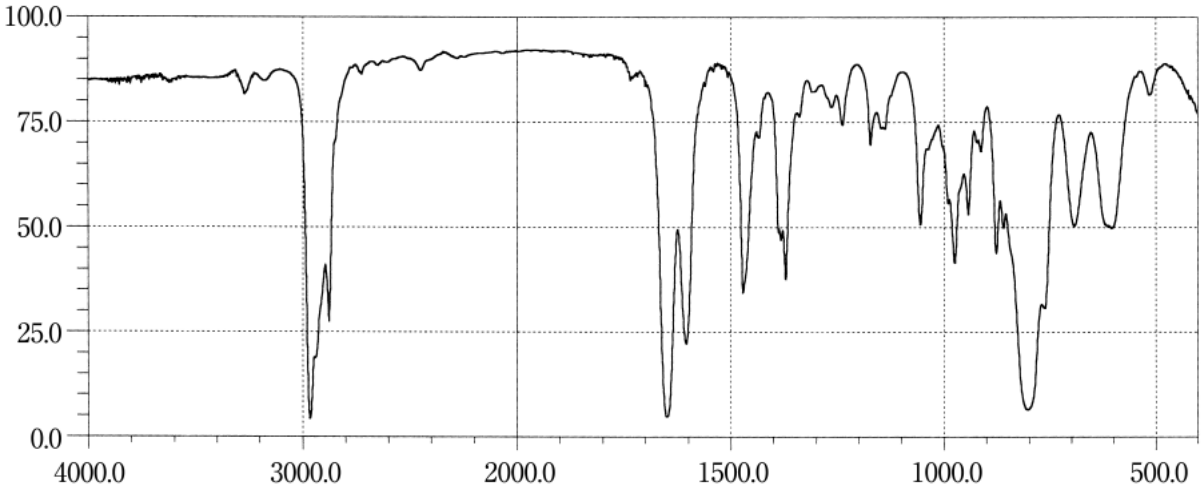
アシクロビル



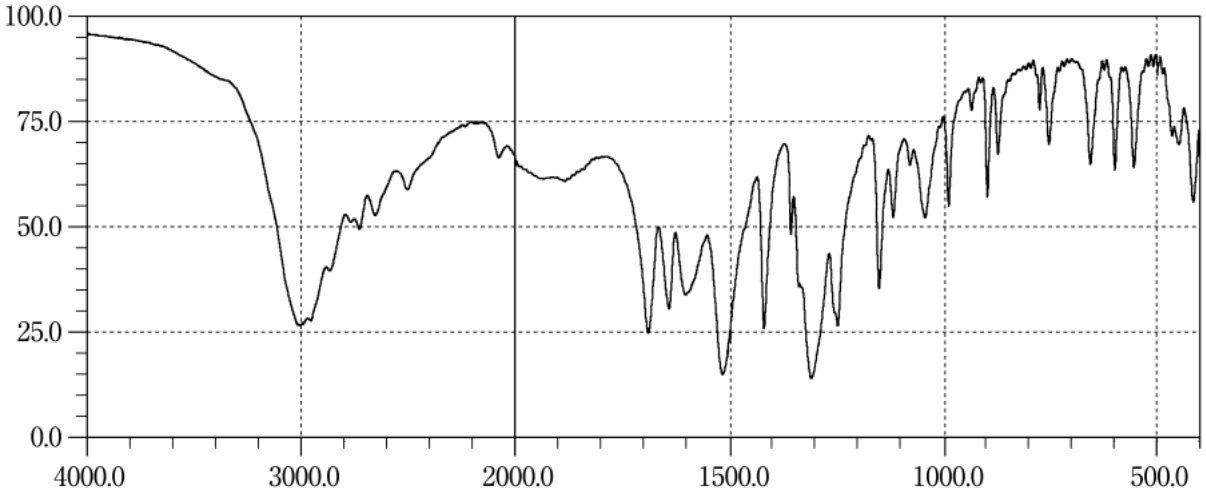
アジスロマイシン水和物



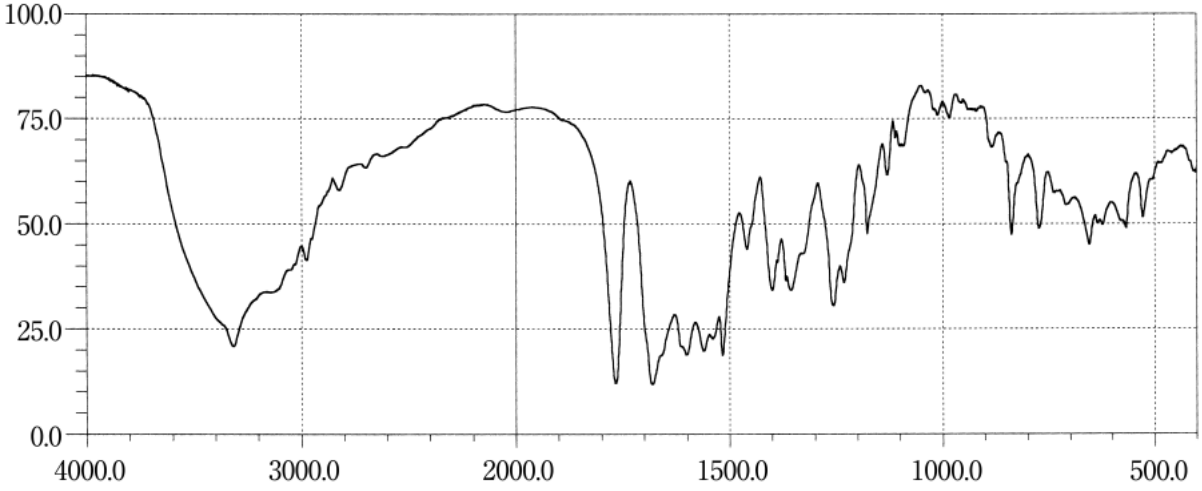
亜硝酸アミル



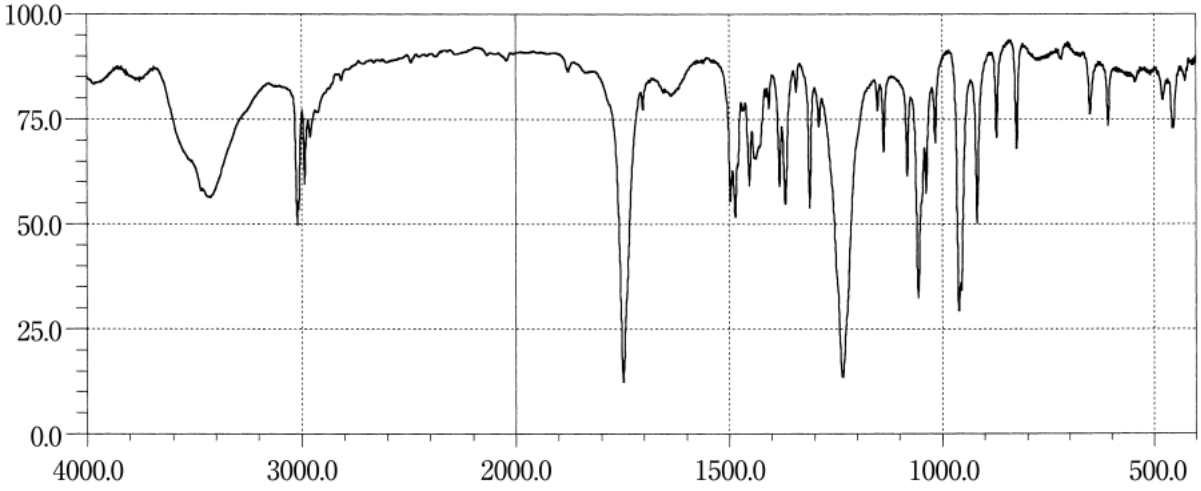
L－アスパラギン酸



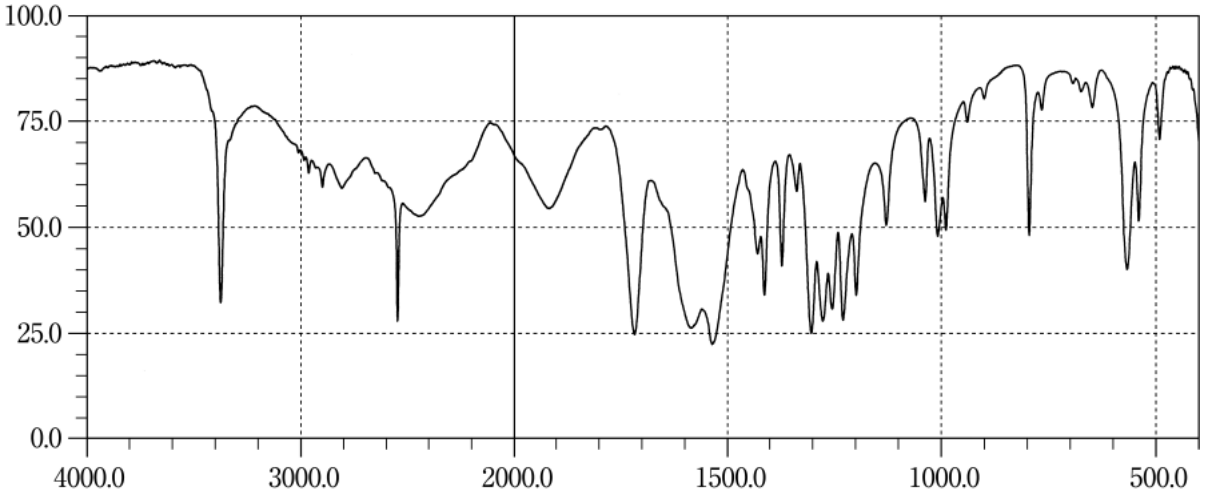
アスポキシシリン水和物



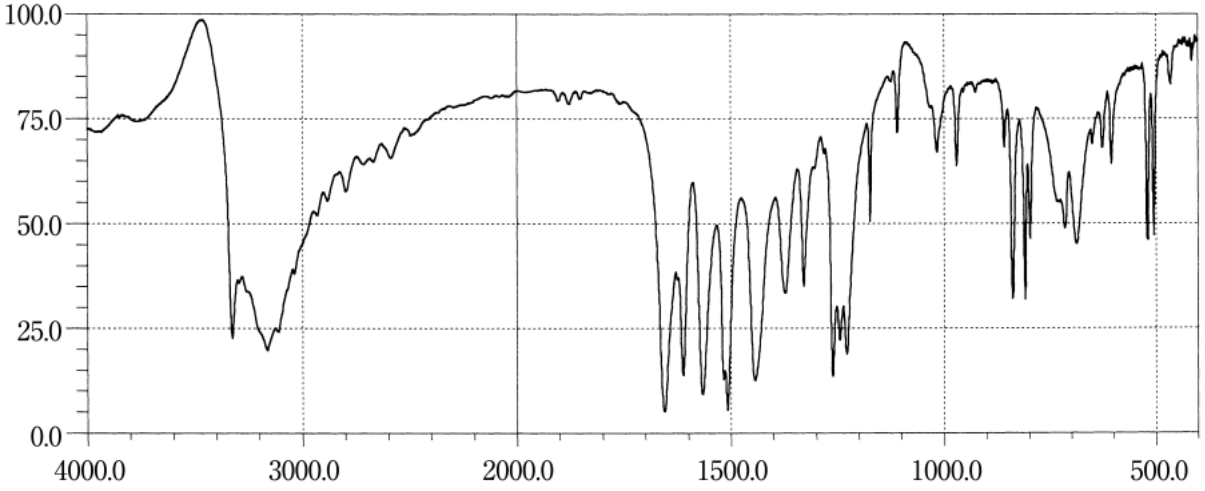
注射用アセチルコリン塩化物



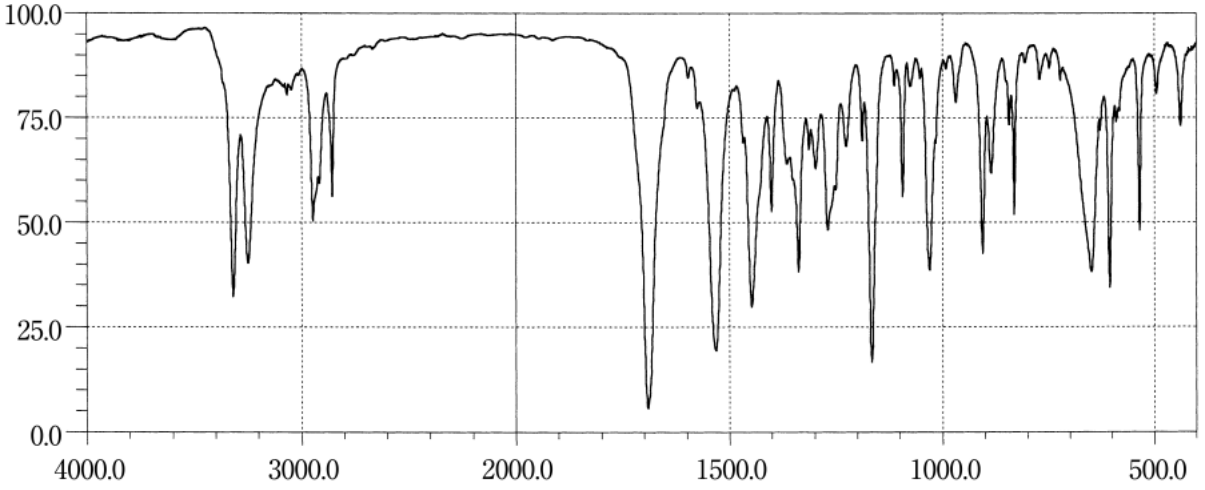
アセチルシステイン



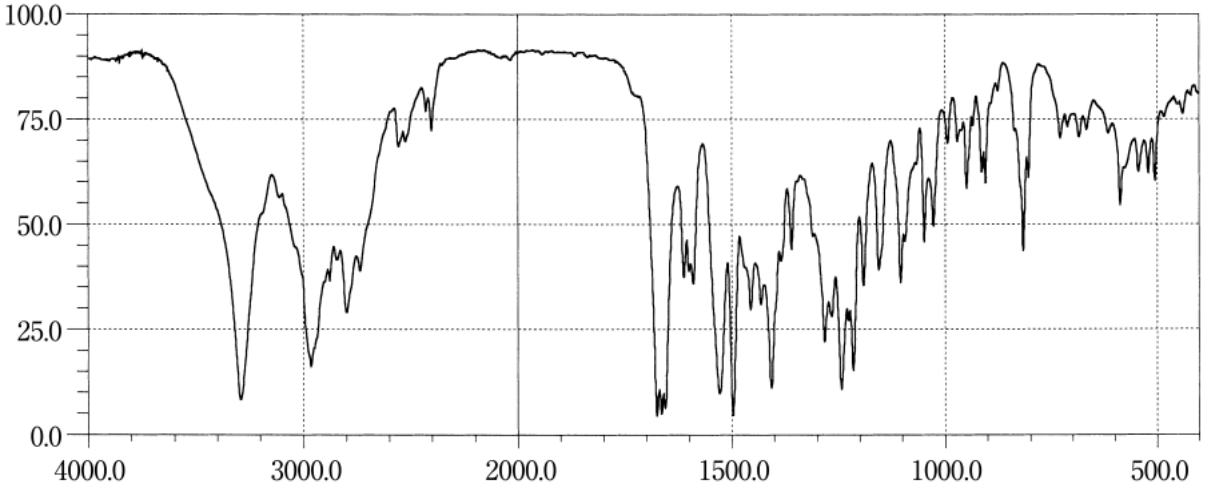
アセトアミノフェン



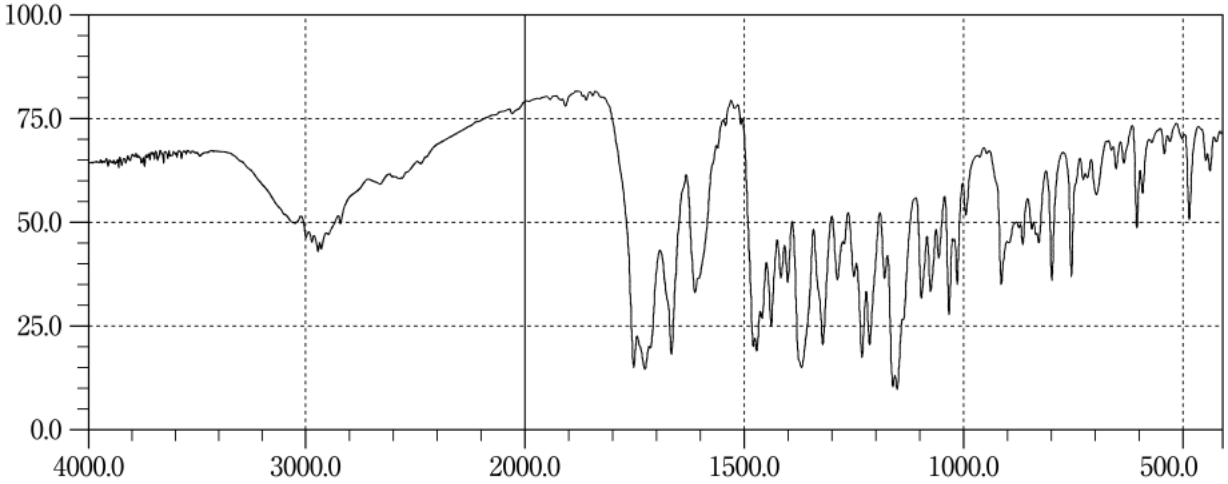
アセトヘキサミド



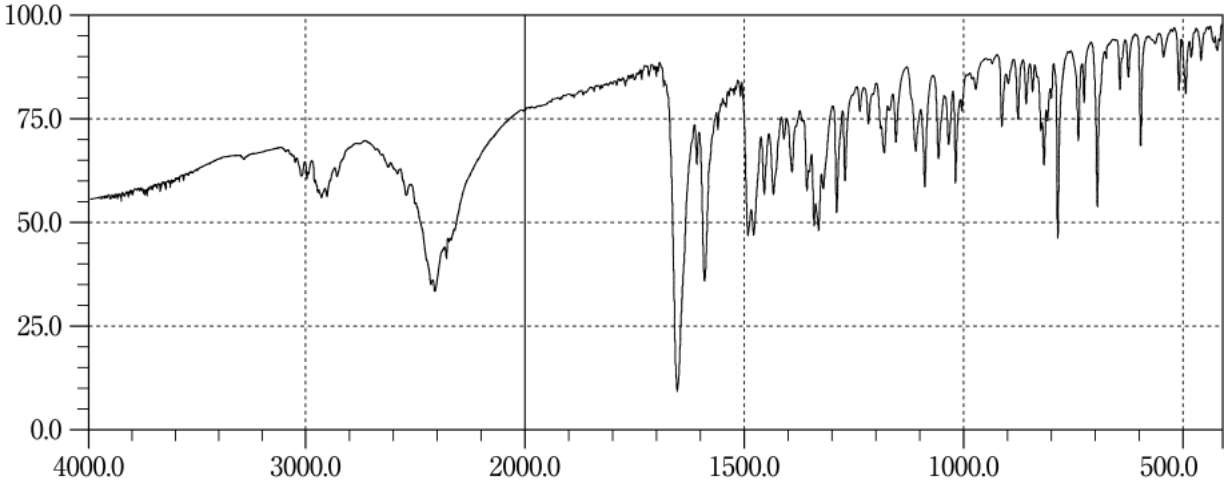
アセブトロール塩酸塩



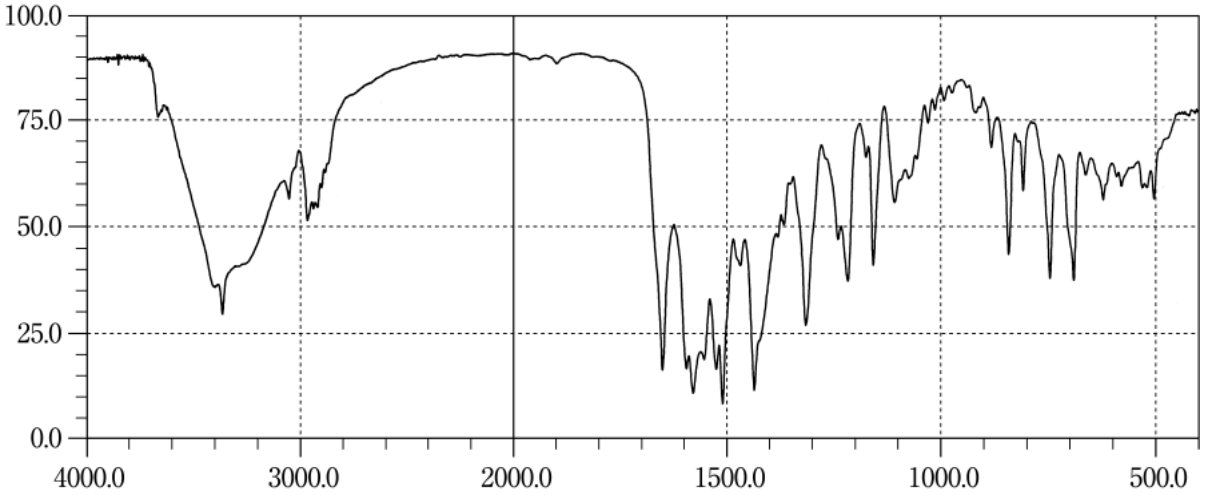
アセメタシン



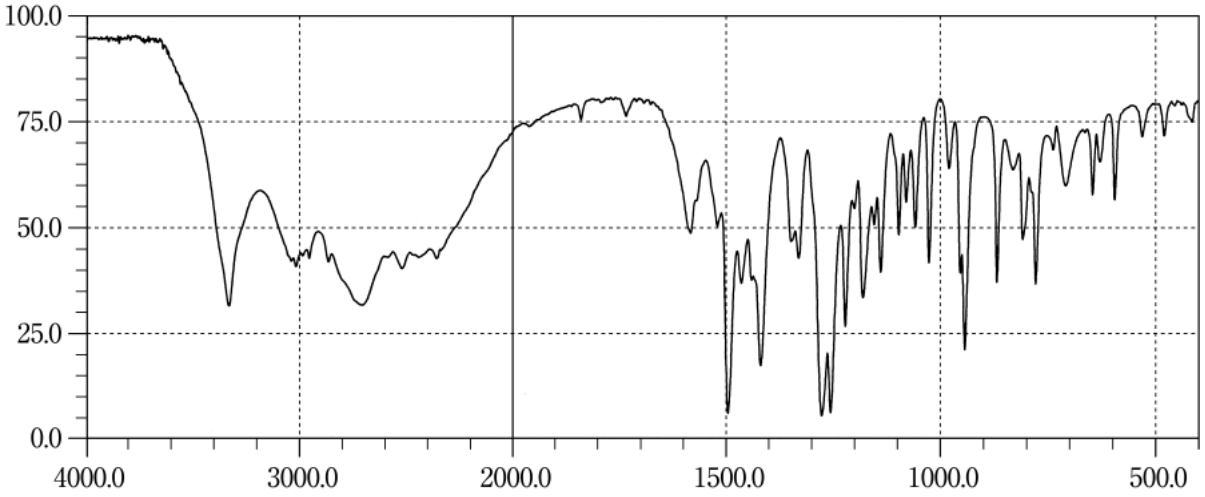
アゼラスチン塩酸塩



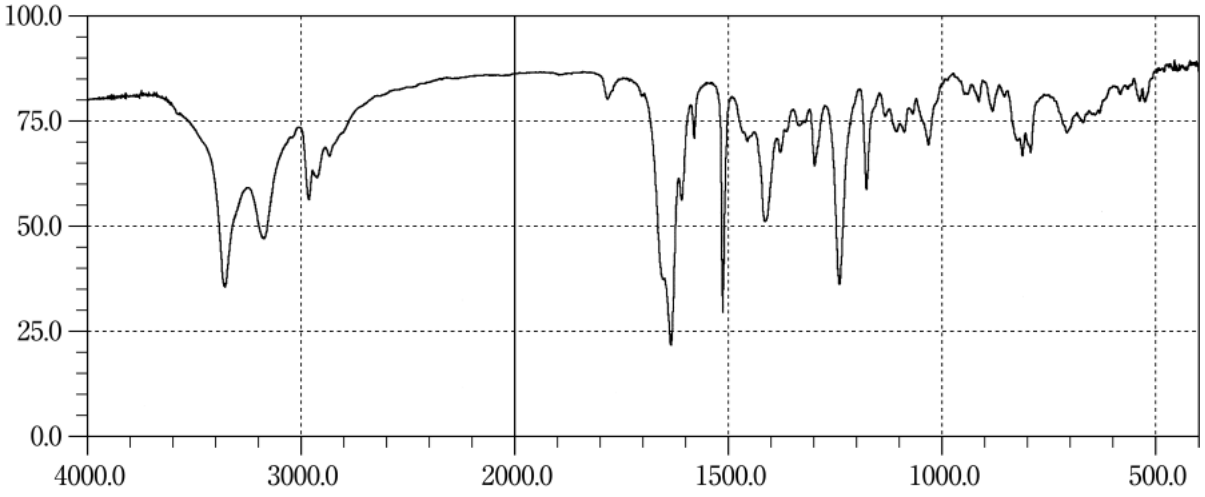
アトルバスタチンカルシウム水和物



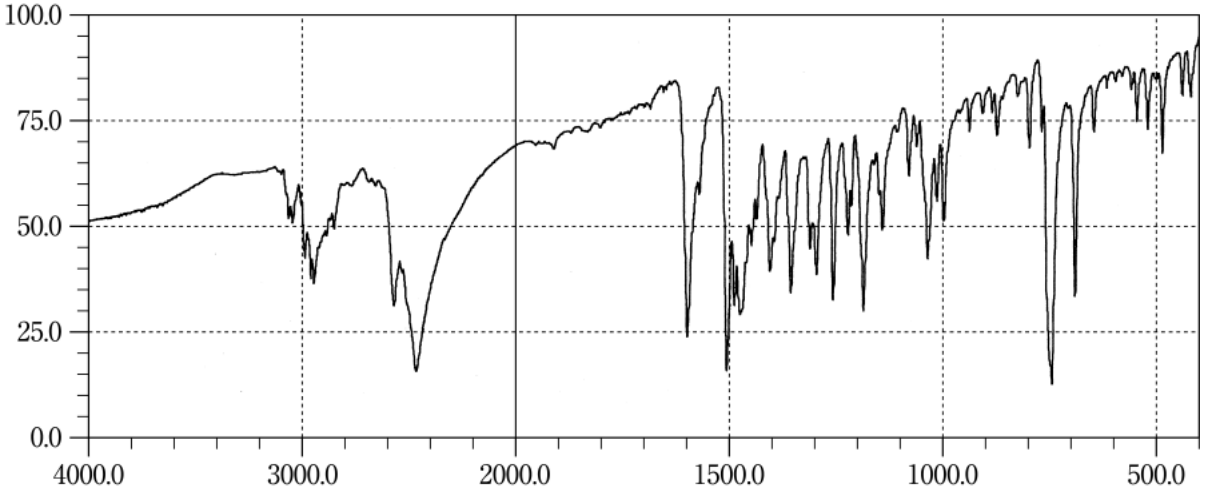
アドレナリン



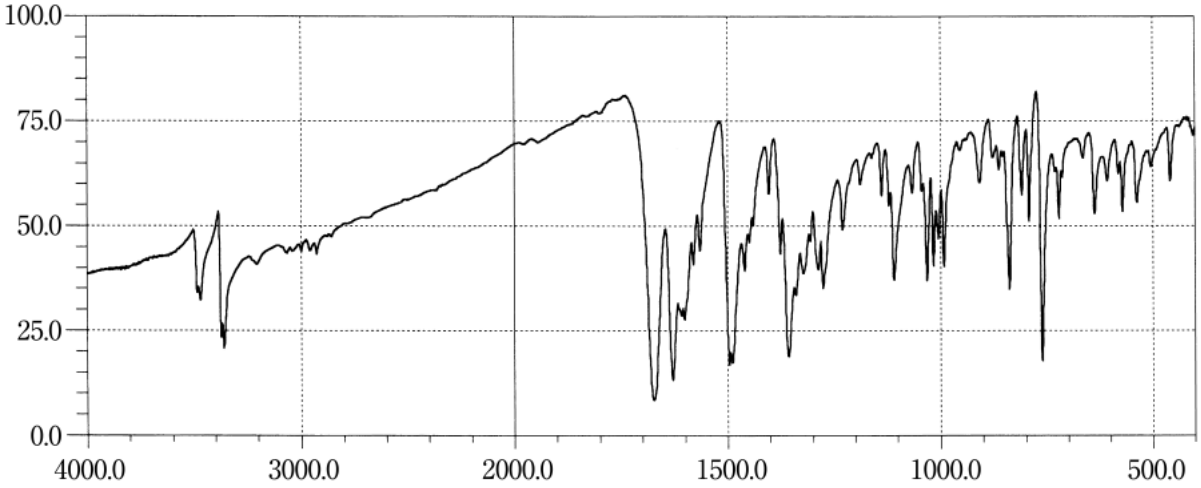
アテノロール



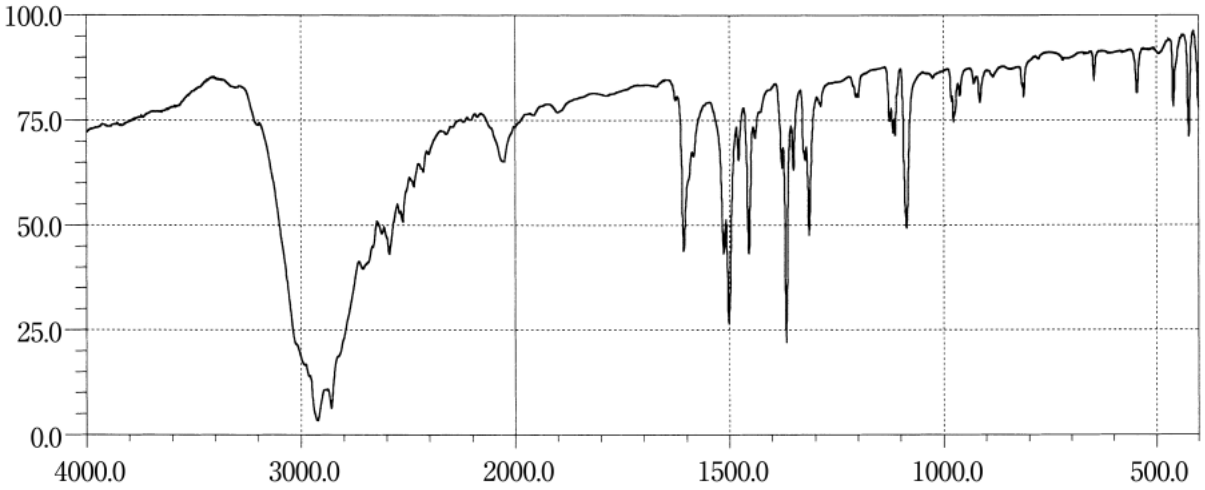
アプリンジン塩酸塩



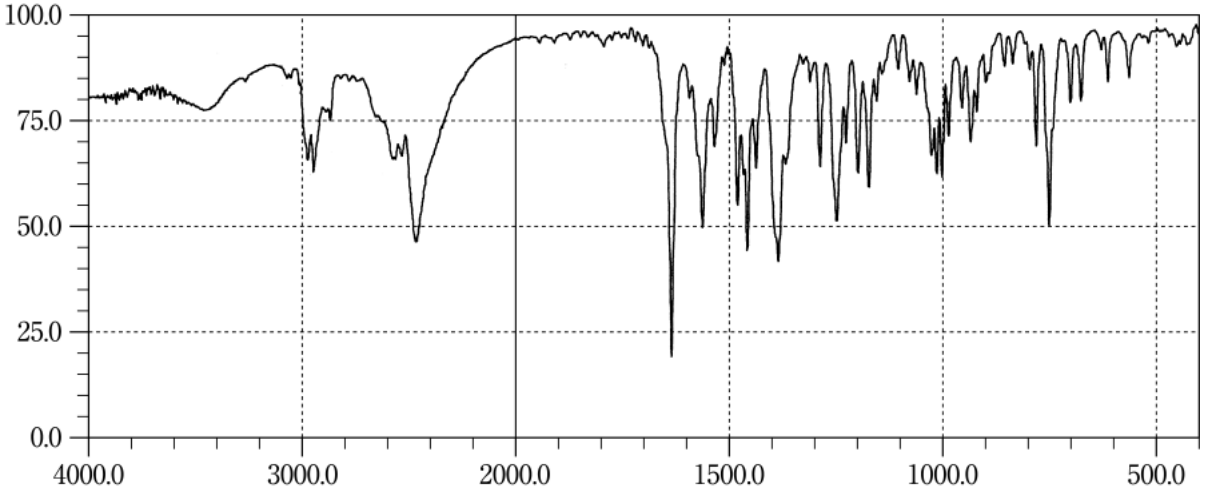
アフロクアロン



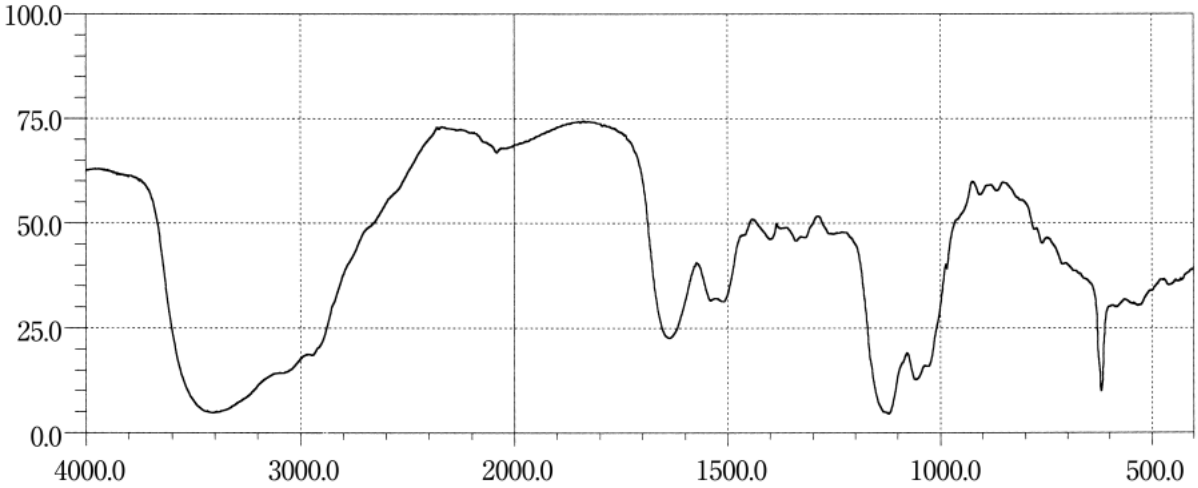
アマンタジン塩酸塩



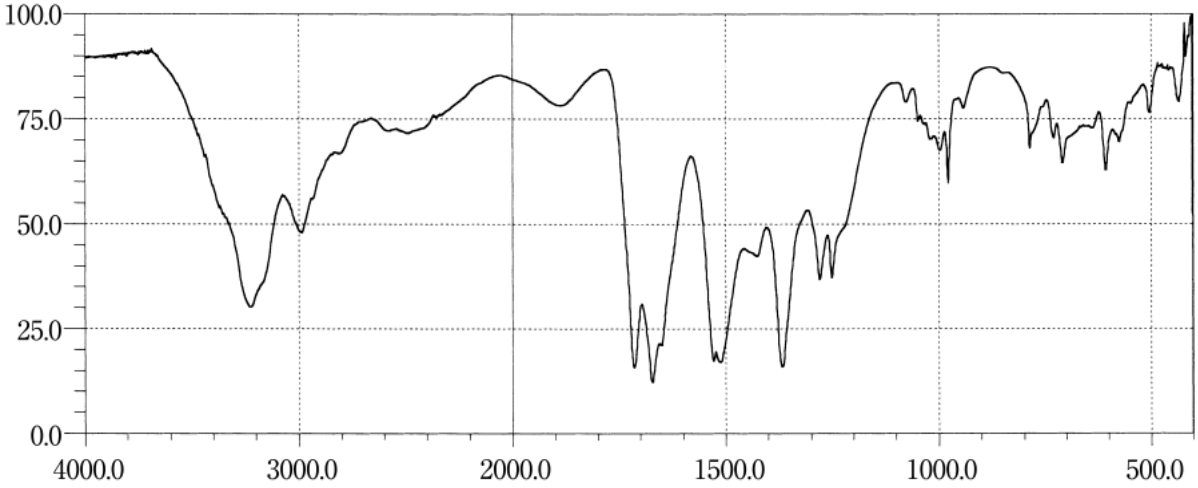
アミオダロン塩酸塩



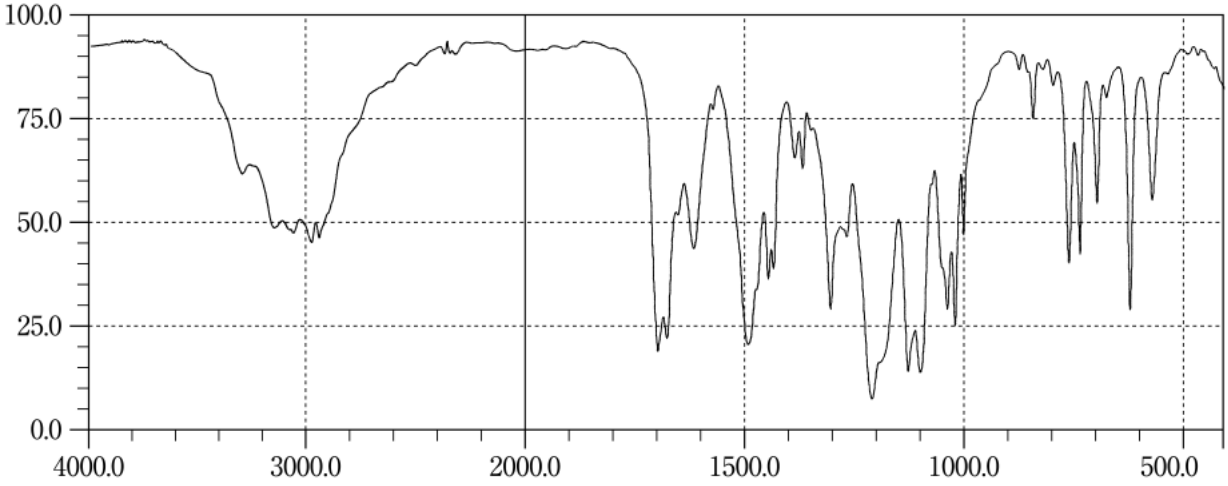
アミカシン硫酸塩



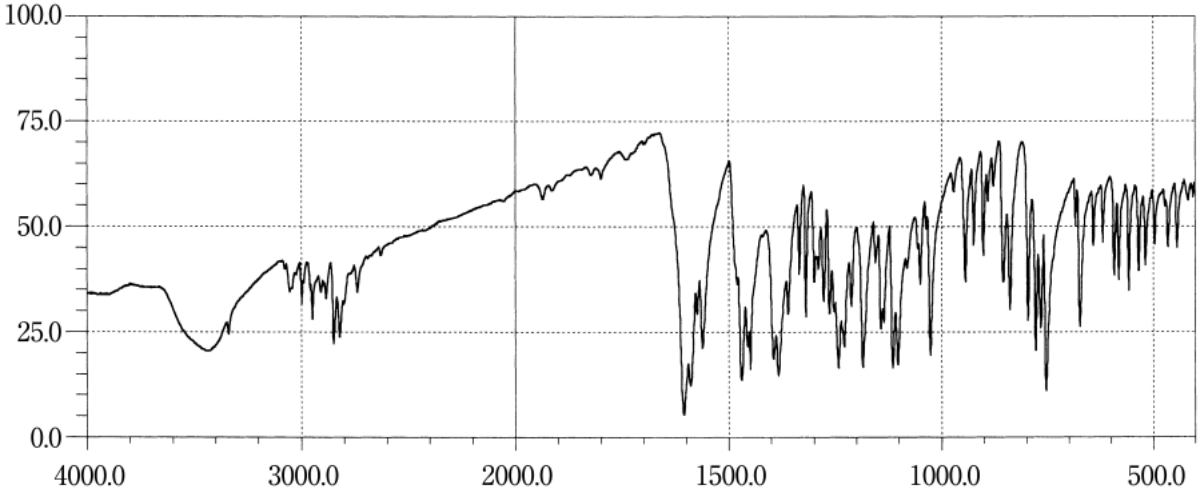
アミドトリゾ酸



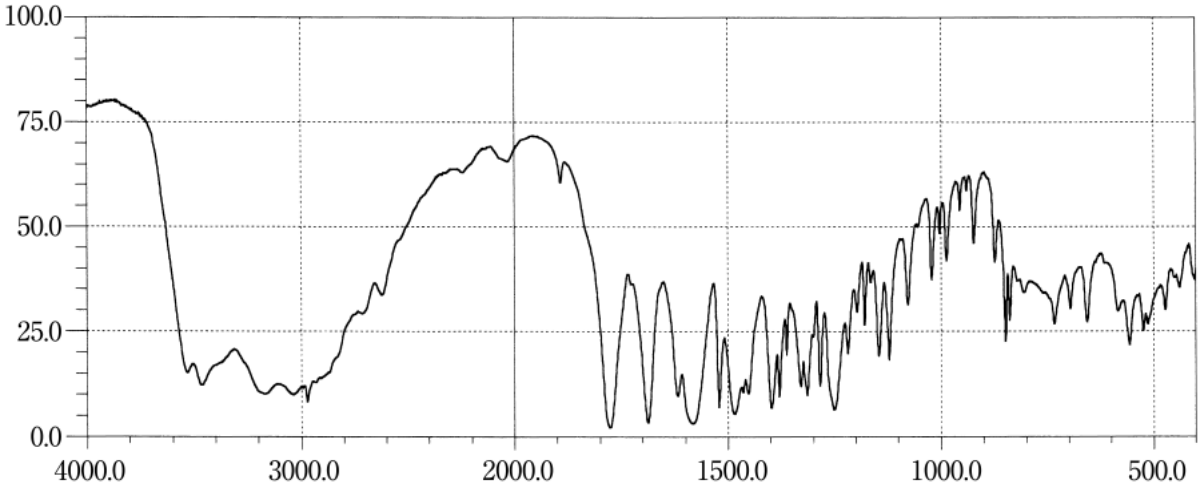
アムロジピンベシル酸塩



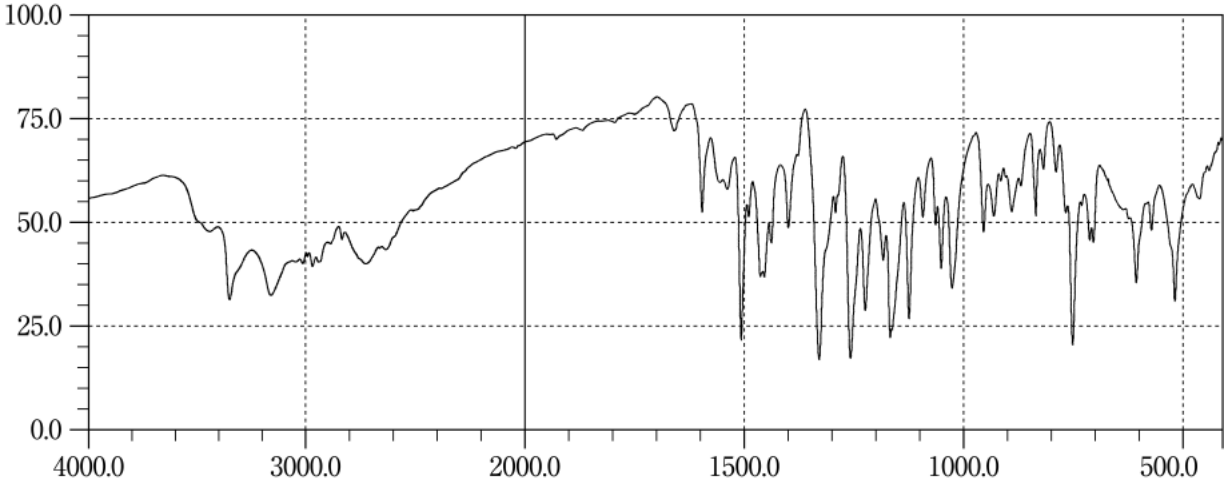
アモキサピン



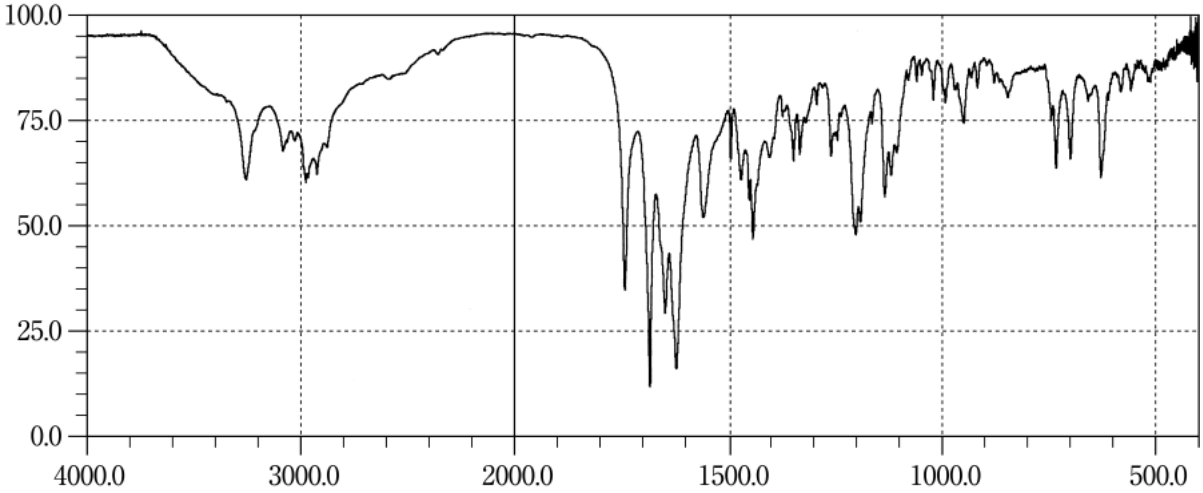
アモキシシリン水和物



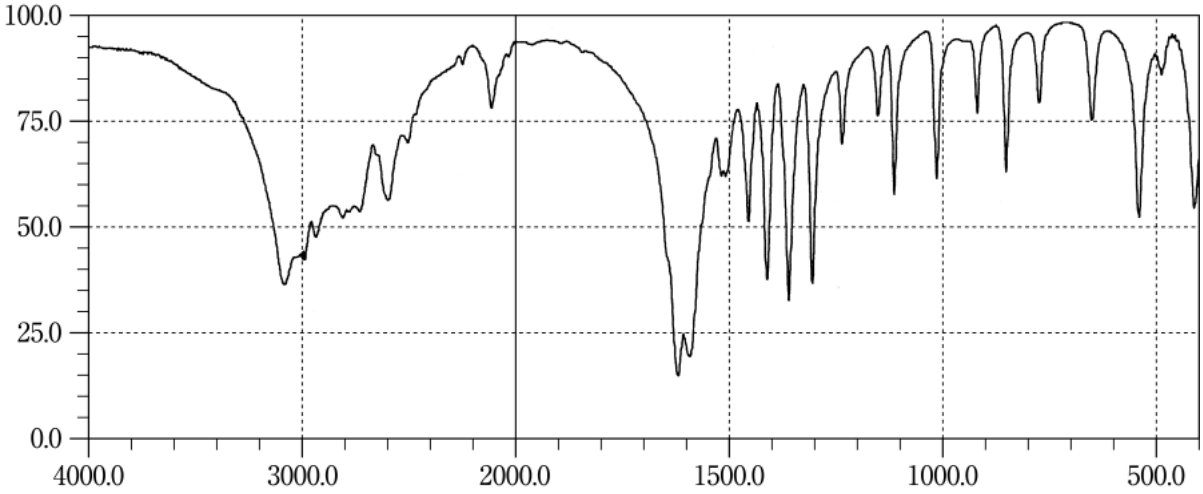
アモスラロール塩酸塩



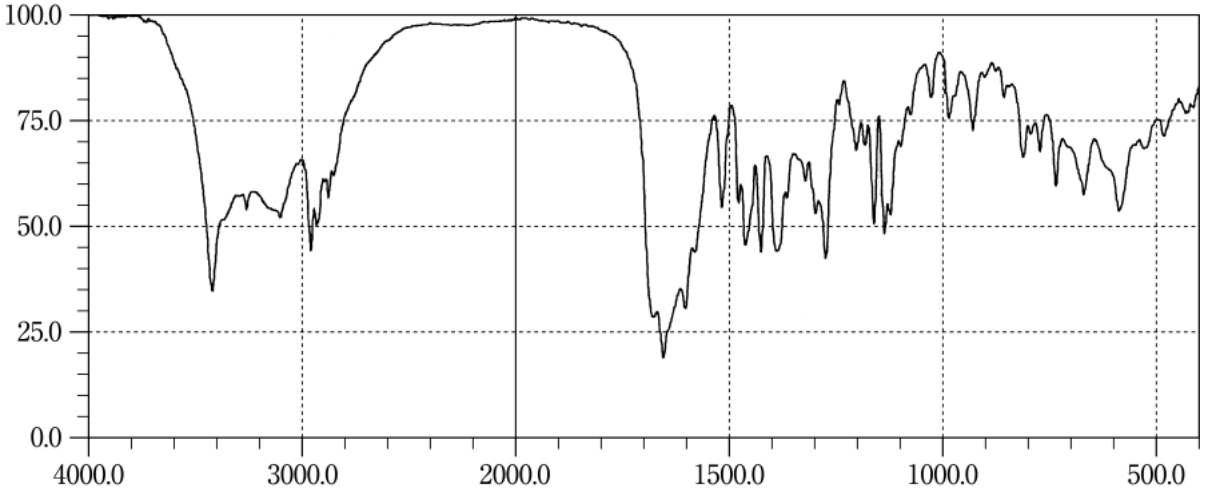
アラセプリル



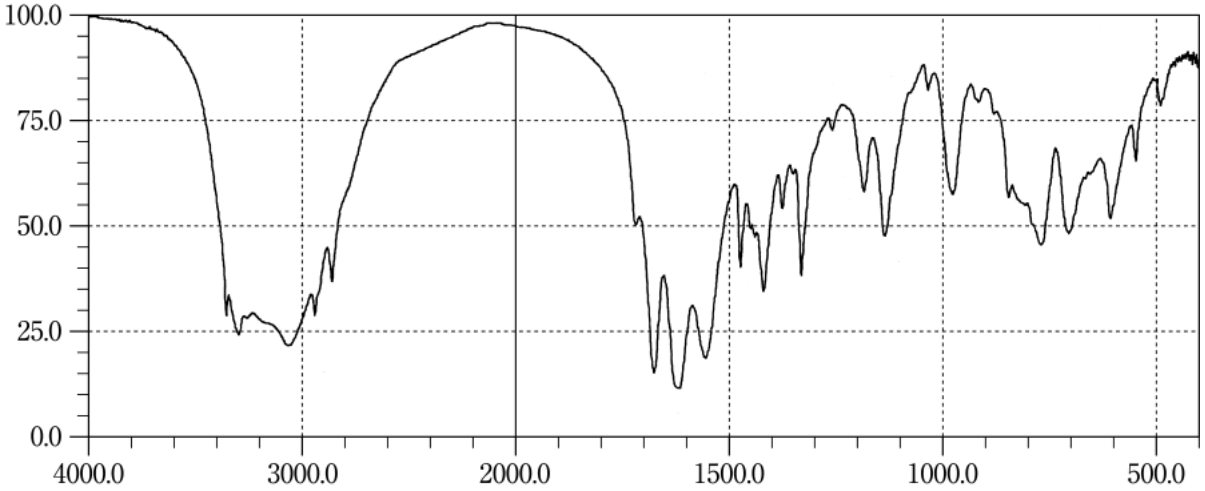
L－アラニン



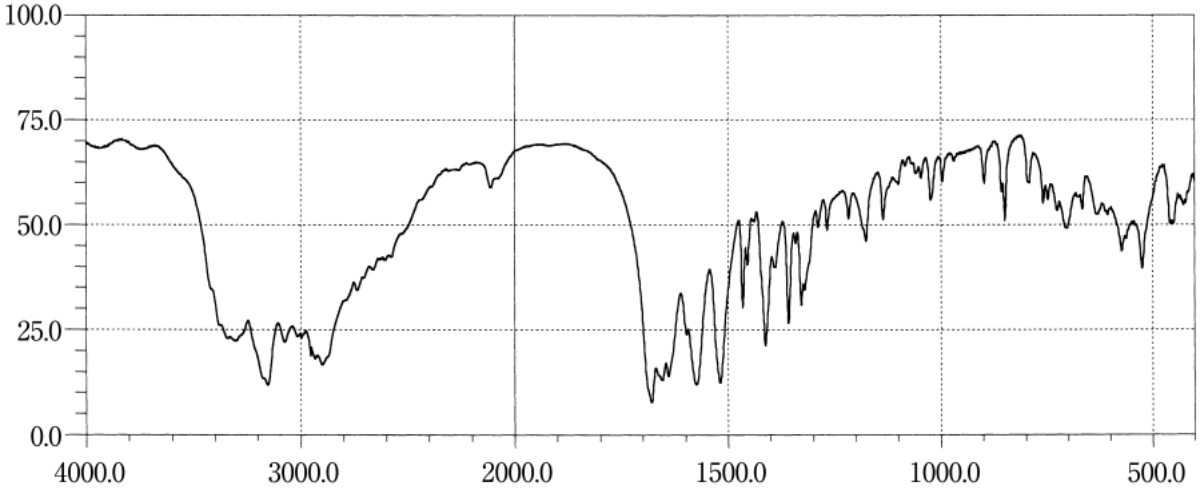
アルガトロバン水和物



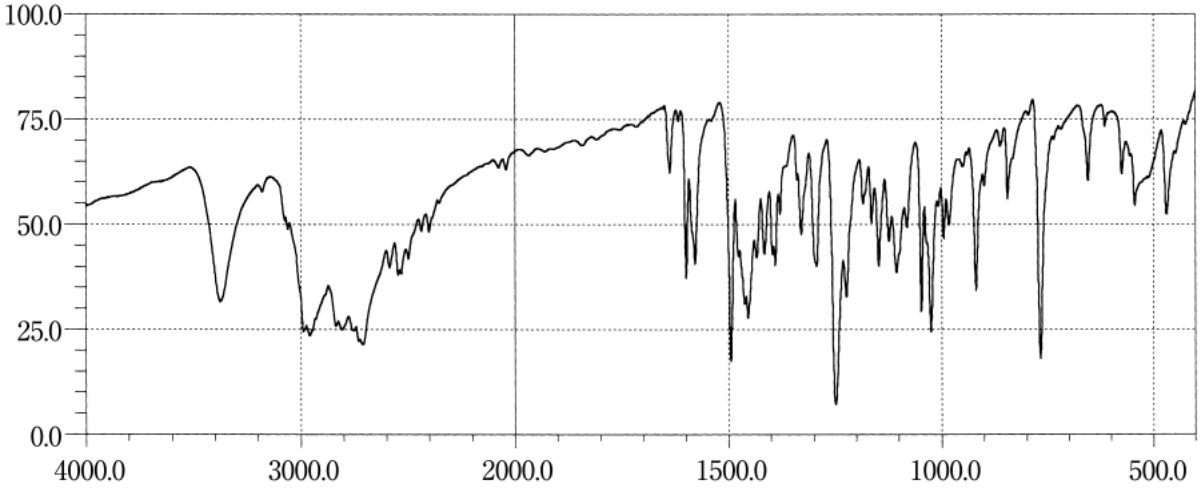
L－アルギニン



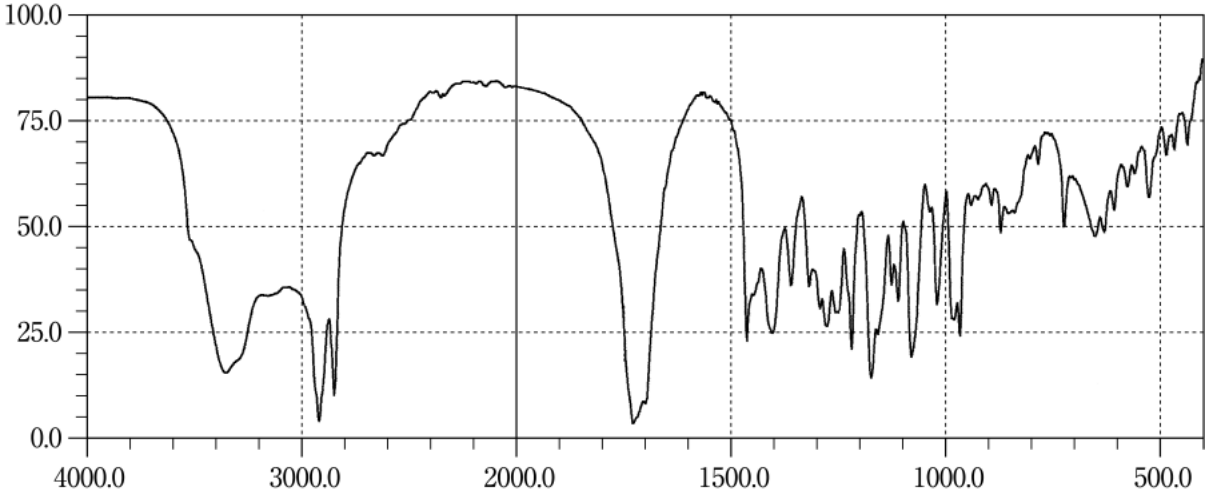
L－アルギニン塩酸塩



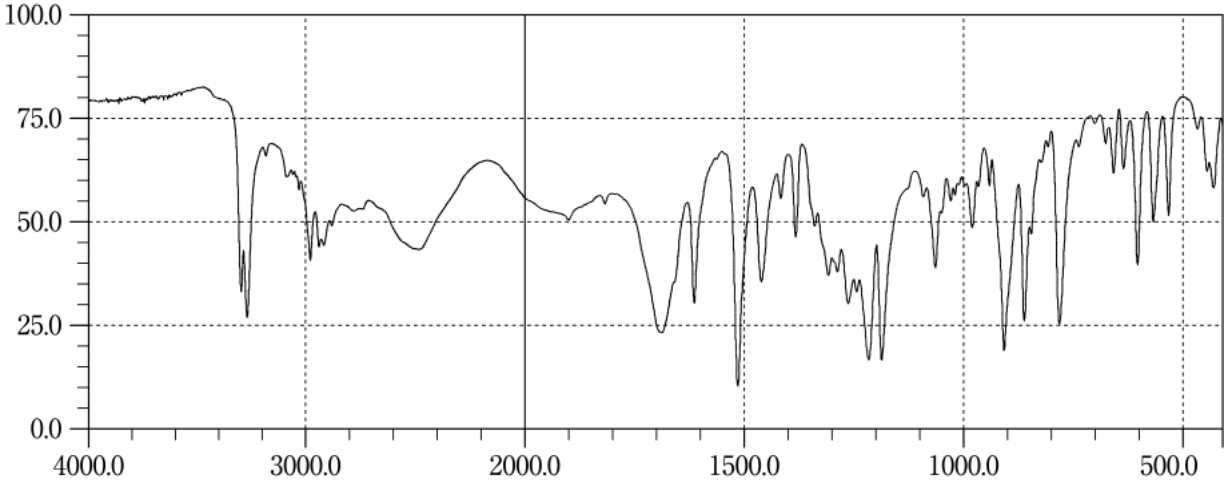
アルプレノロール塩酸塩



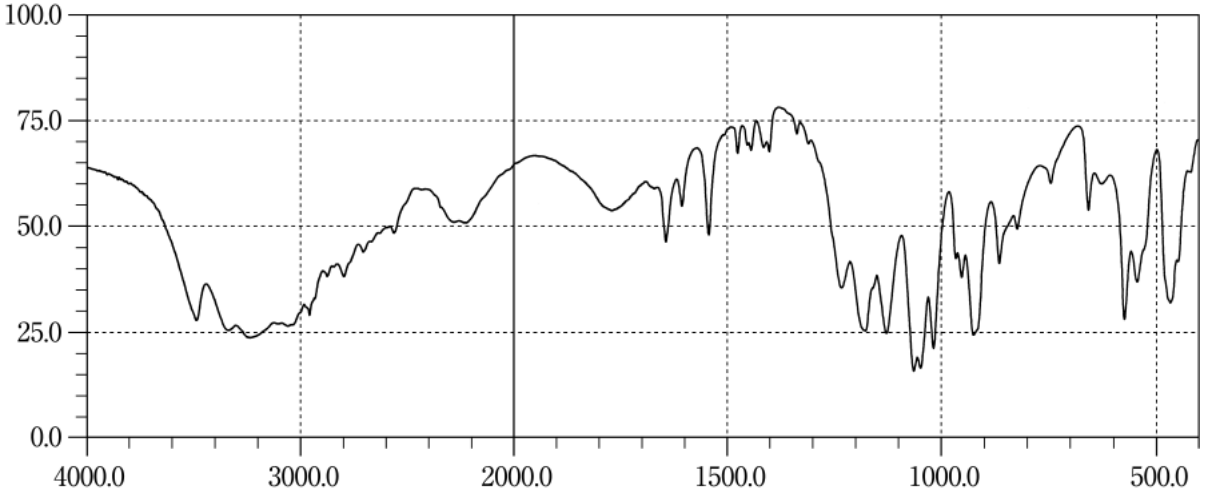
アルプロスタジル



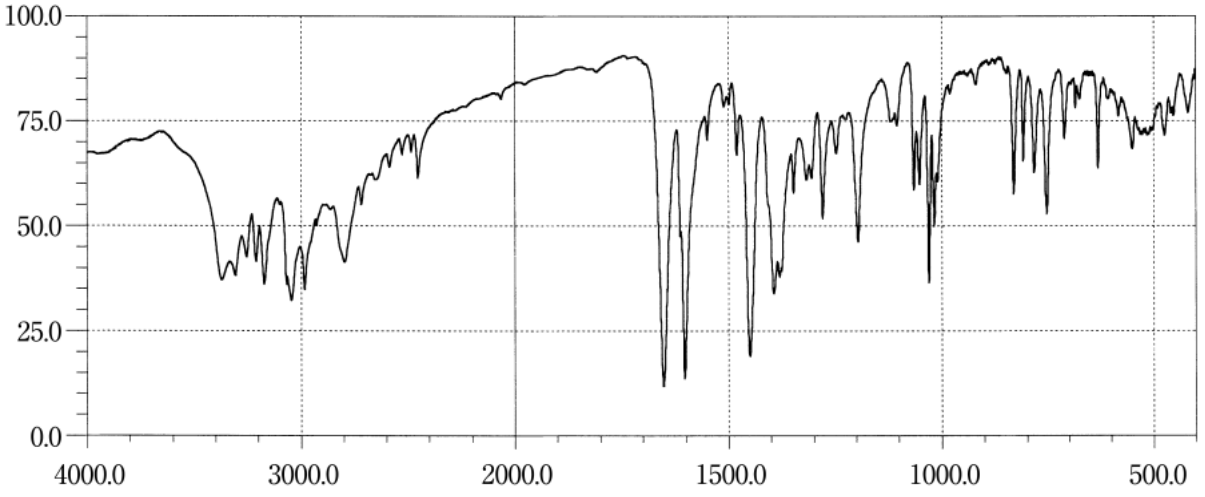
アルミノプロフェン



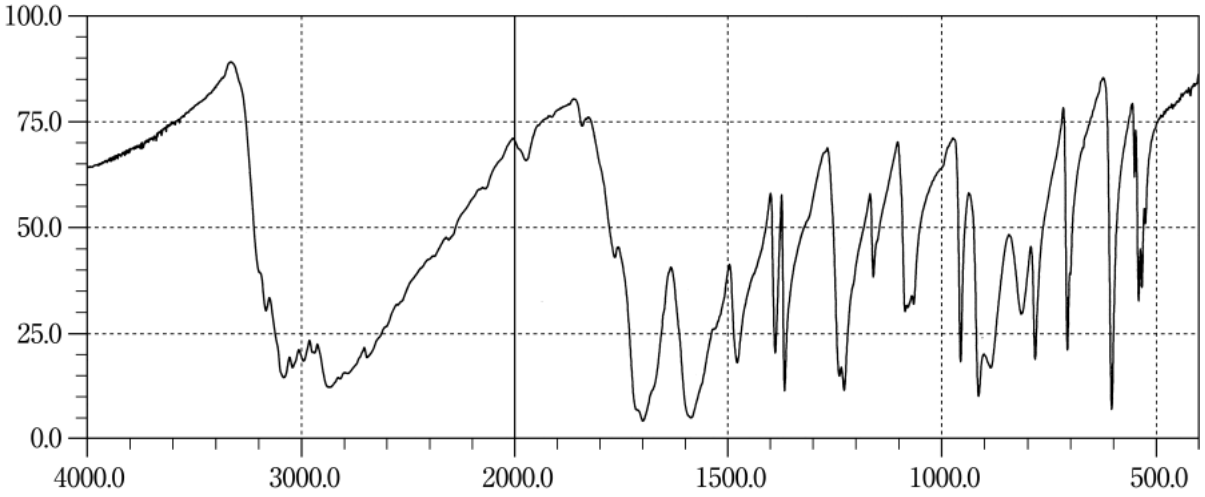
アレンドロン酸ナトリウム水和物



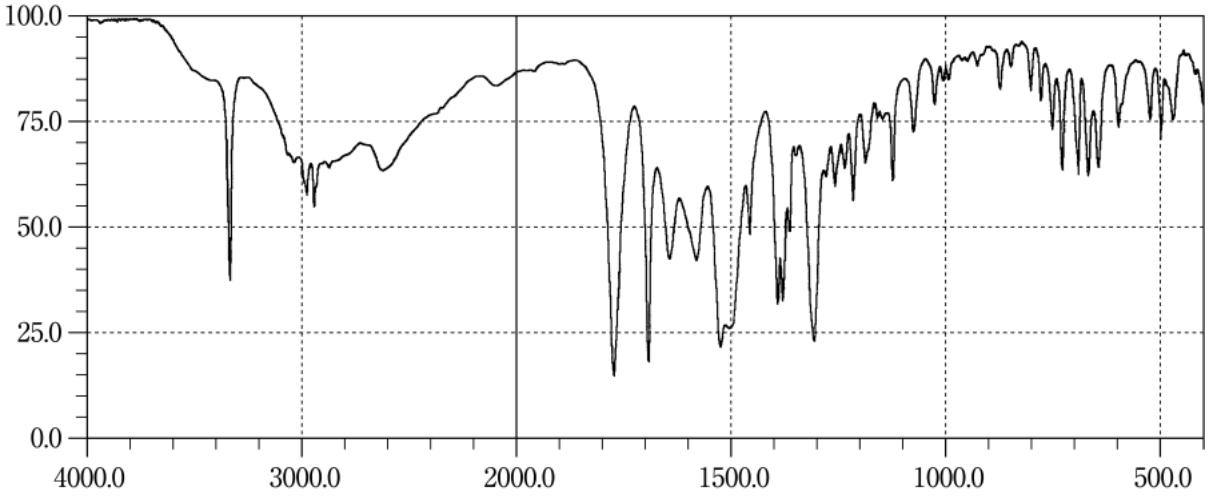
アロチノロール塩酸塩



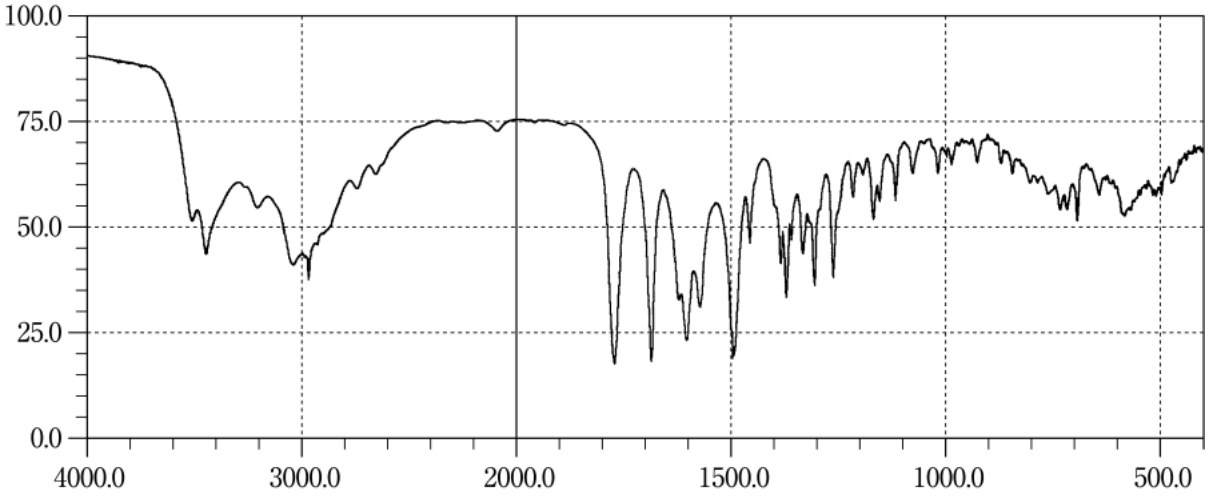
アロプリノール



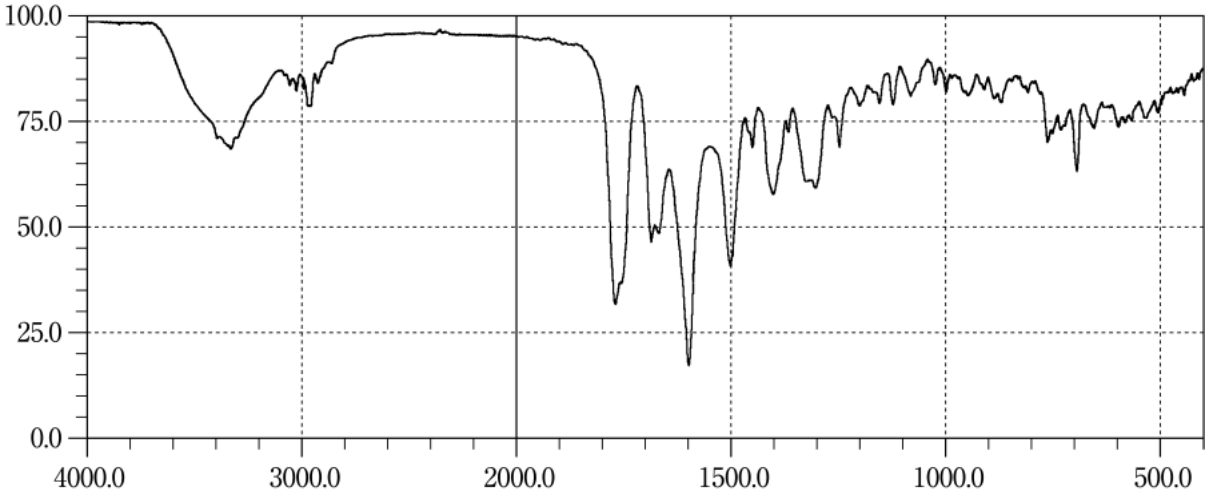
無水アンピシリン



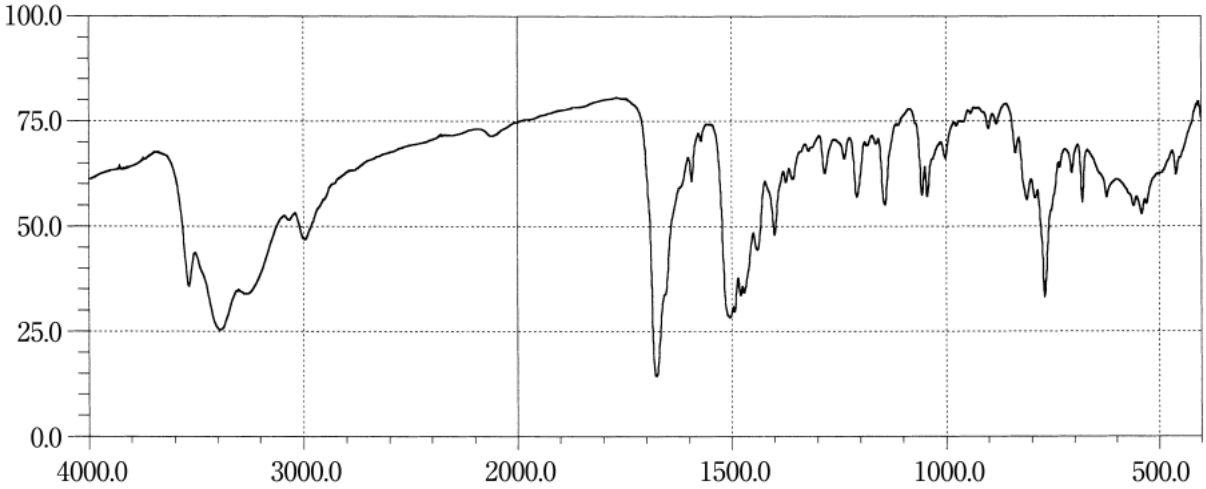
アンピシリン水和物



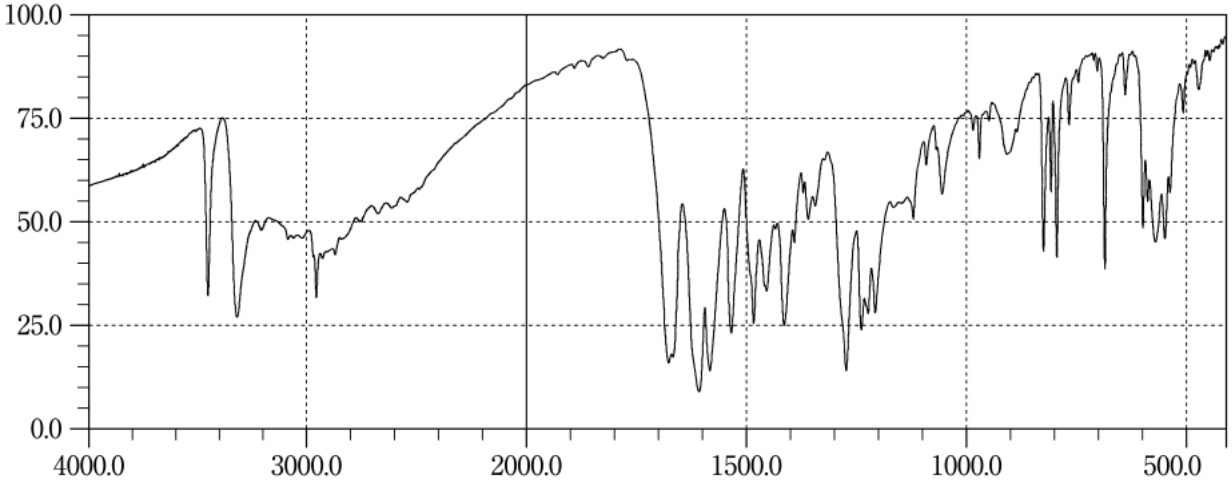
アンピシリンナトリウム



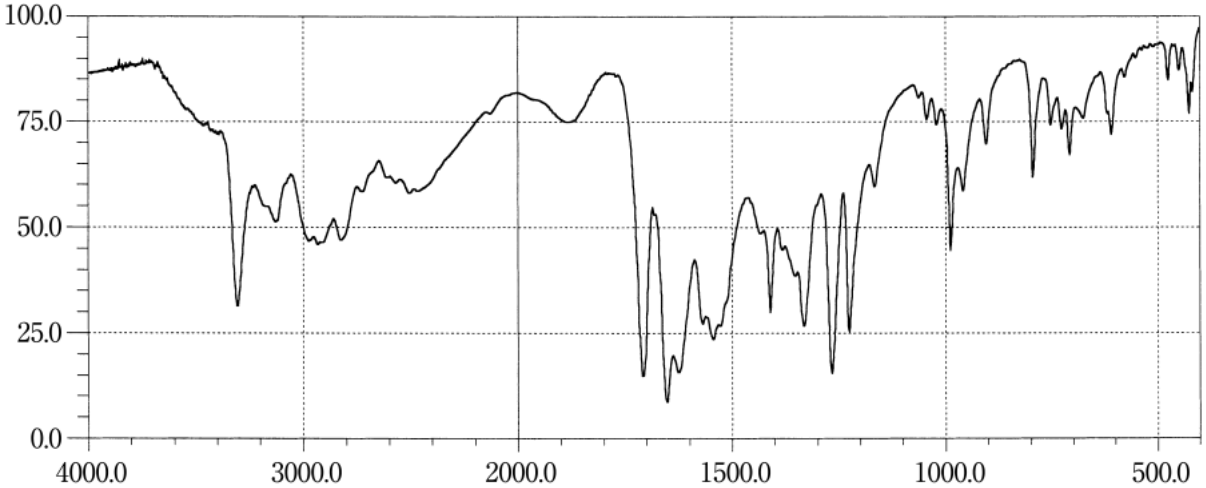
アンベノニウム塩化物



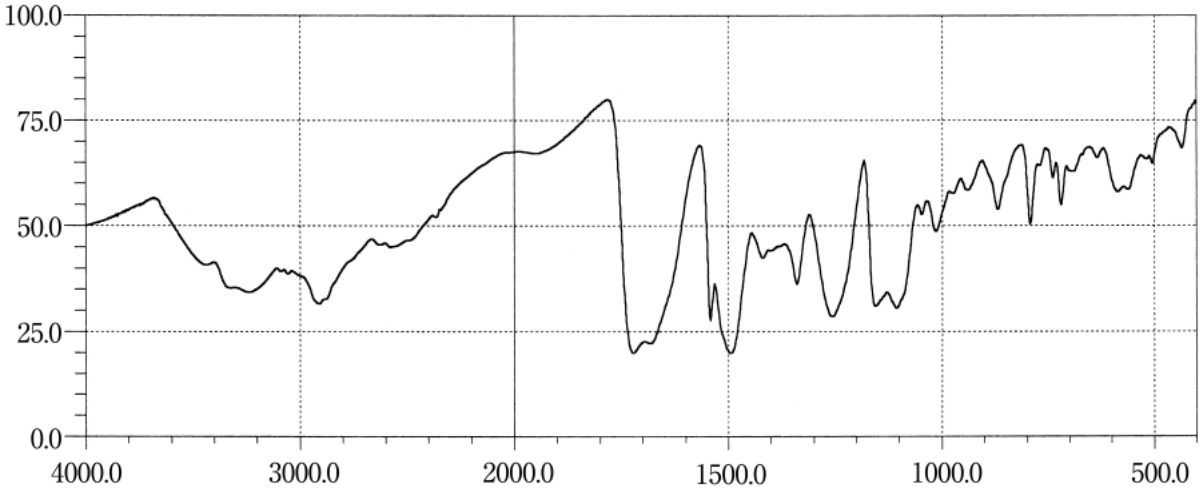
アンレキサノクス



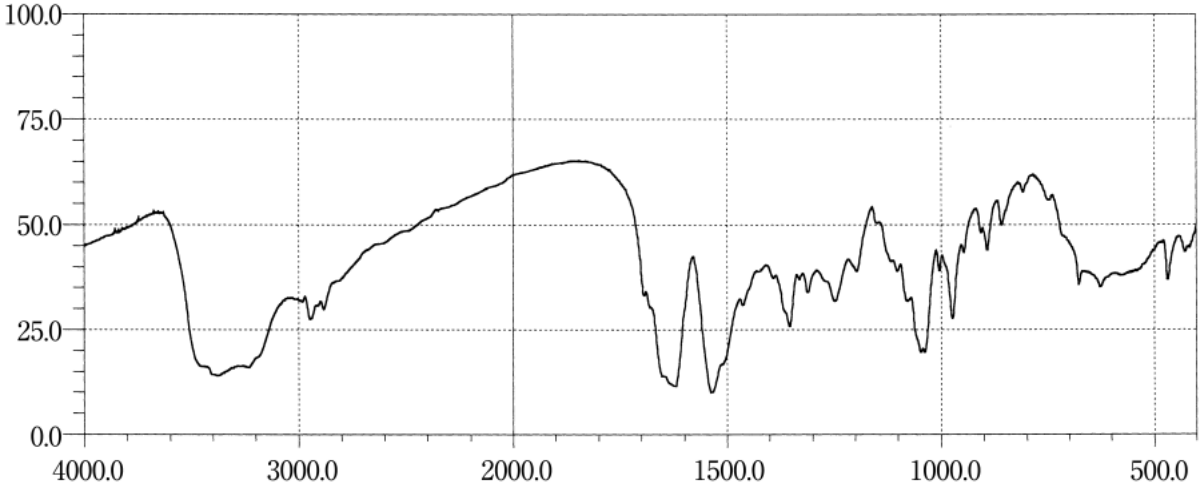
イオタラム酸



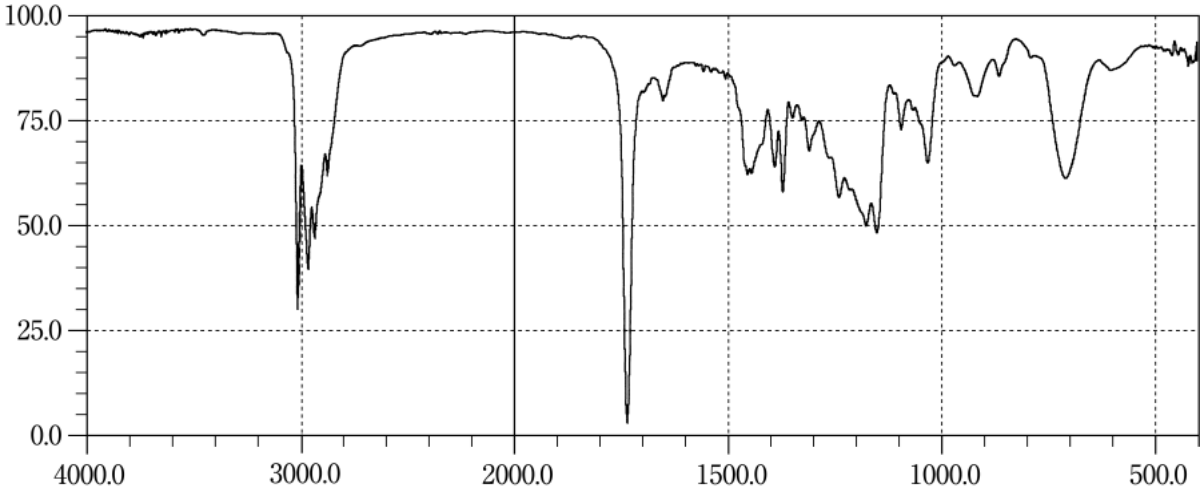
イオトロクス酸



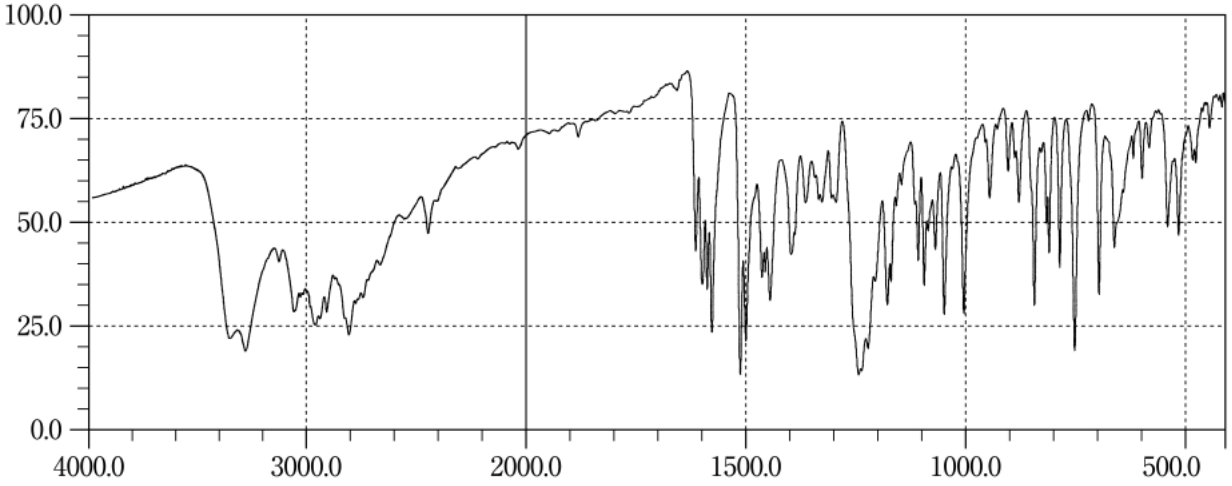
イオパミドール



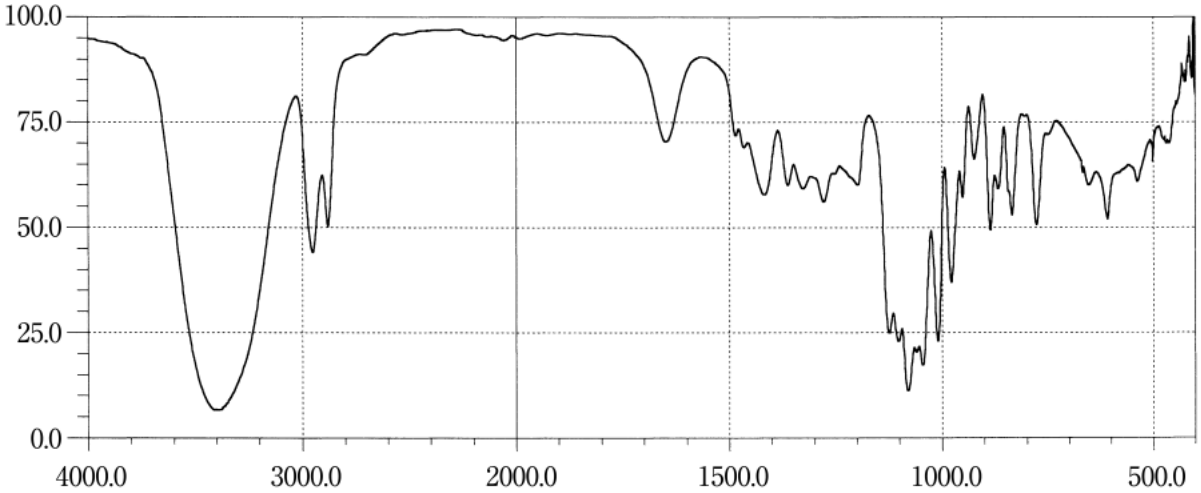
イコサペント酸エチル



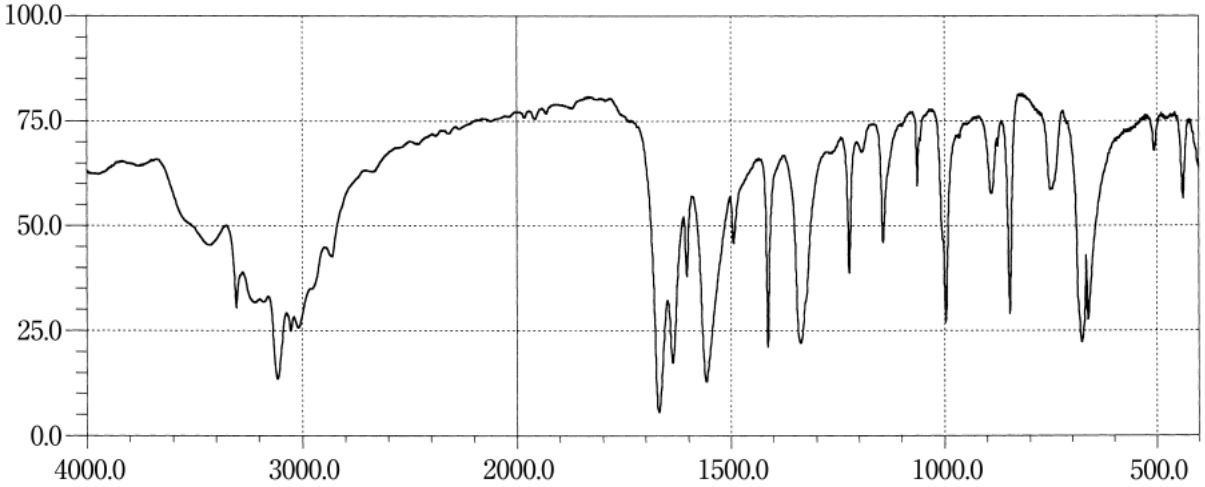
イソクスプリン塩酸塩



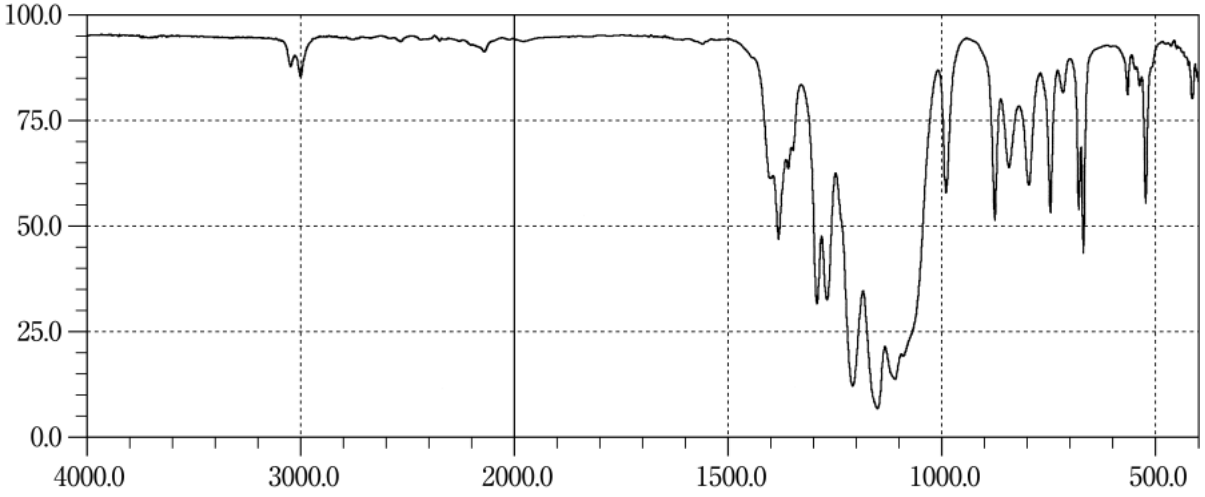
イソソルビド



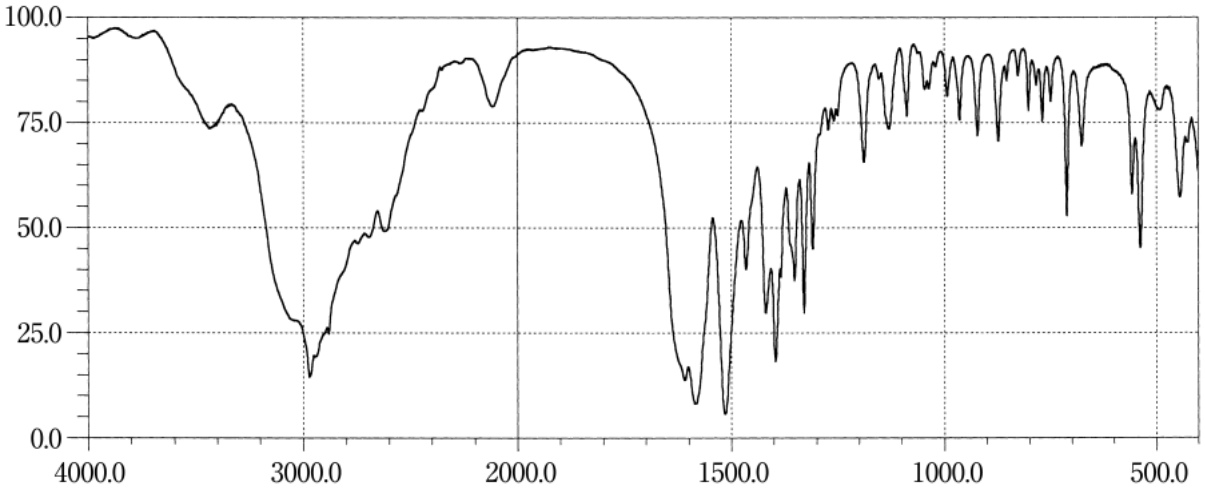
イソニアジド



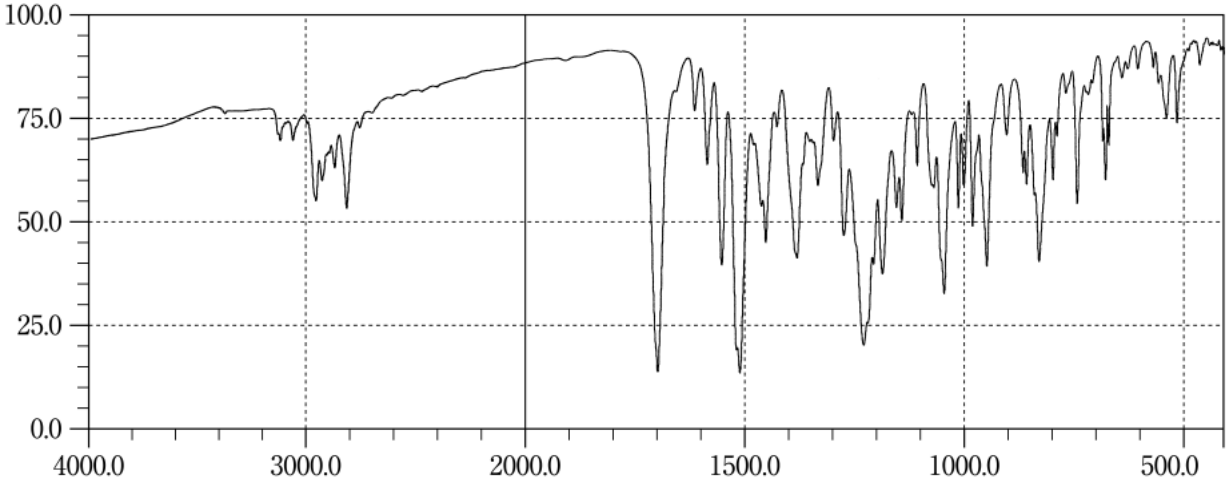
イソフルラン



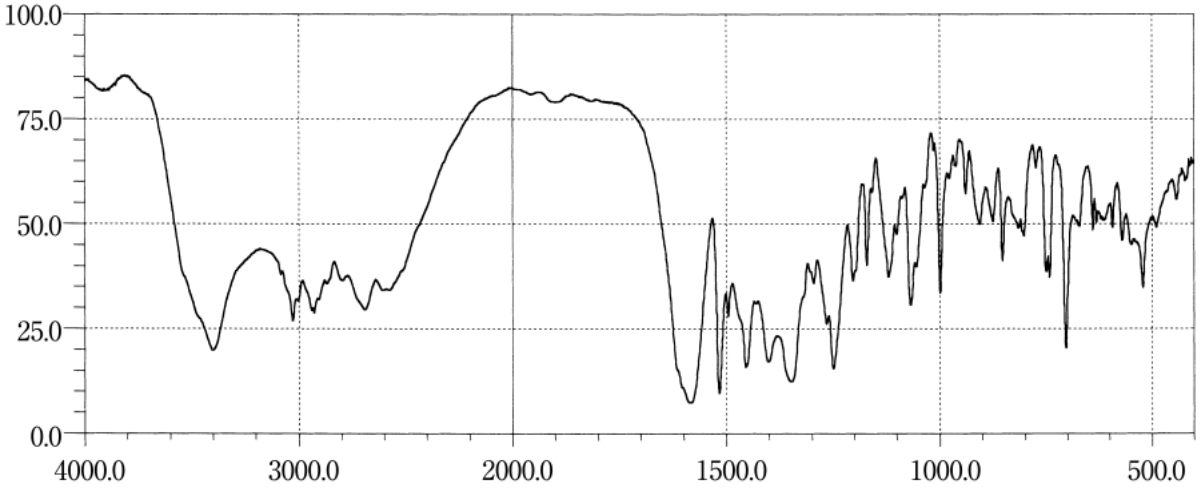
L－イソロイシン



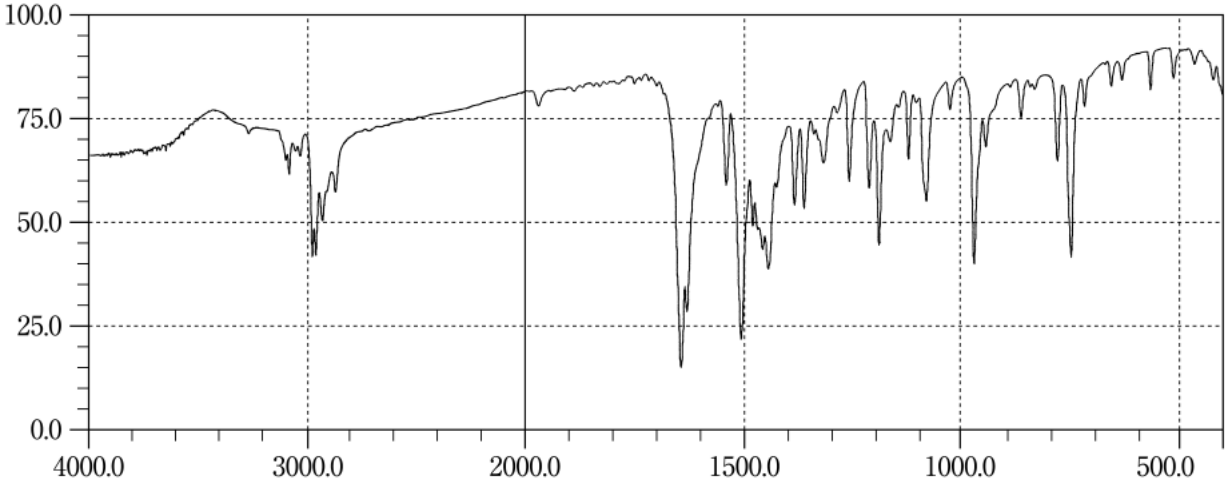
イトラコナゾール



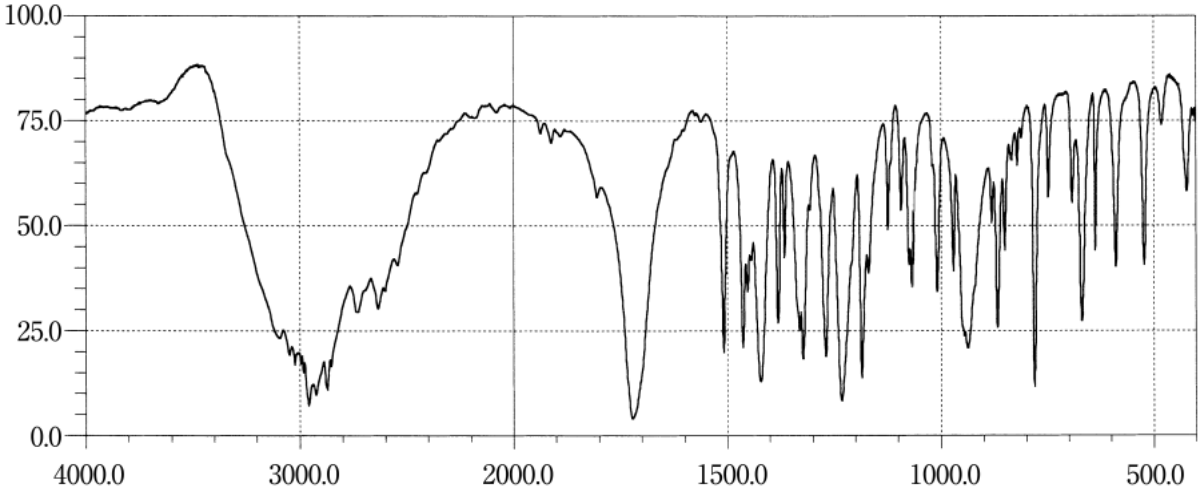
イフェンプロジル酒石酸塩



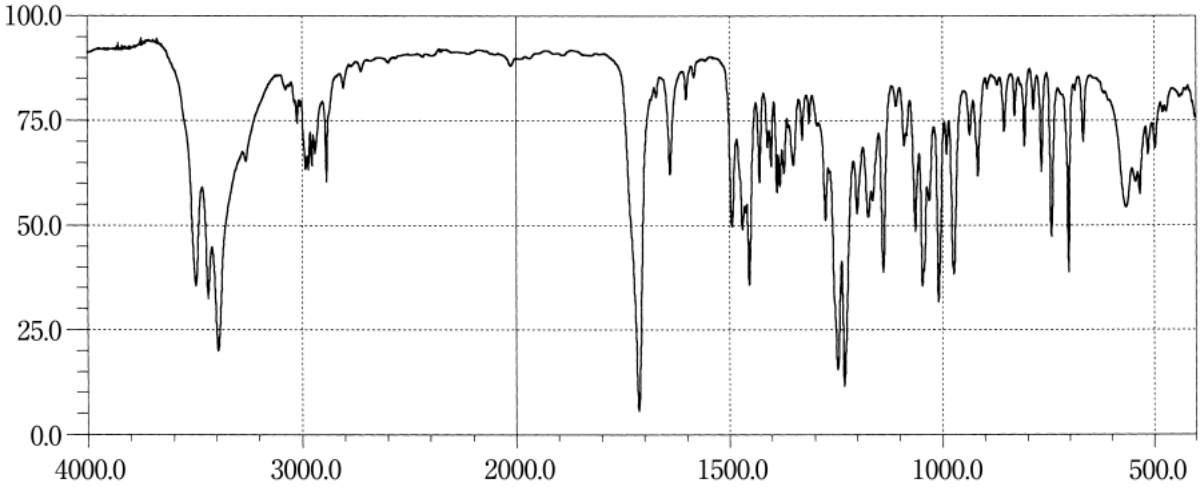
イブジラスト



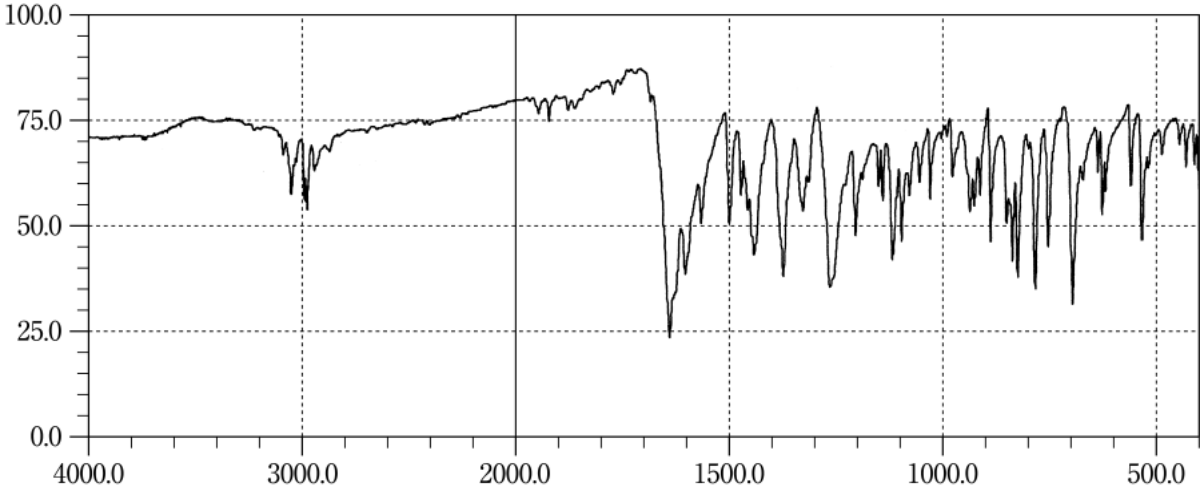
イブプロフェン



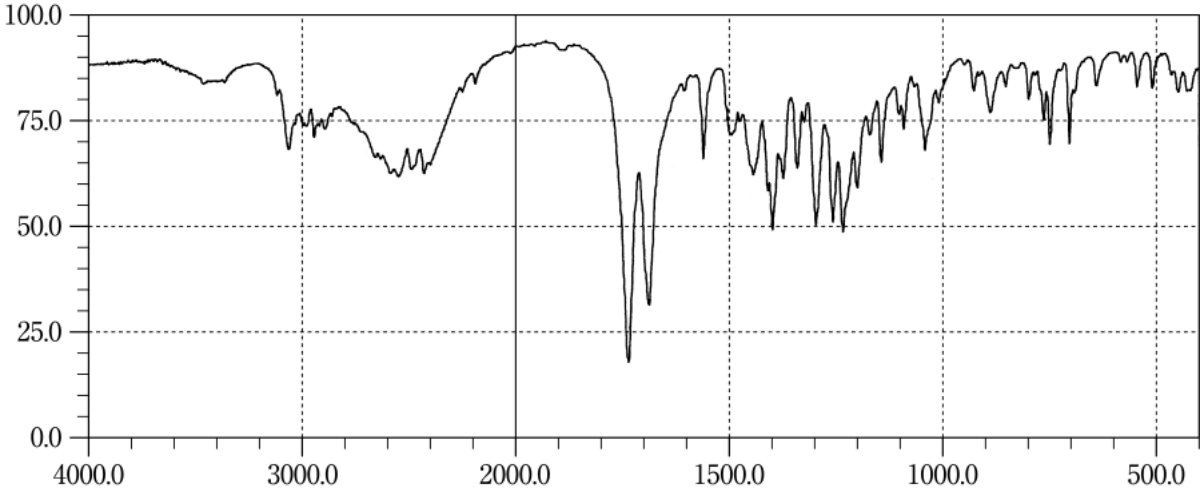
イプラトロピウム臭化物水和物



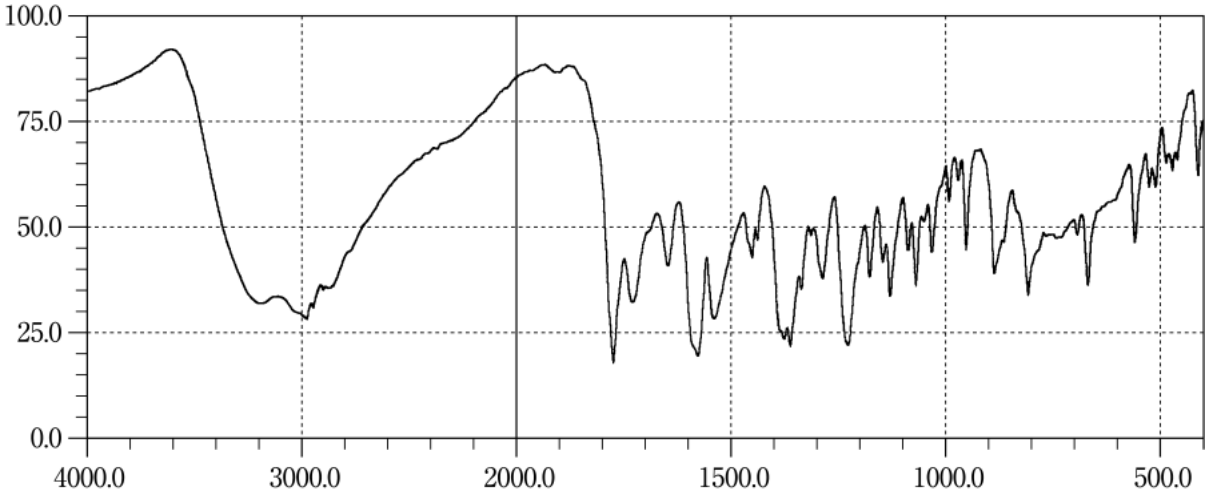
イプリフラボン



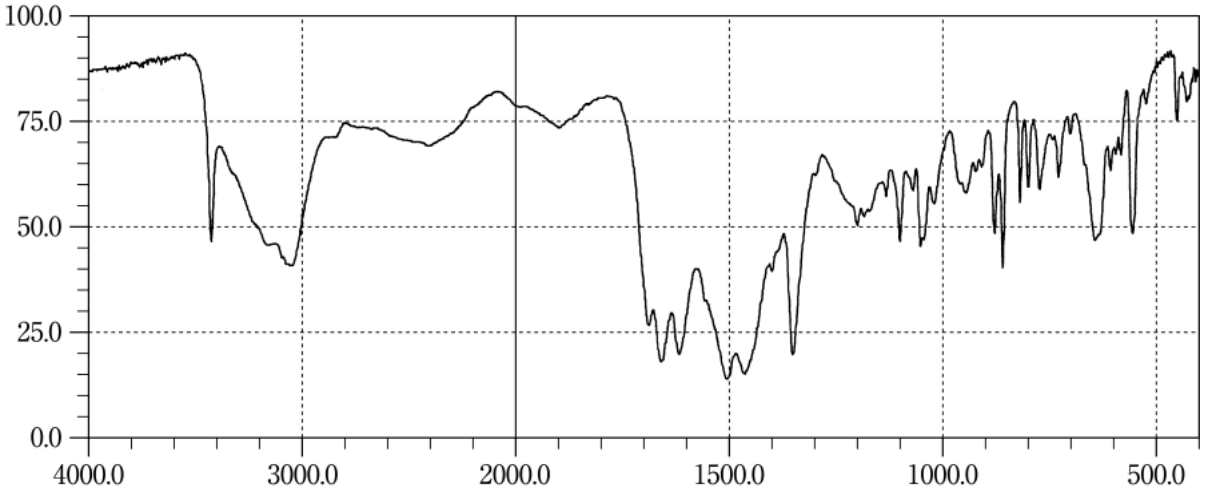
イミダプリル塩酸塩



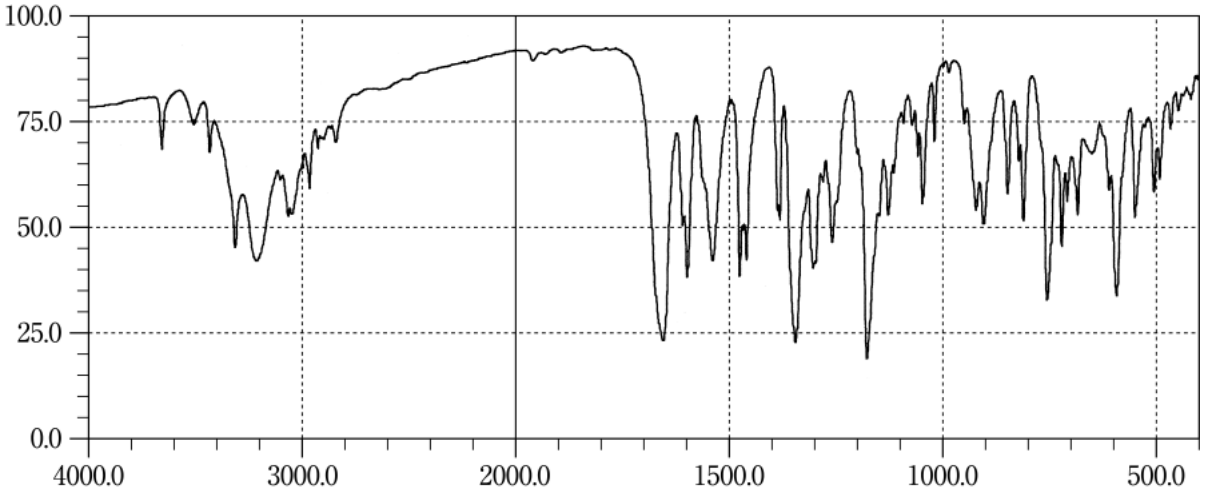
イミペネム水和物



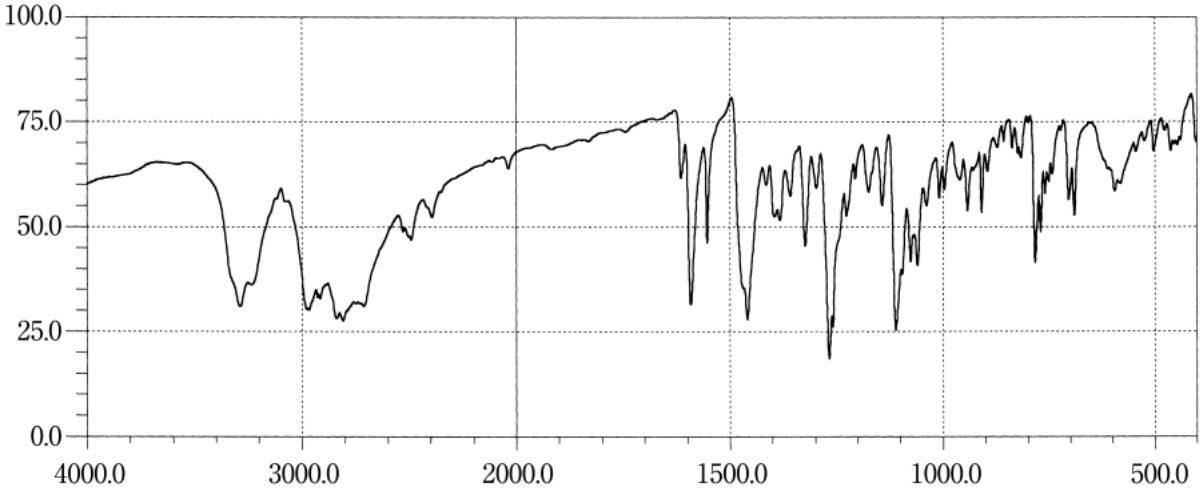
イルソグラジンマレイン酸塩



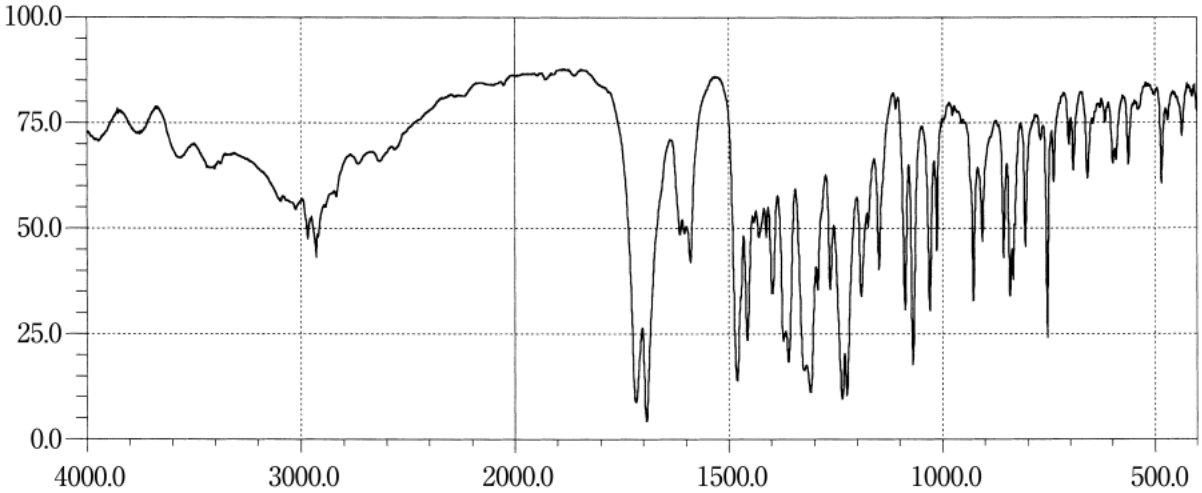
インダパミド



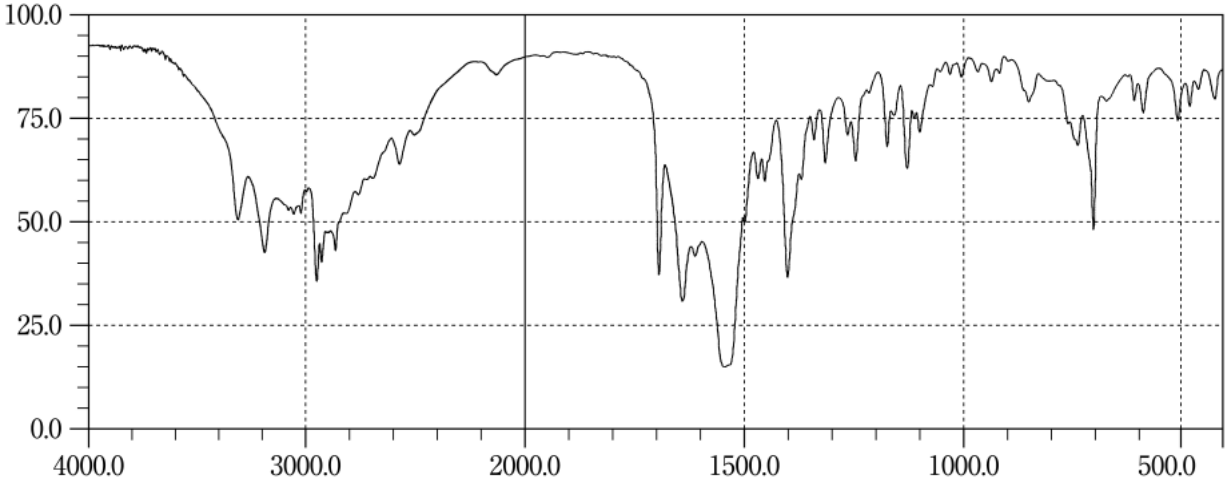
インデノロール塩酸塩



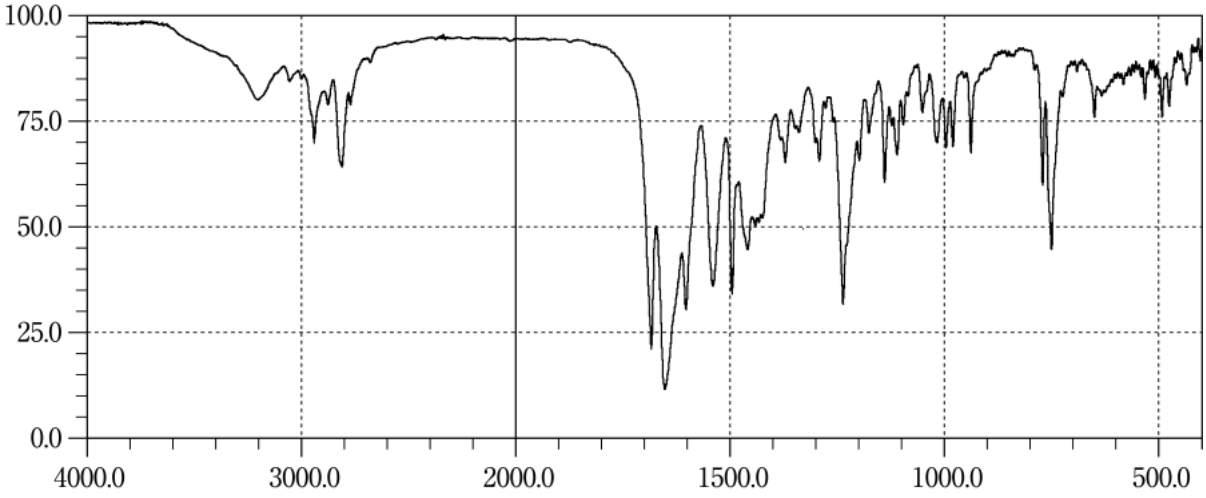
インドメタシン



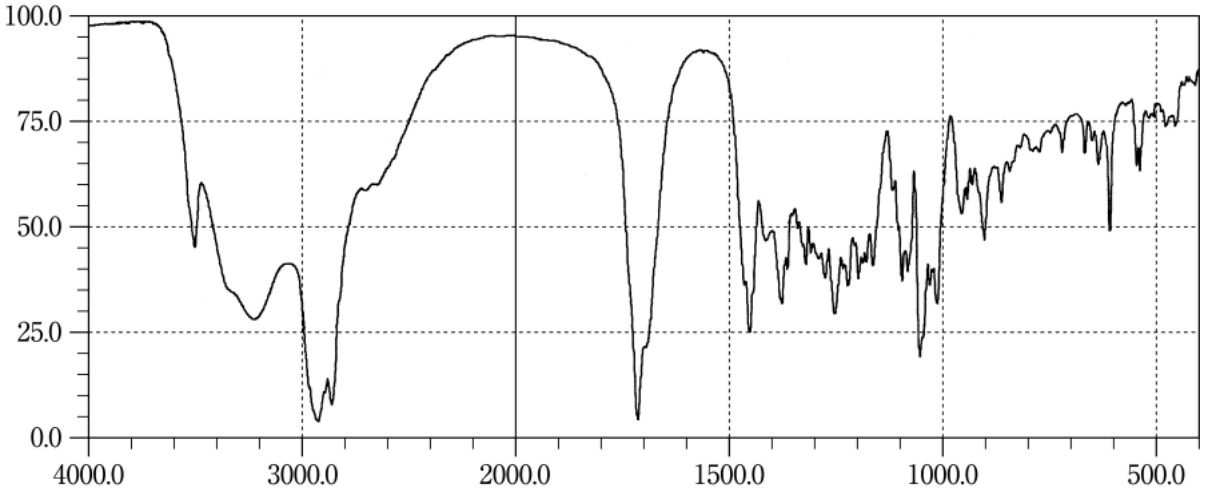
ウベニメクス



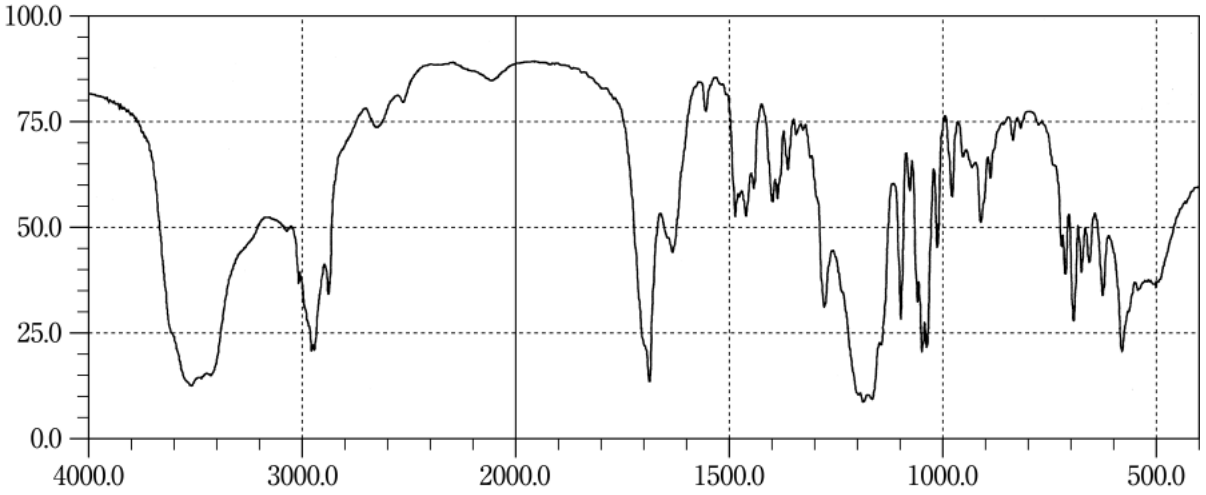
ウラピジル



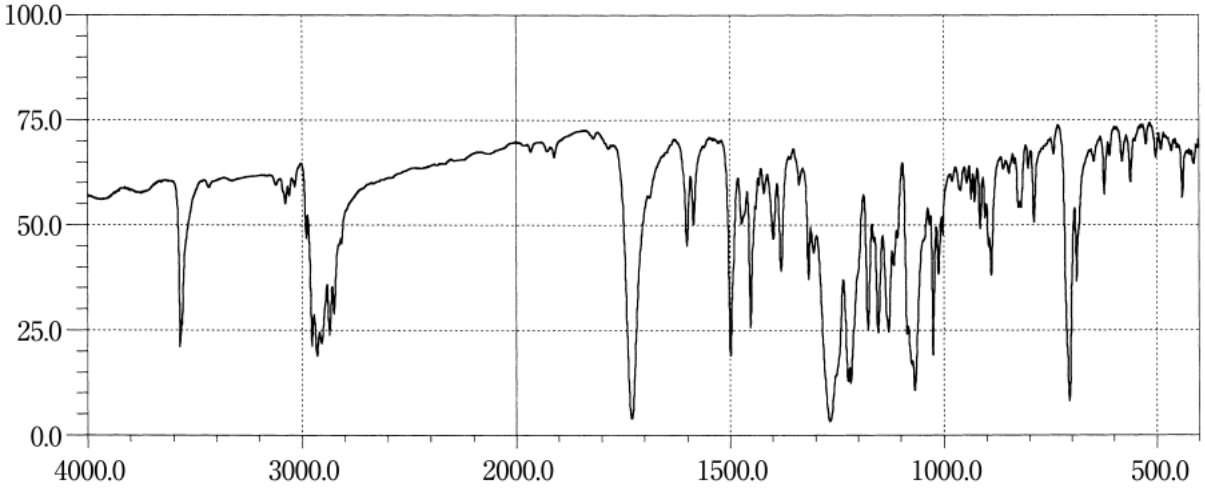
ウルソデオキシコール酸



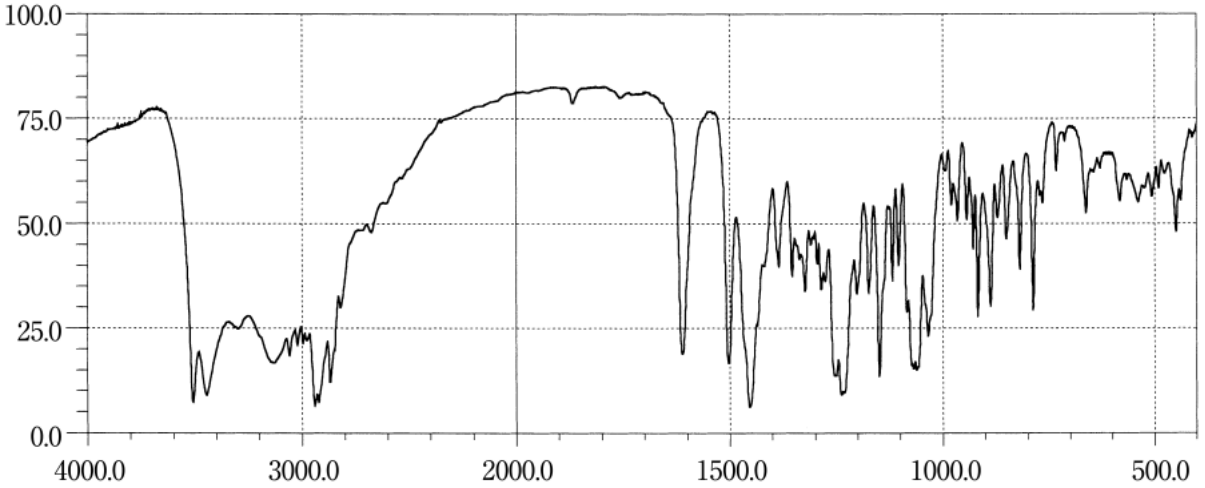
エカベトナトリウム水和物



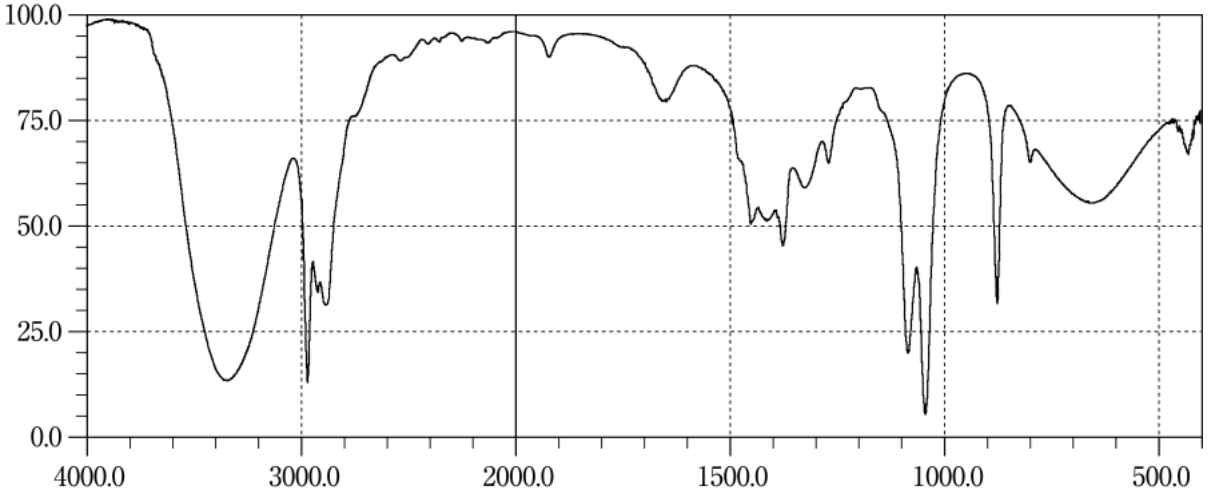
エストラジオール安息香酸エステル



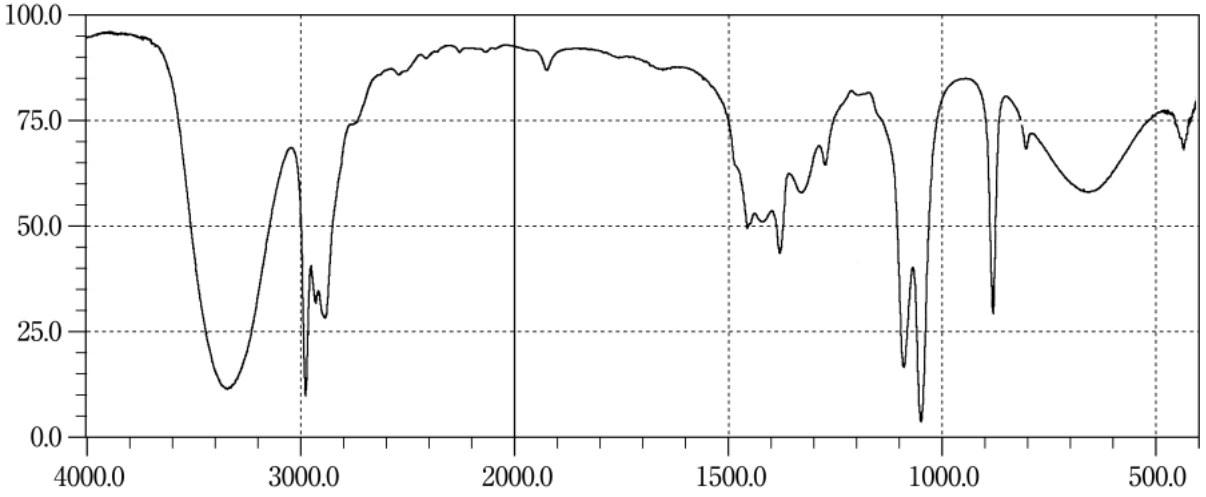
エストリオール



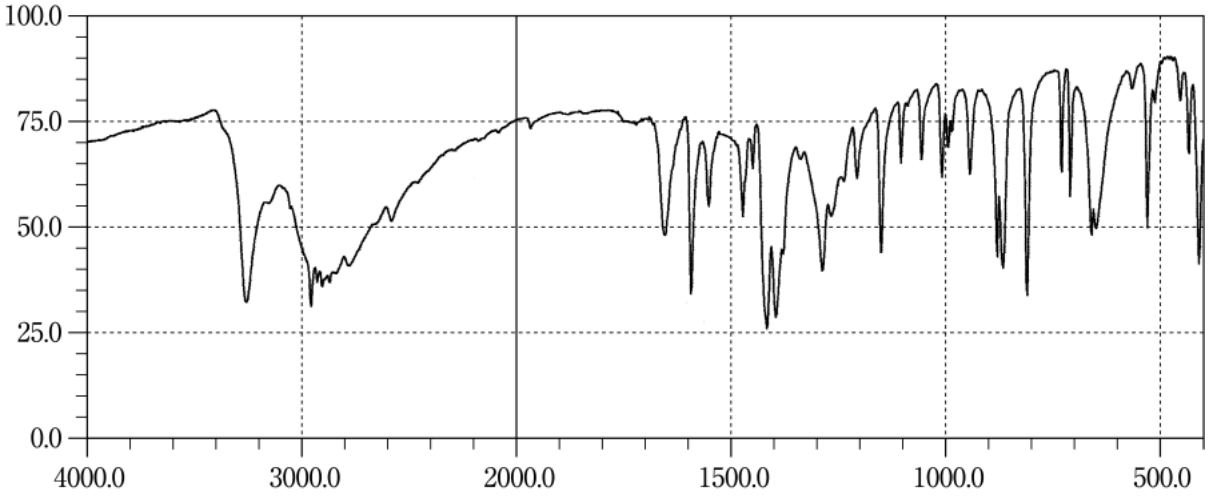
エタノール



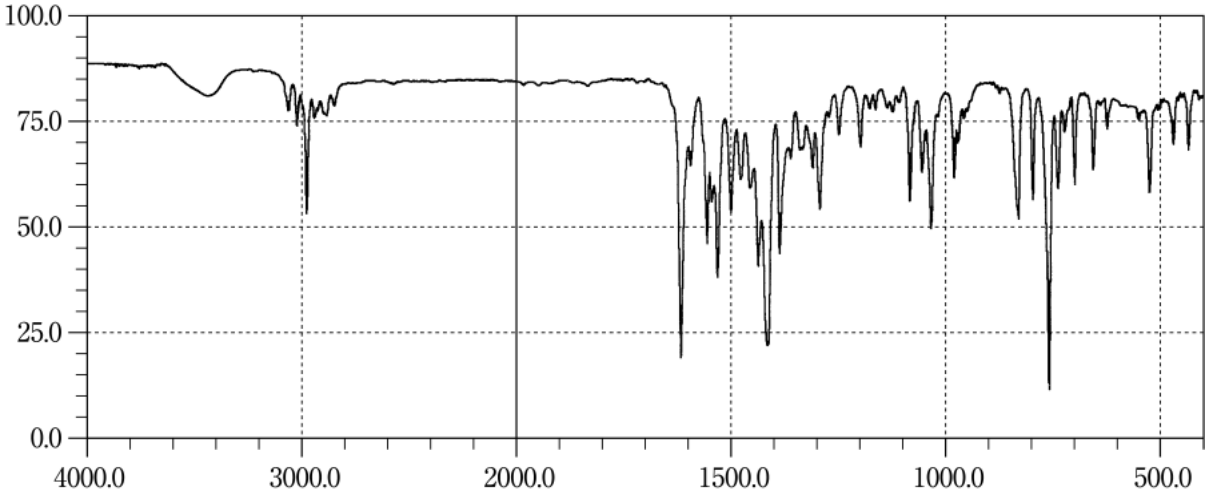
無水エタノール



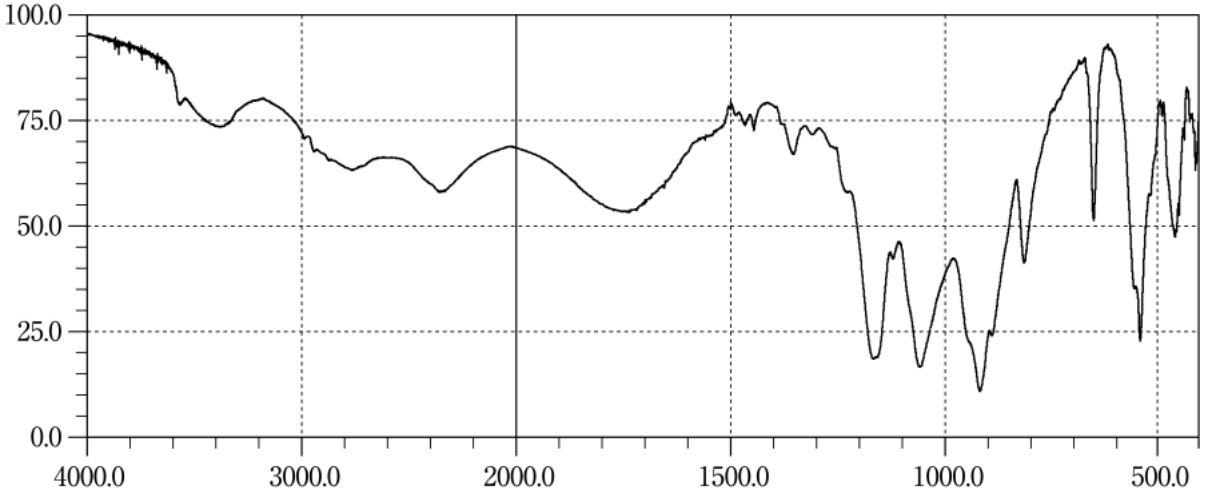
エチオナミド



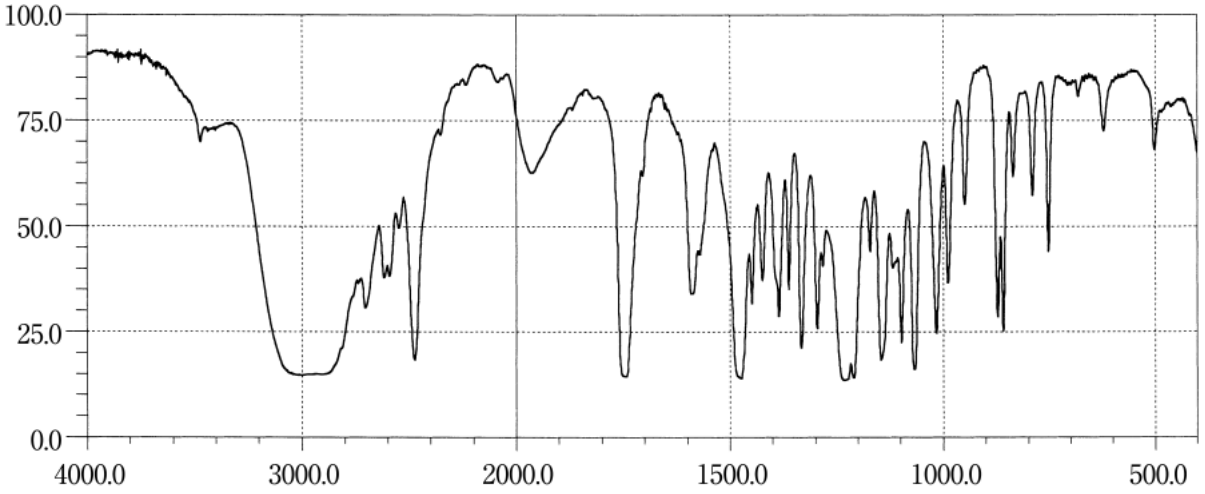
エチゾラム



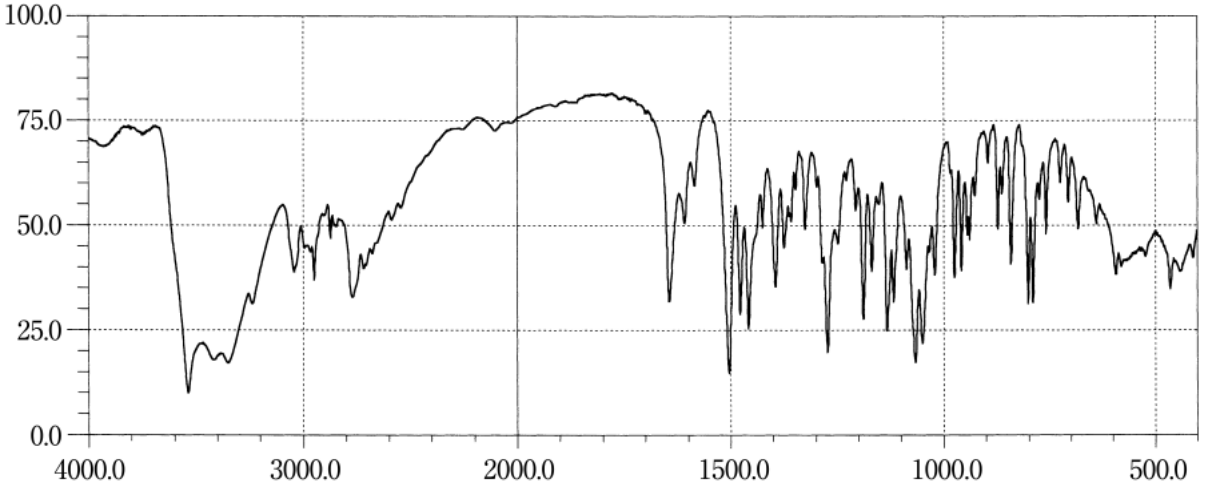
エチドロン酸二ナトリウム



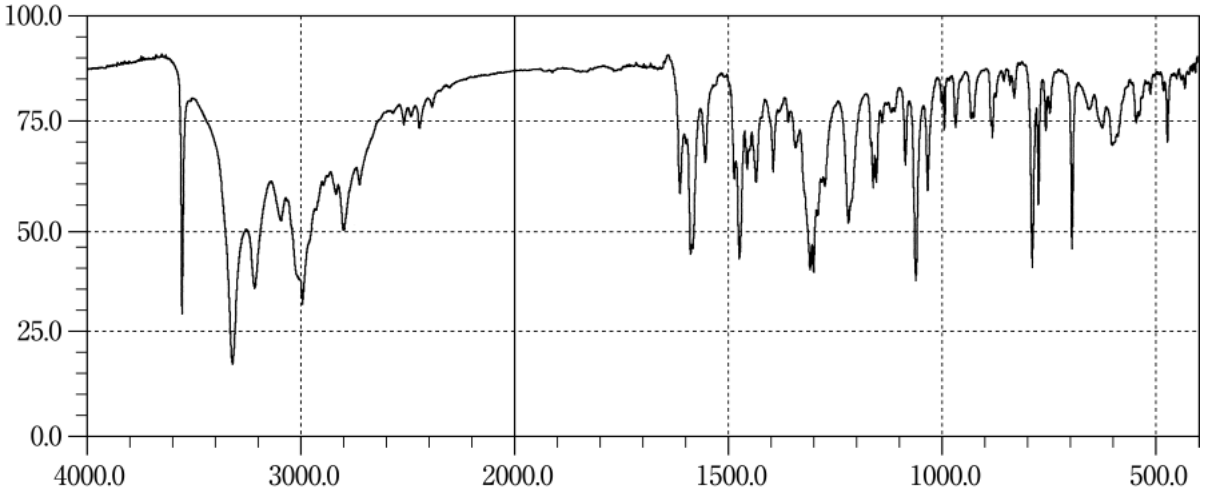
L－エチルシステイン塩酸塩



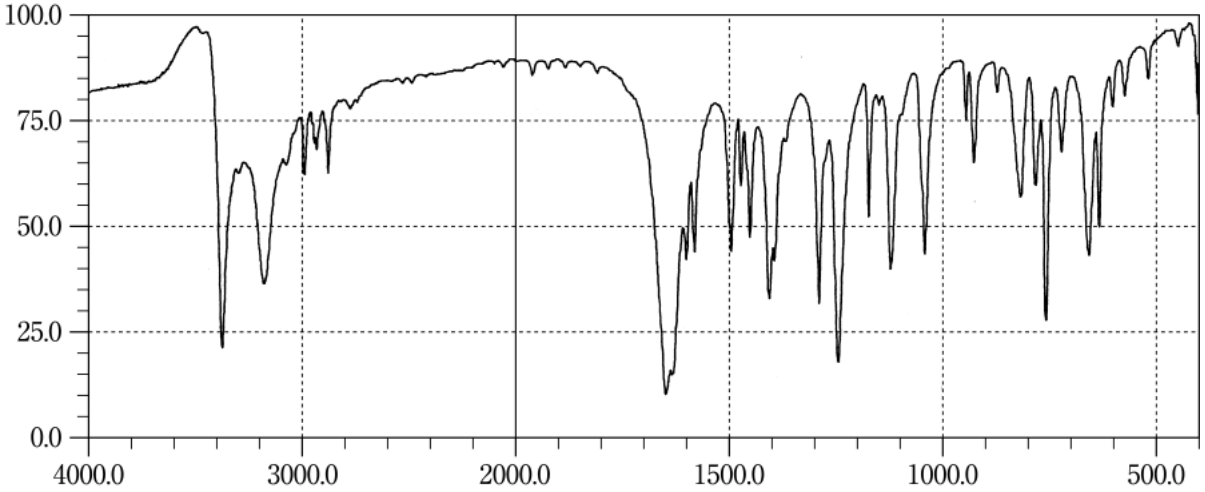
エチルモルヒネ塩酸塩水和物



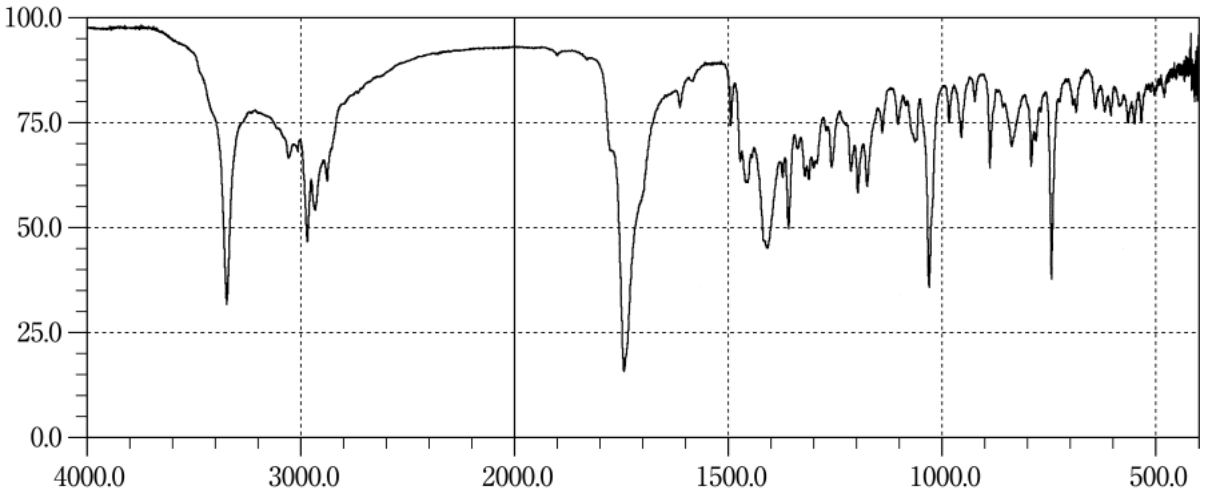
エチレフリン塩酸塩



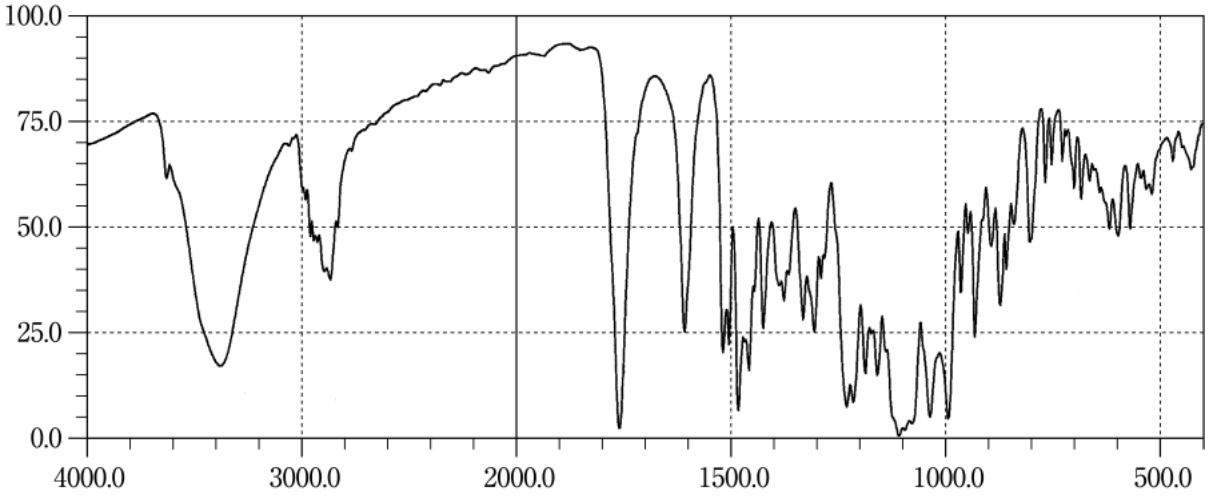
エテンザミド



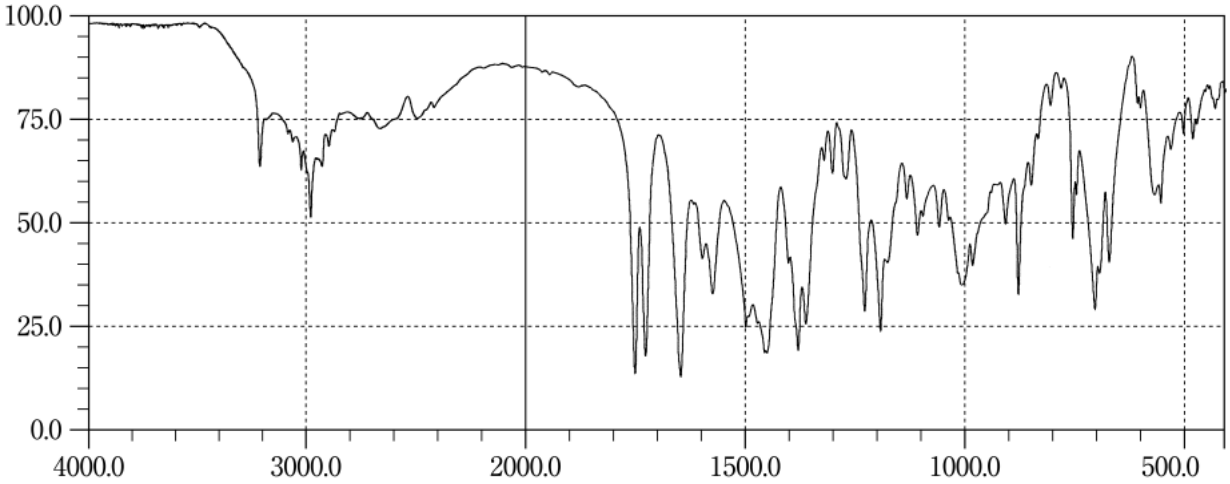
エトドラク



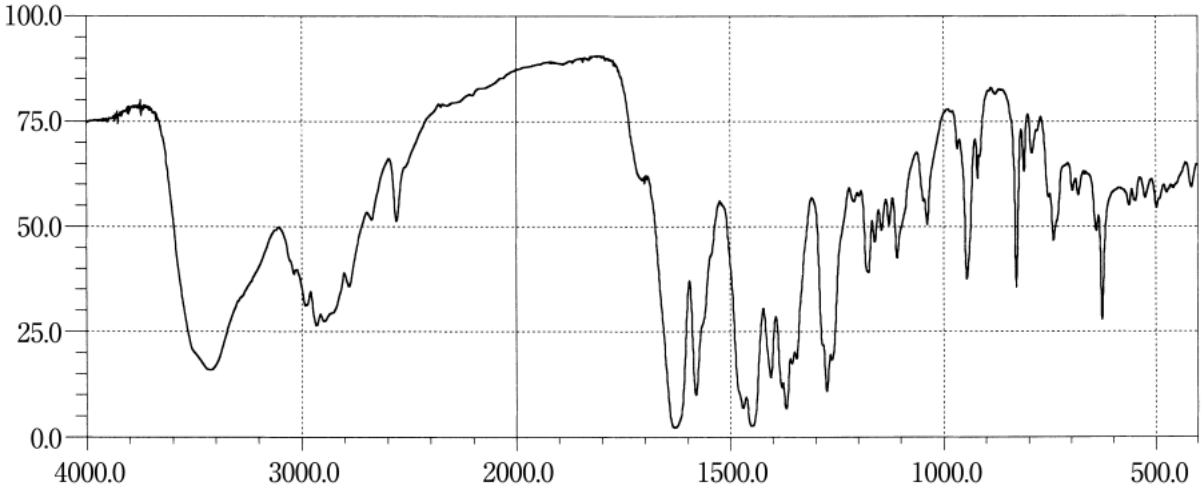
エトポシド



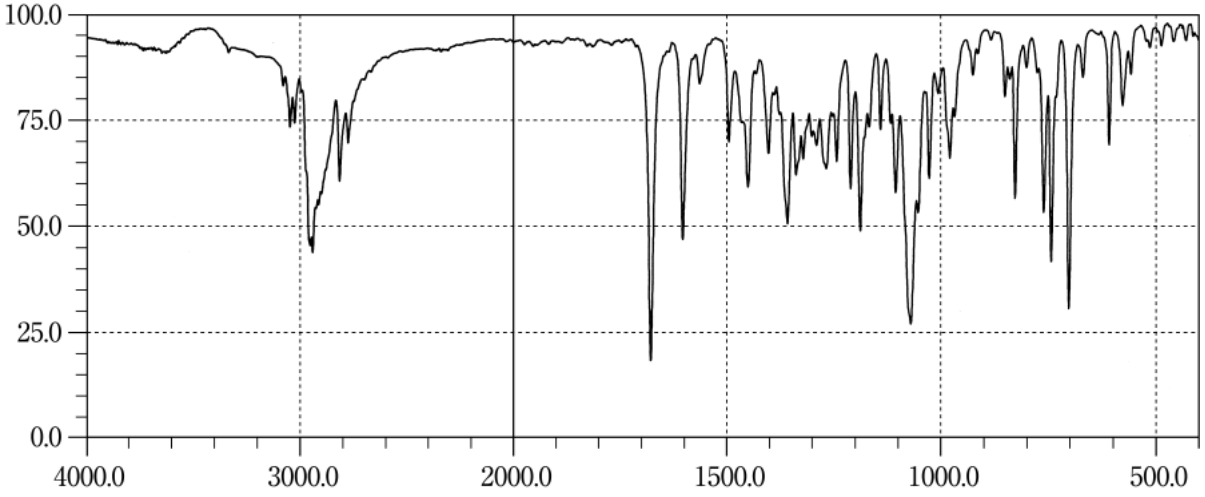
エナラプリルマレイン酸塩



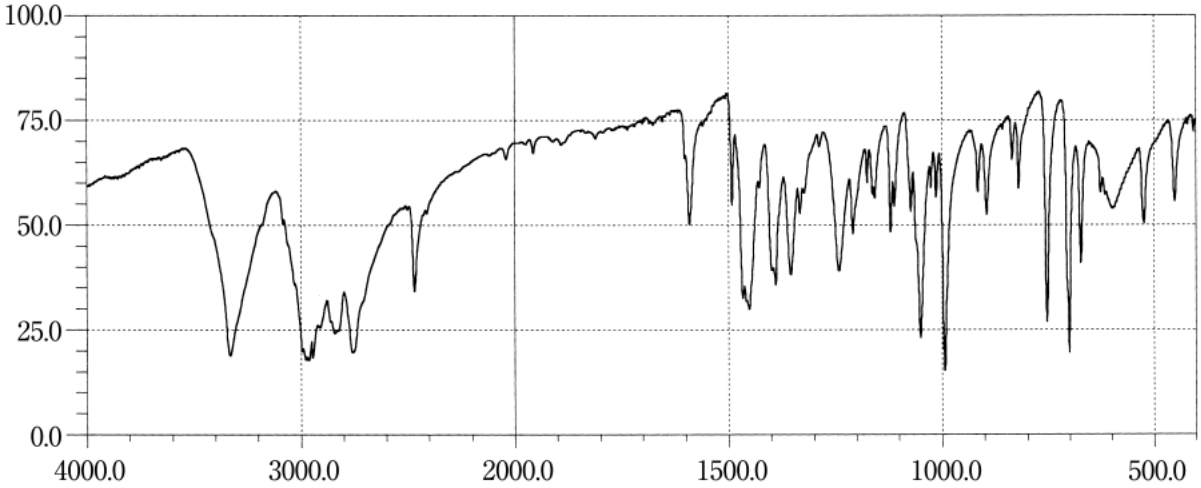
エノキサシン水和物



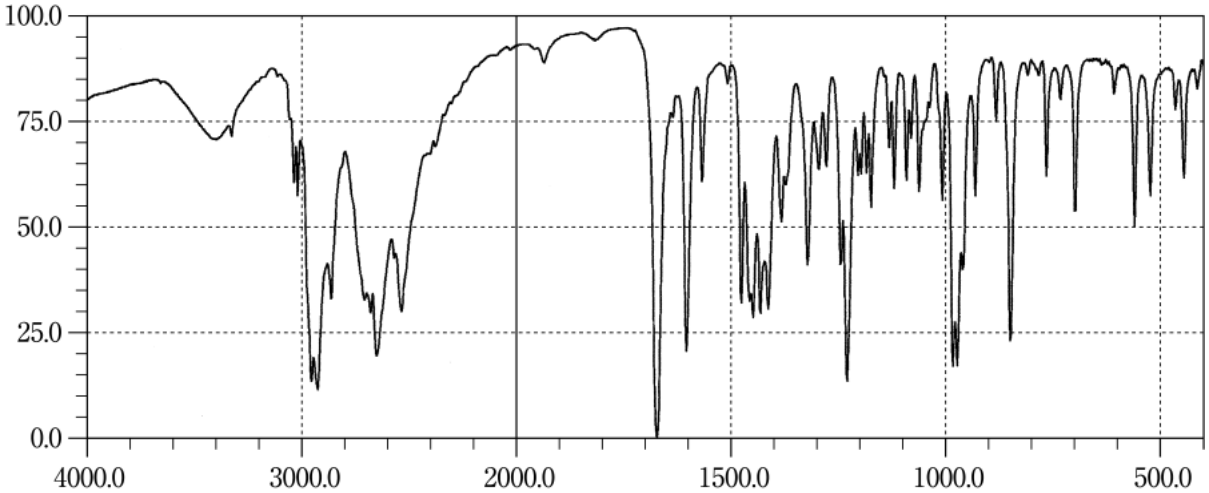
エバスチン



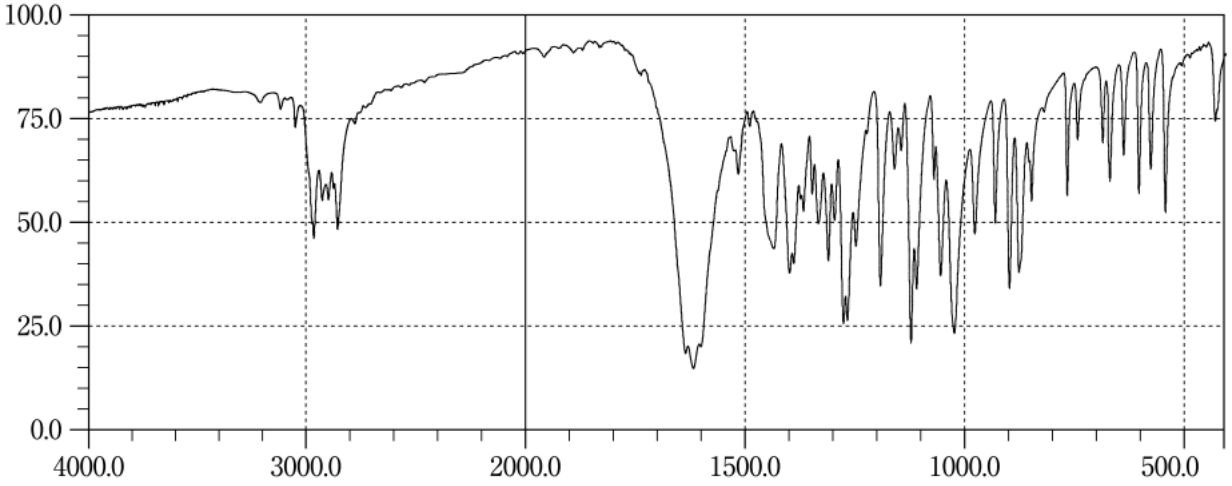
エフェドリン塩酸塩



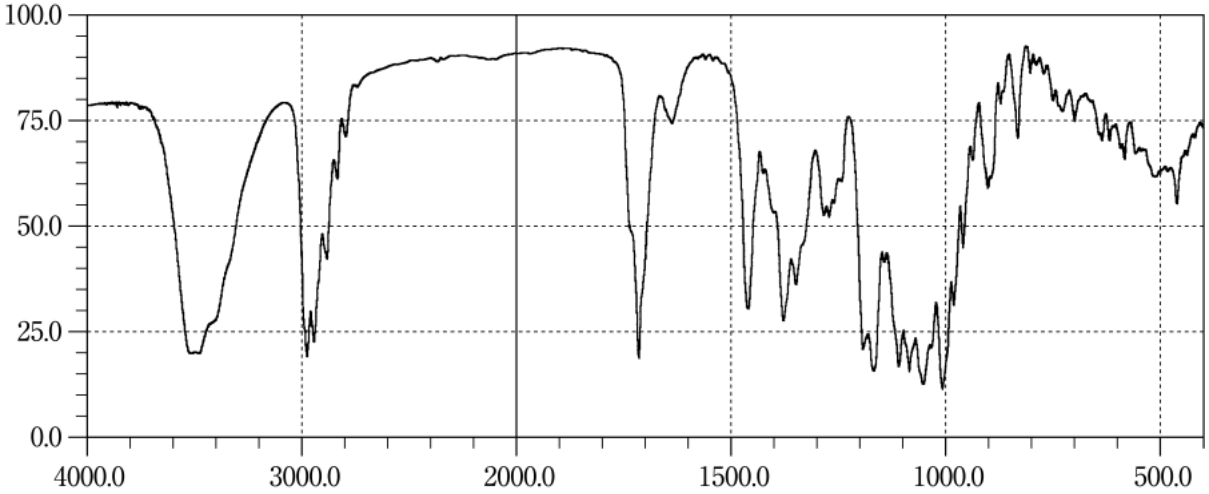
エペリゾン塩酸塩



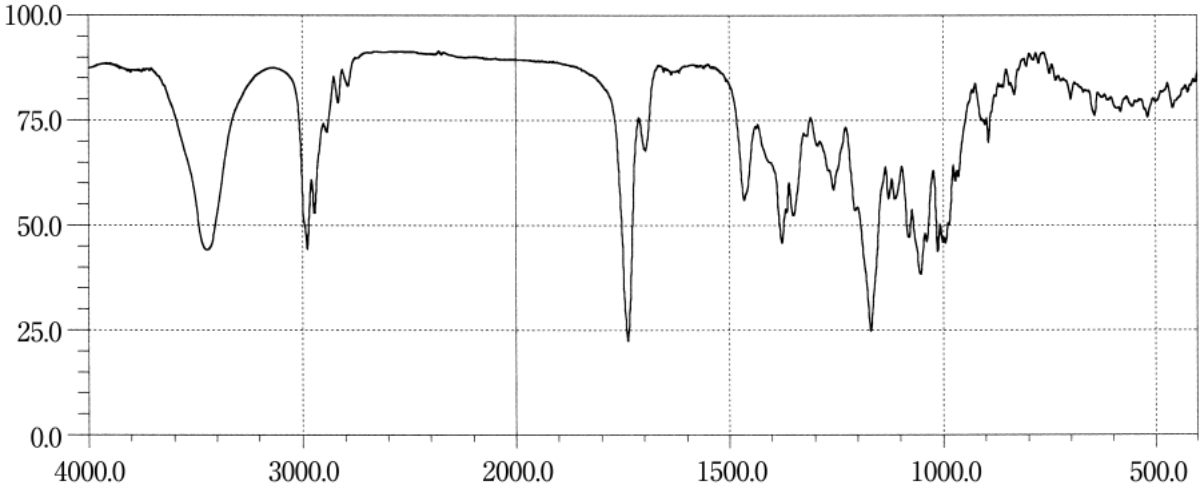
エモルファゾン



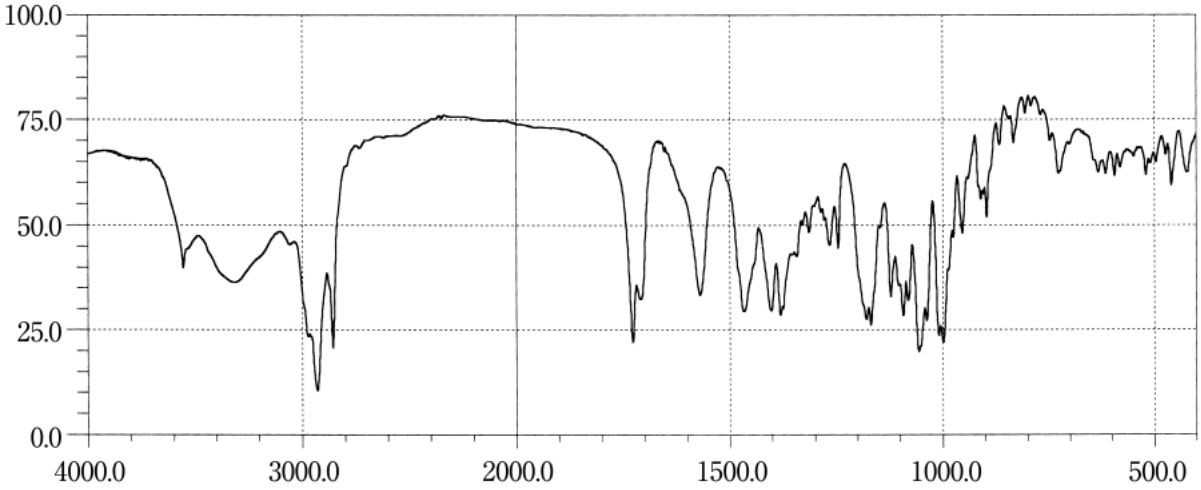
エリスロマイシン



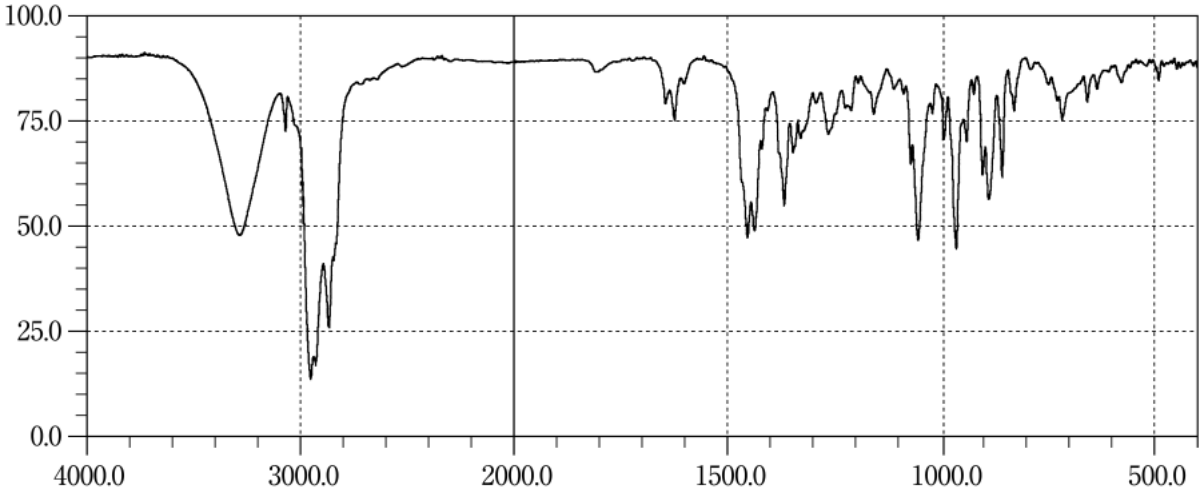
エリスロマイシンエチルコハク酸エステル



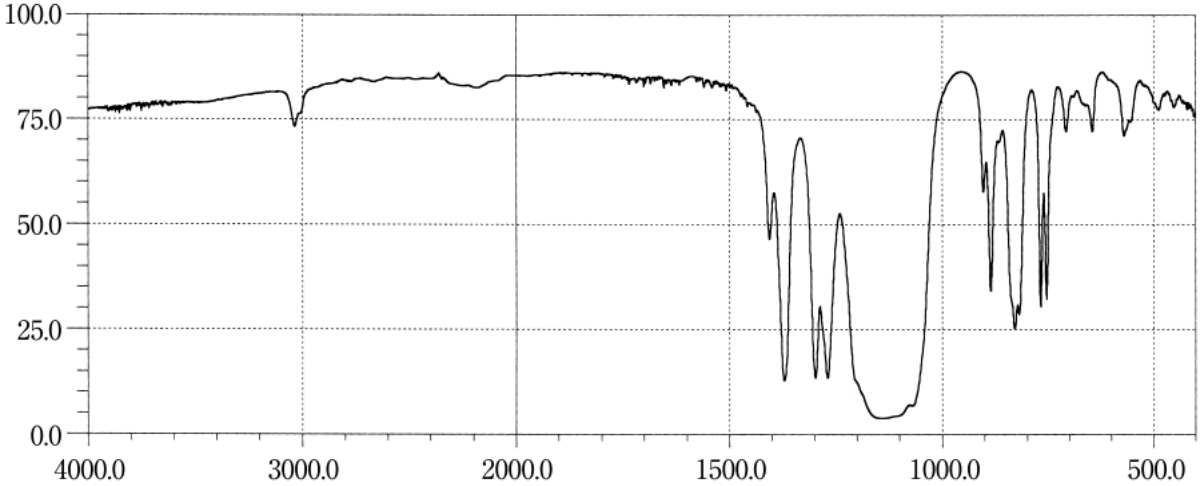
エリスロマイシンステアリン酸塩



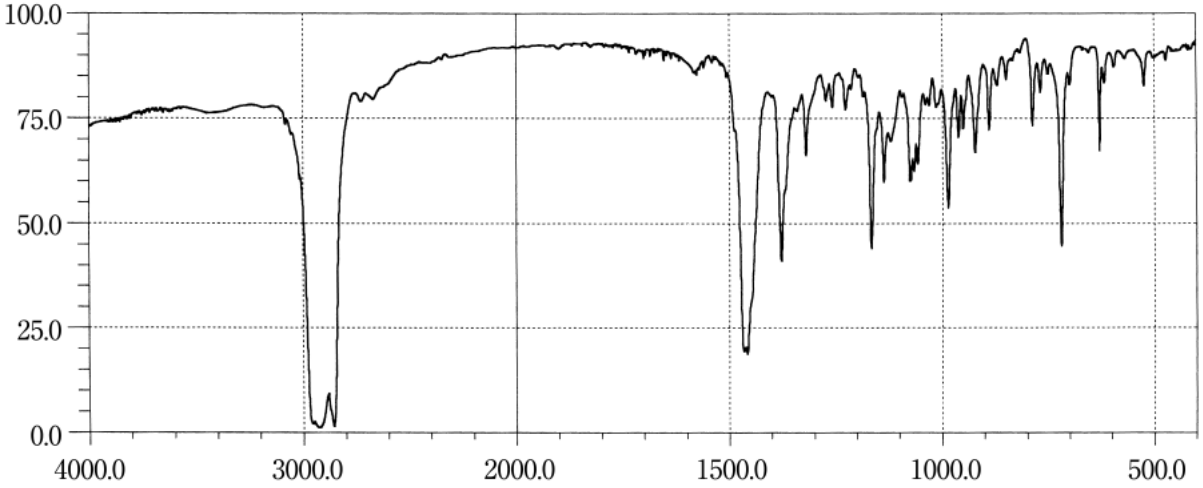
エルゴカルシフェロール



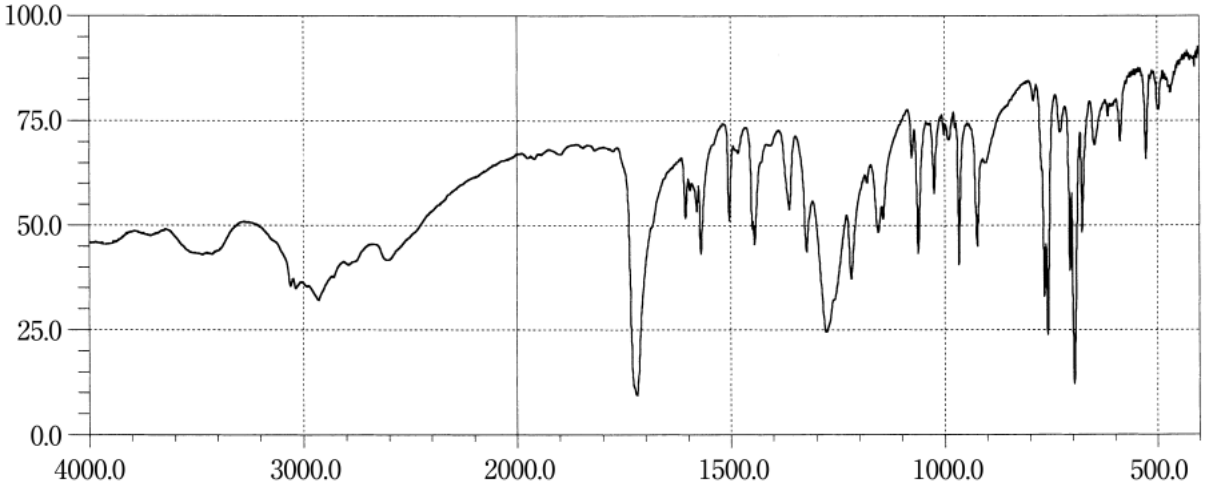
エンフルラン



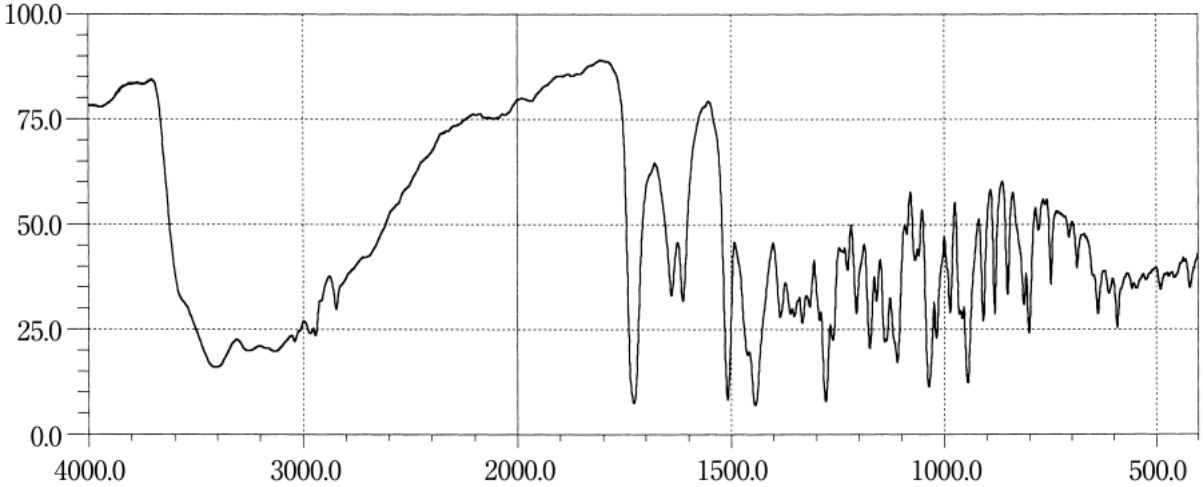
オキサピウムヨウ化物



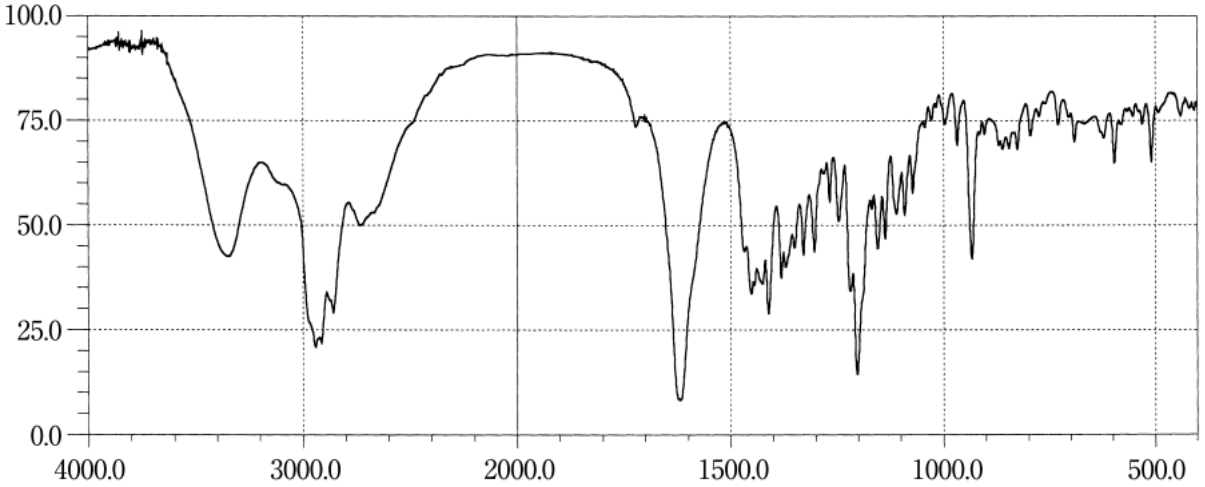
オキサプロジン



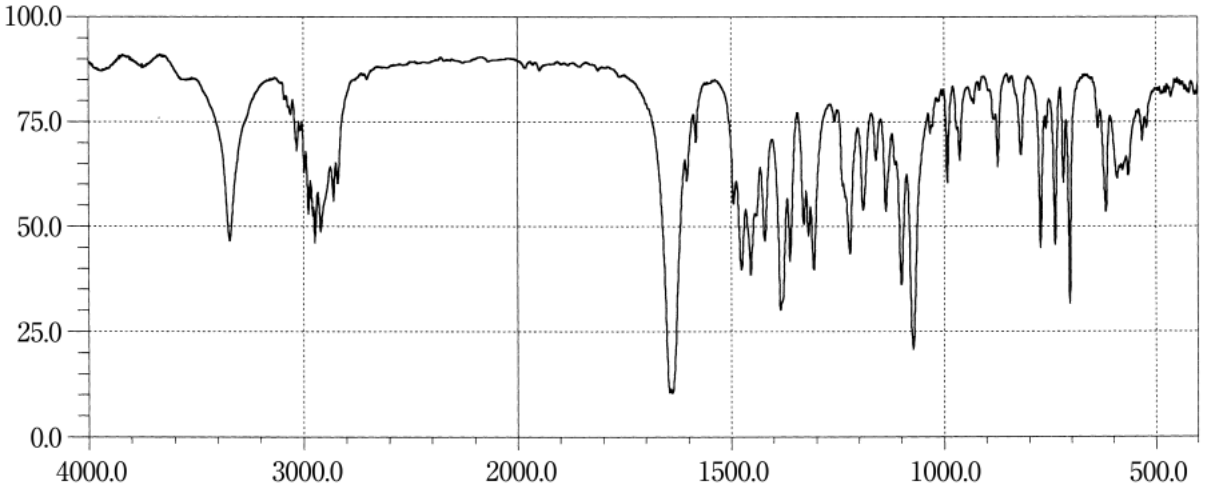
オキシコドン塩酸塩水和物



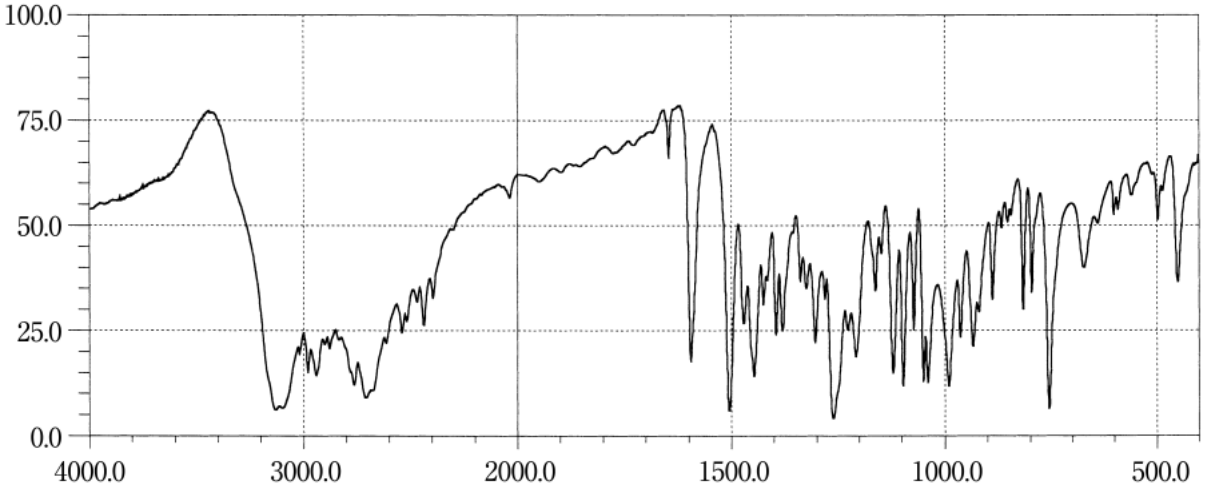
オキシメトロン



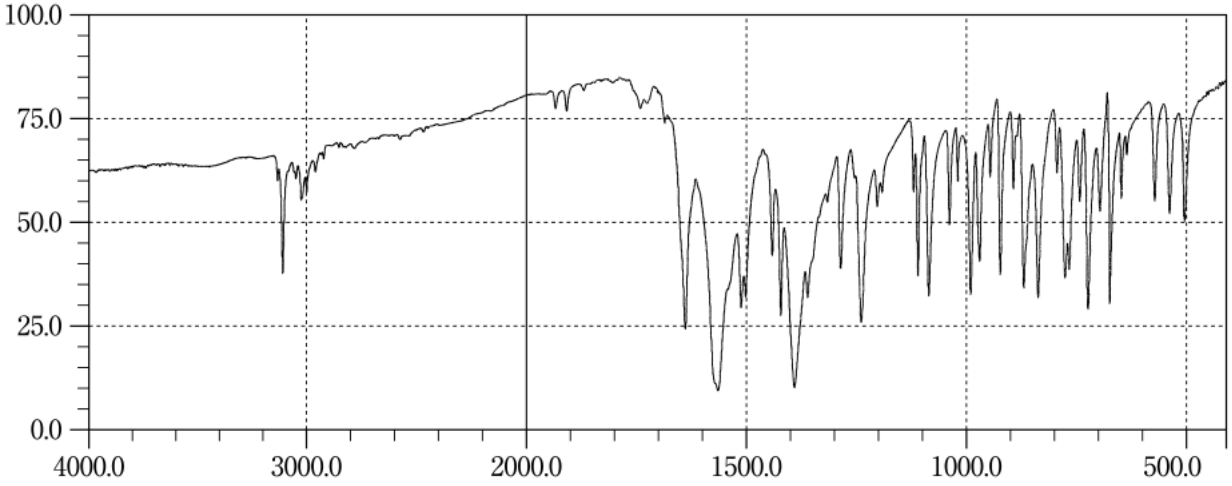
オキセサゼイン



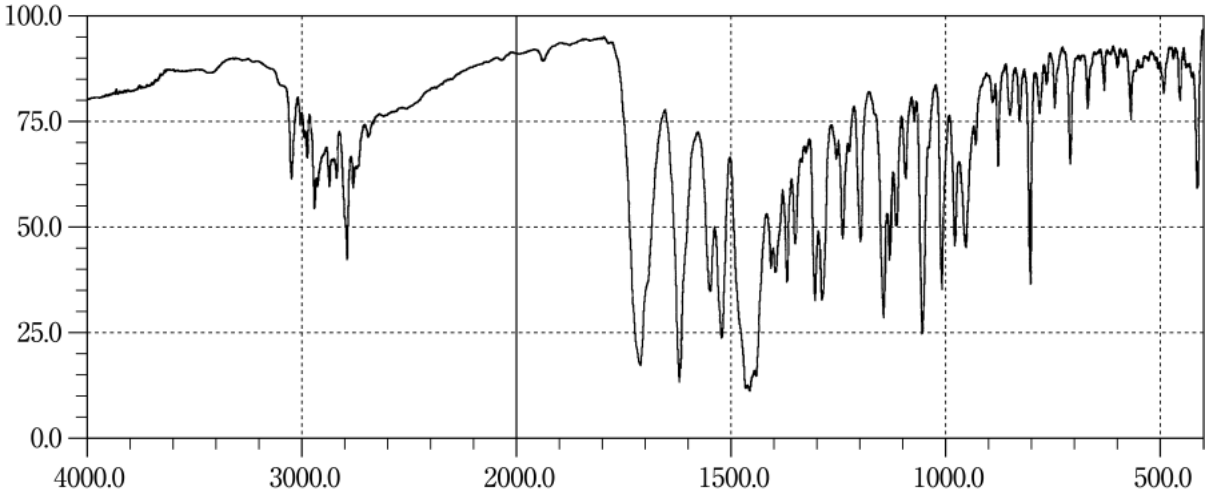
オクスプレノロール塩酸塩



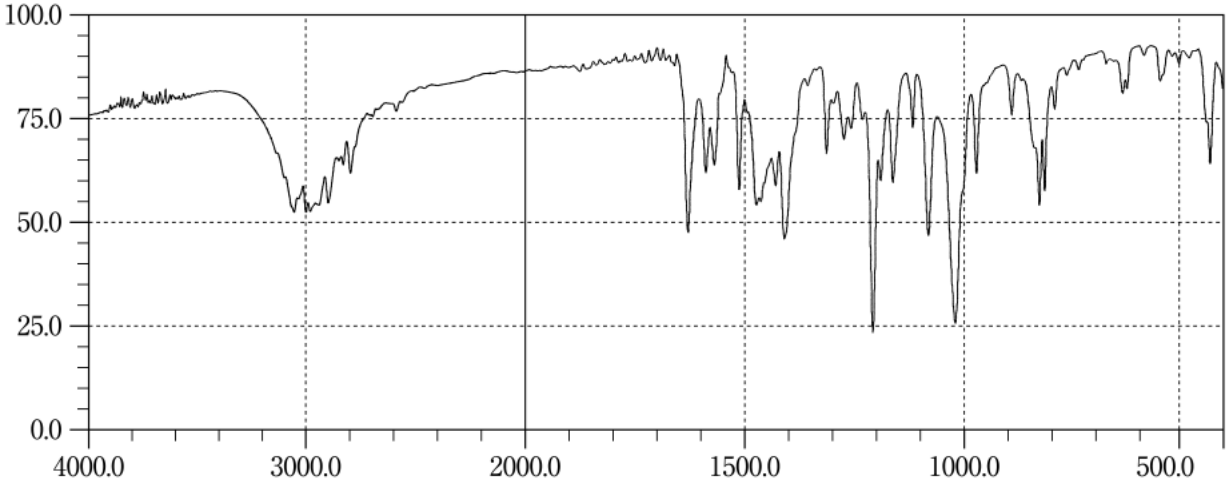
オザグレルナトリウム



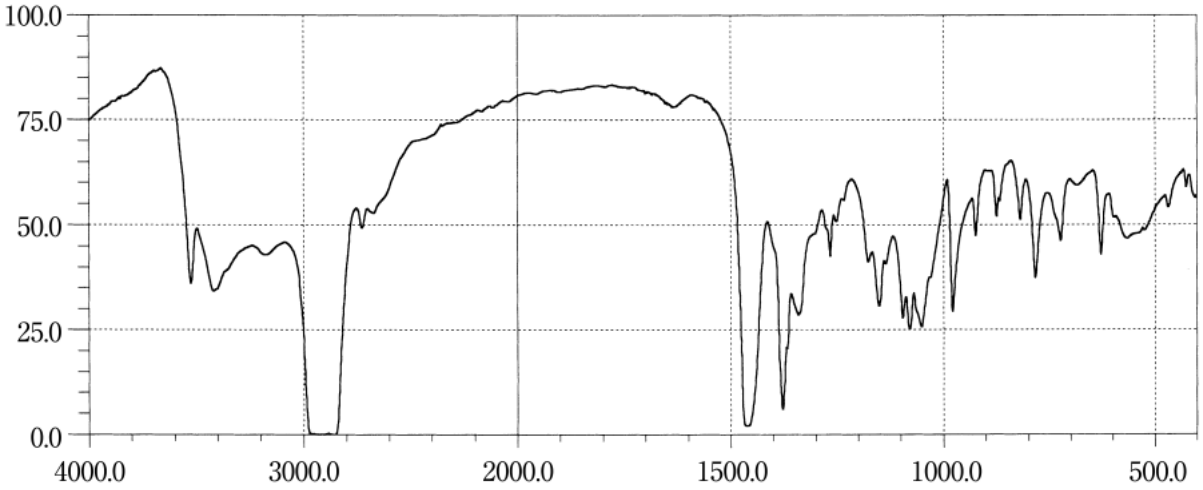
オフロキサシン



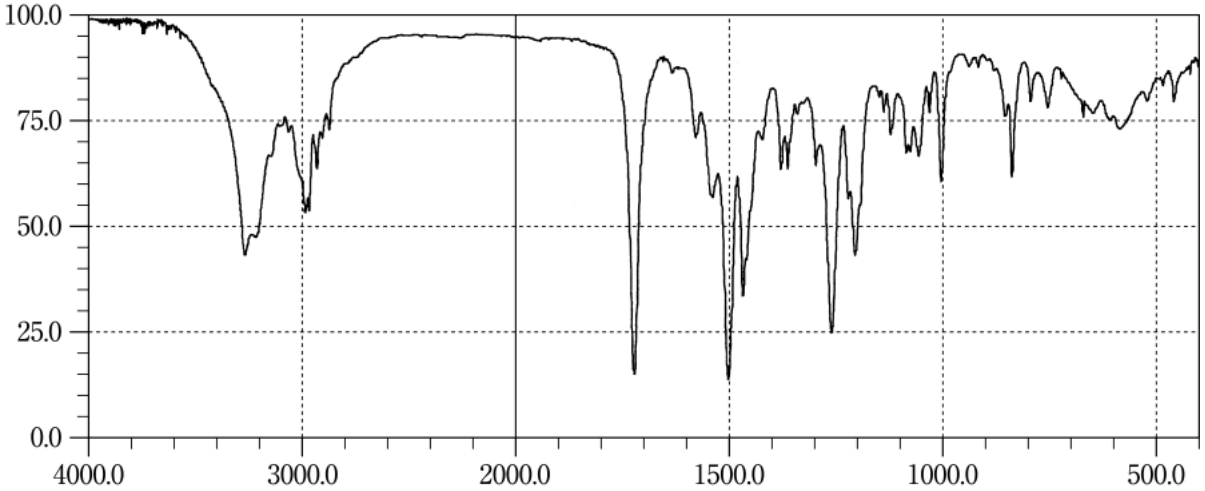
オメプラゾール



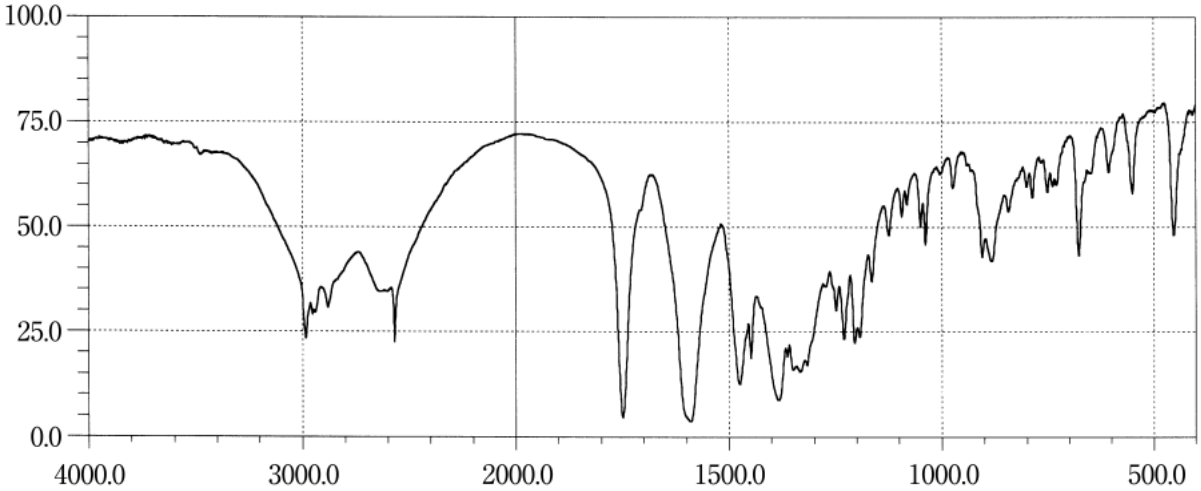
果糖



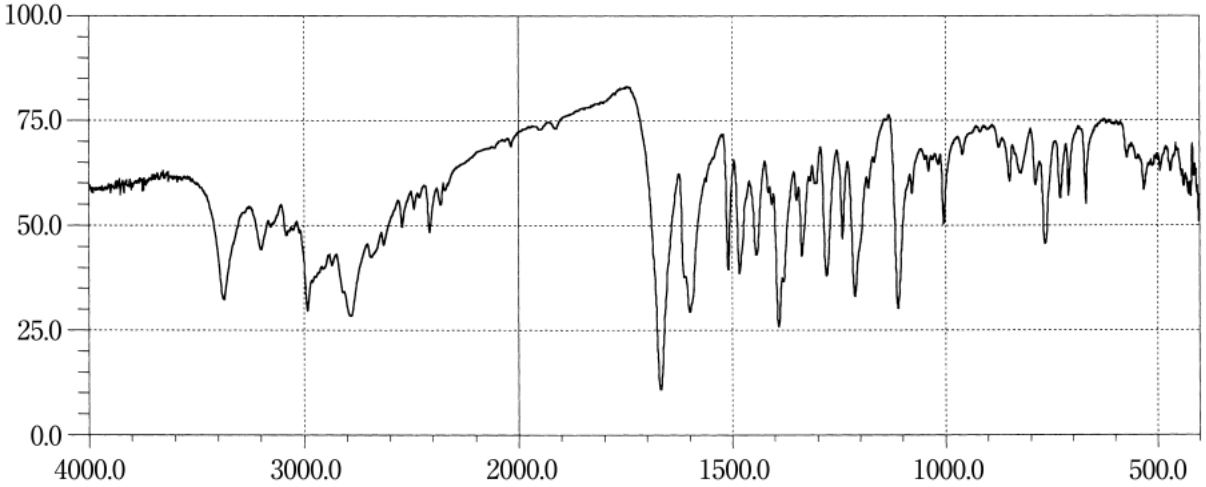
カドララジン



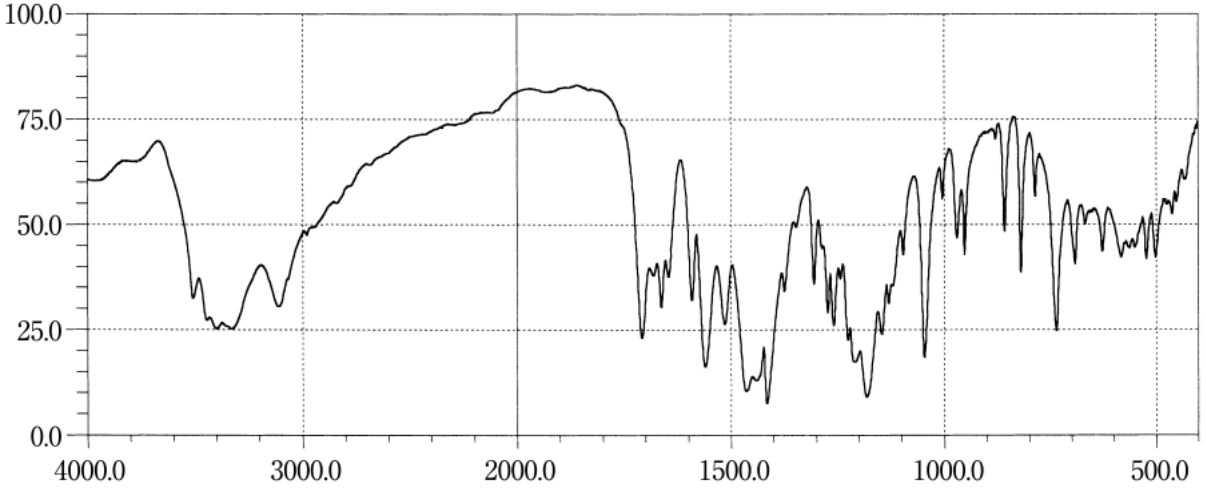
カプトプリル



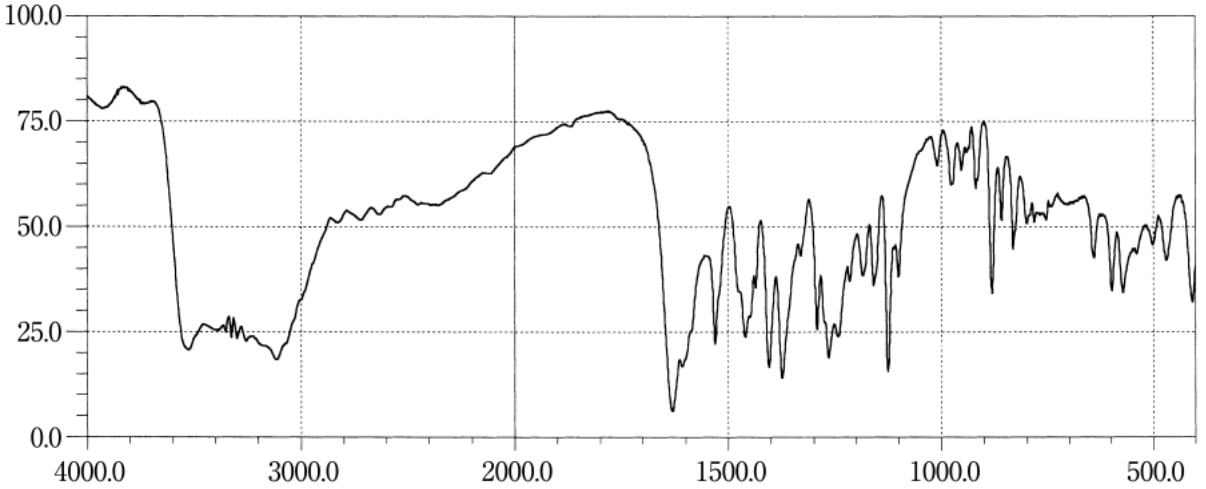
カルテオロール塩酸塩



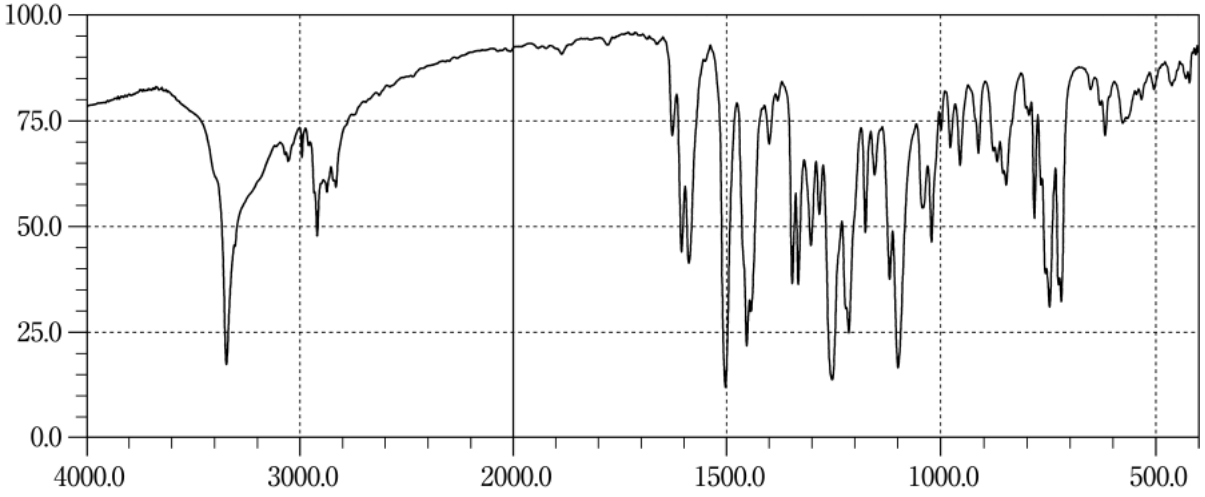
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物



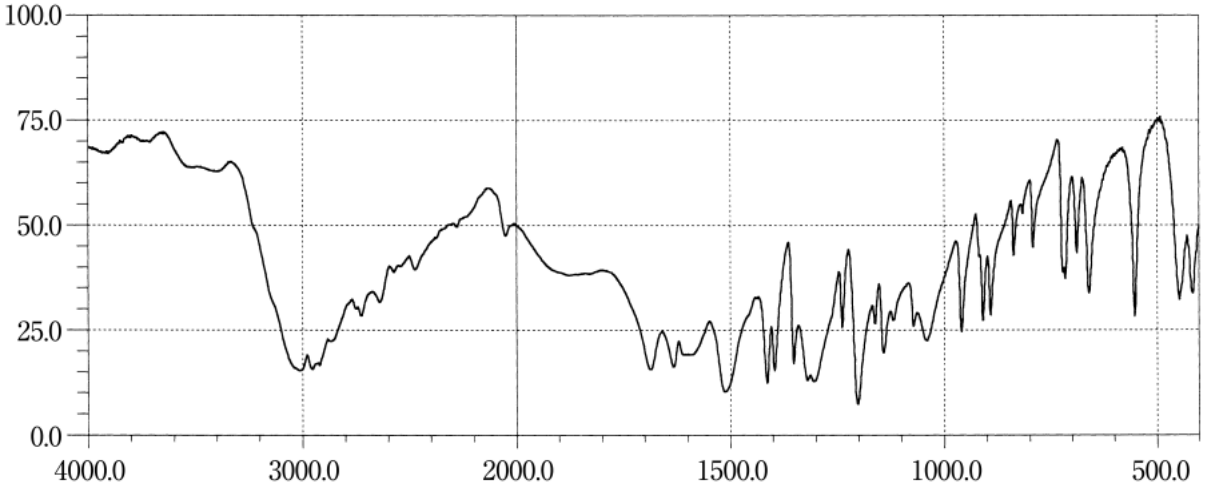
カルビドパ水和物



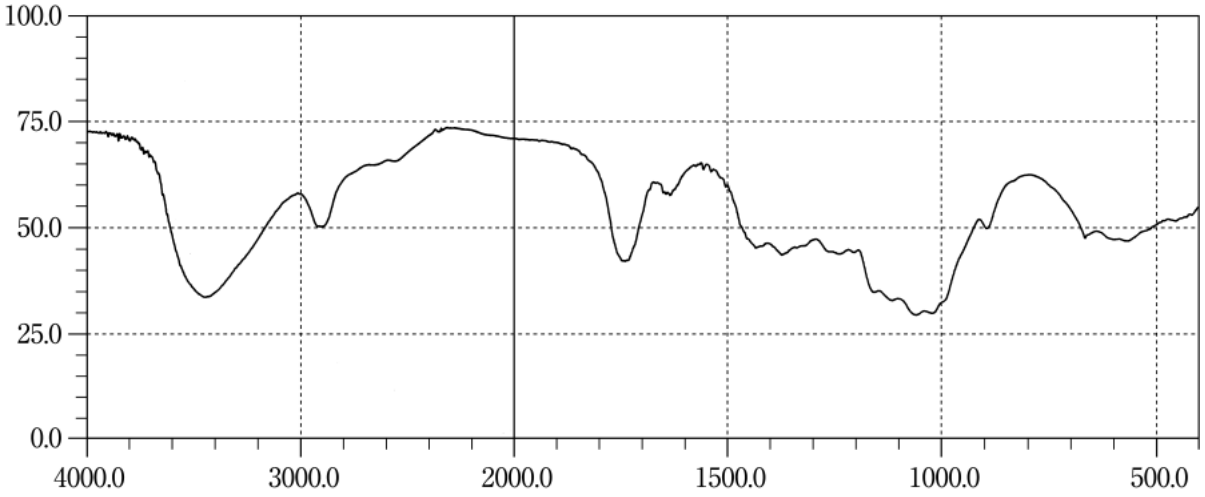
カルベジロール



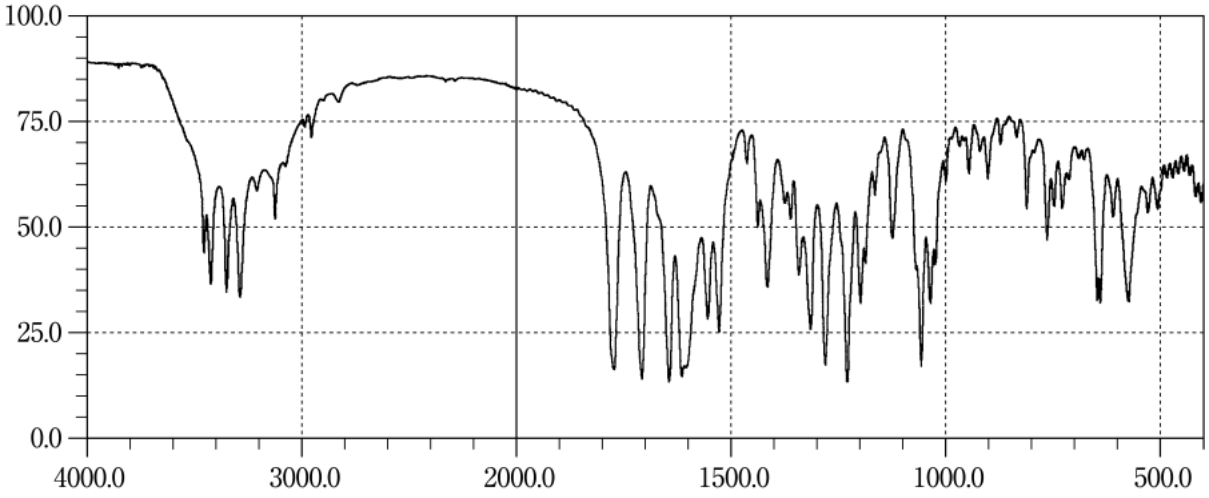
L－カルボシステイン



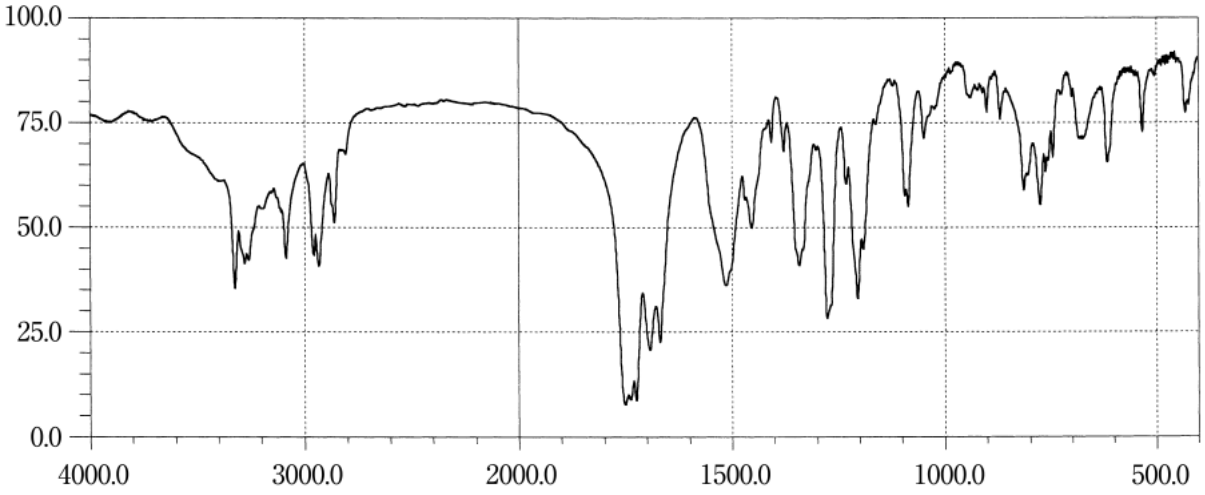
カルメロース



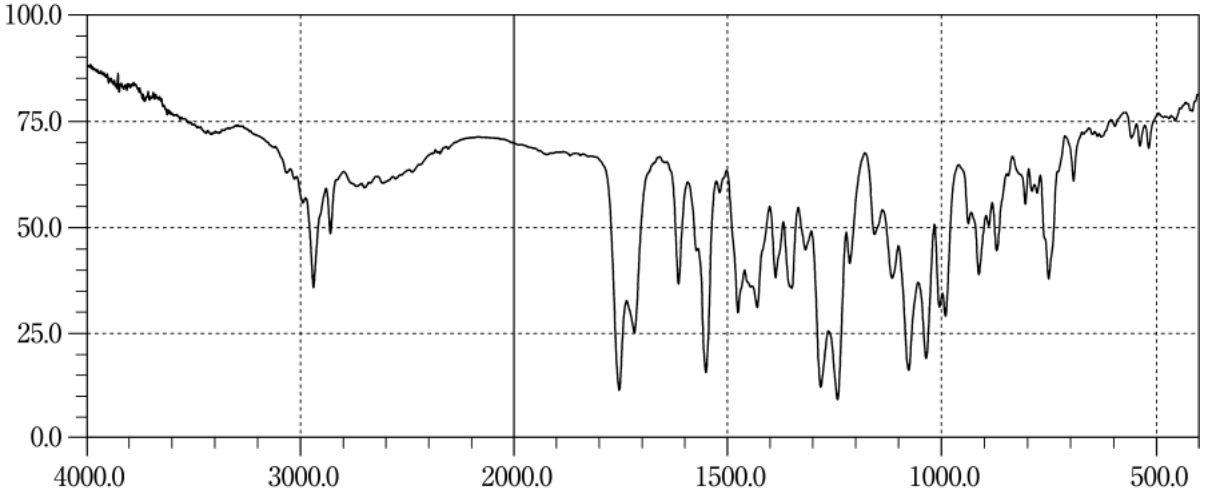
カルモナムナトリウム



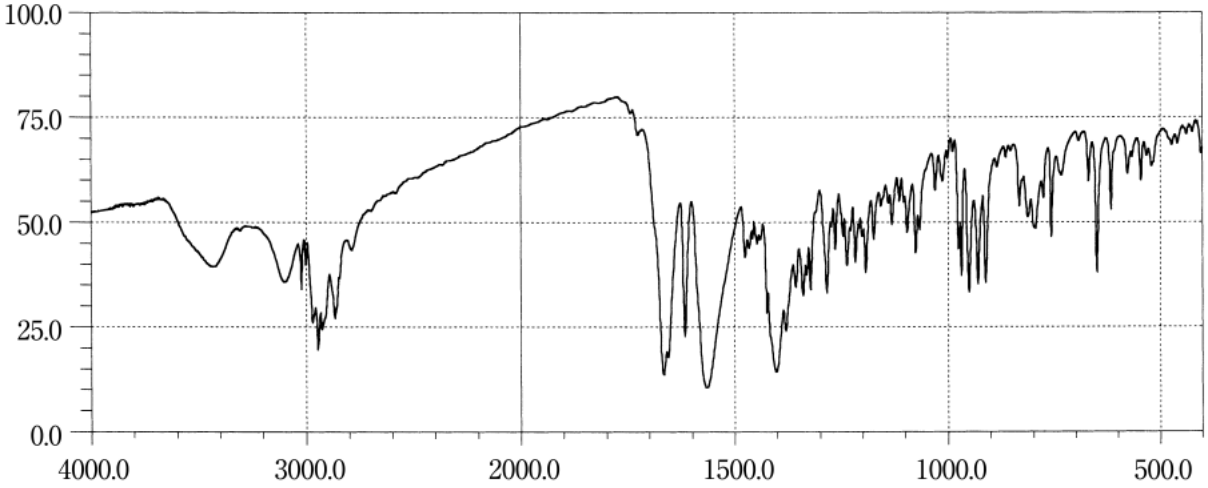
カルモフール



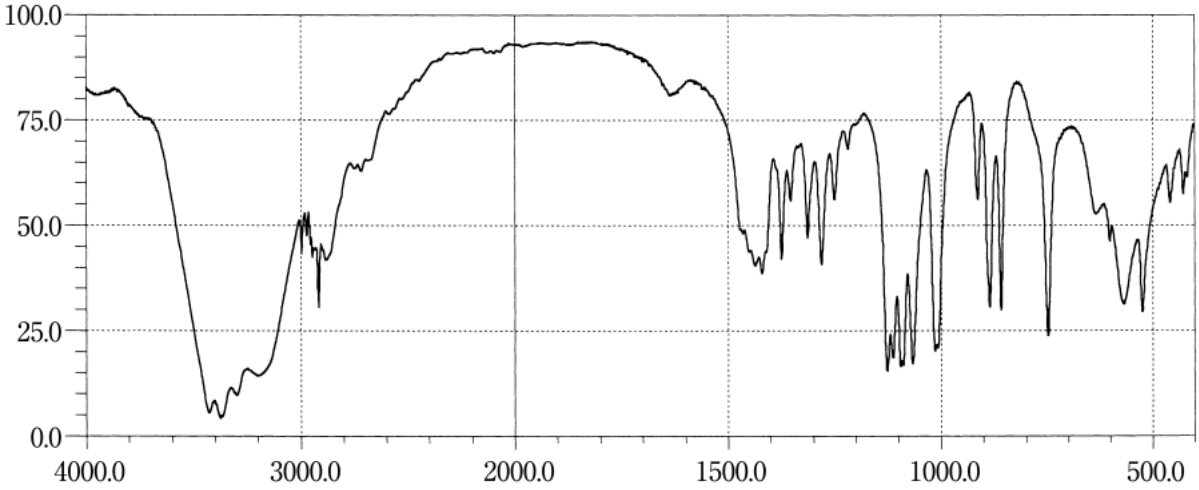
カンデサルタン　シレキセチル



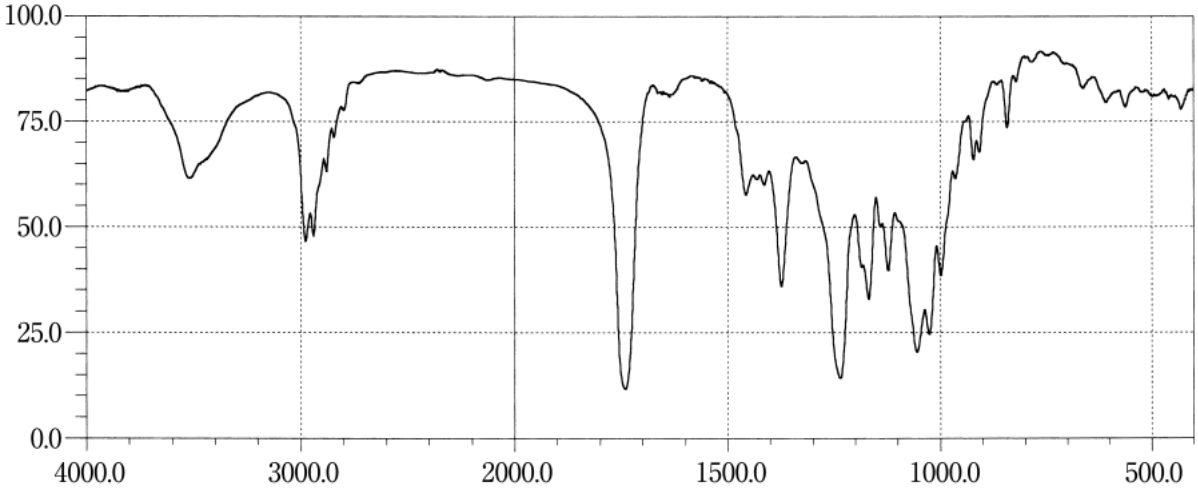
カンレノ酸カリウム



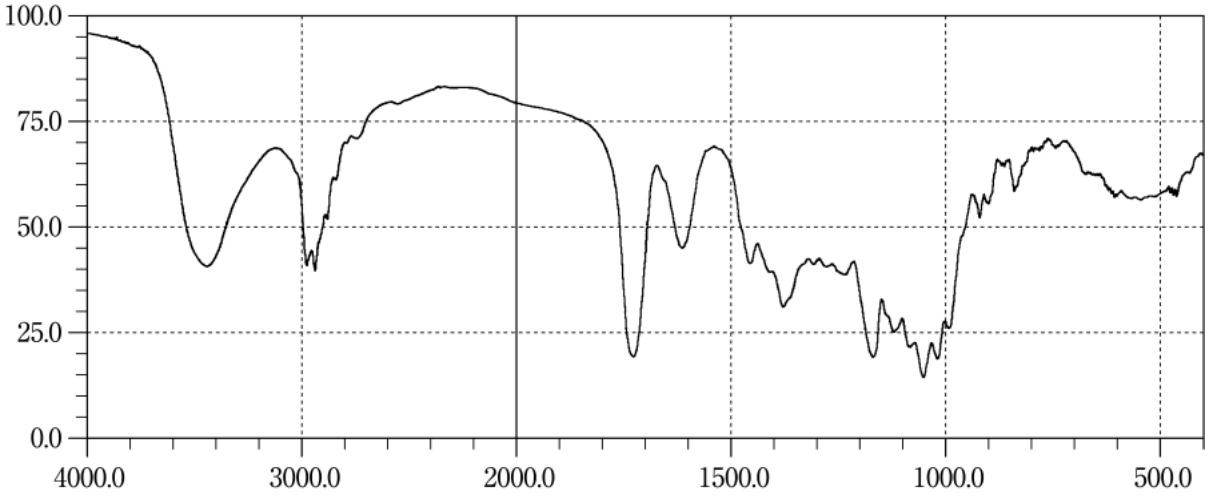
キシリトール



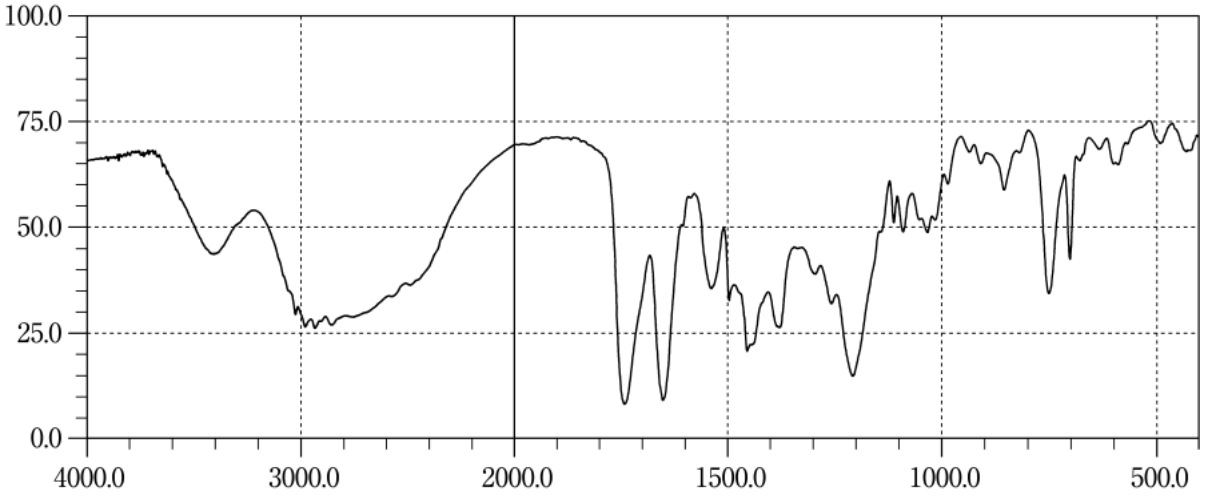
キタサマイシン酢酸エステル



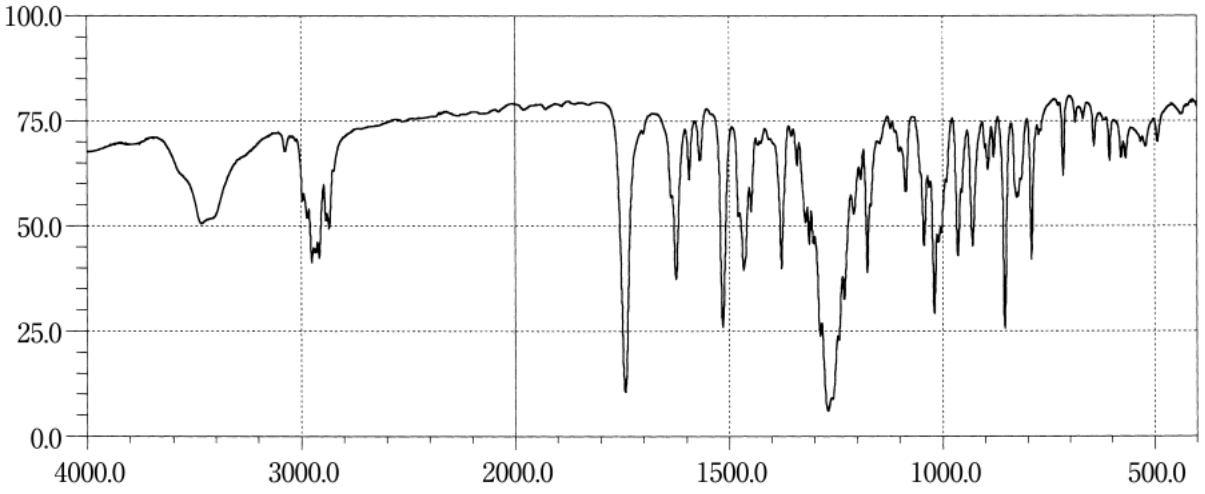
キタサマイシン酒石酸塩



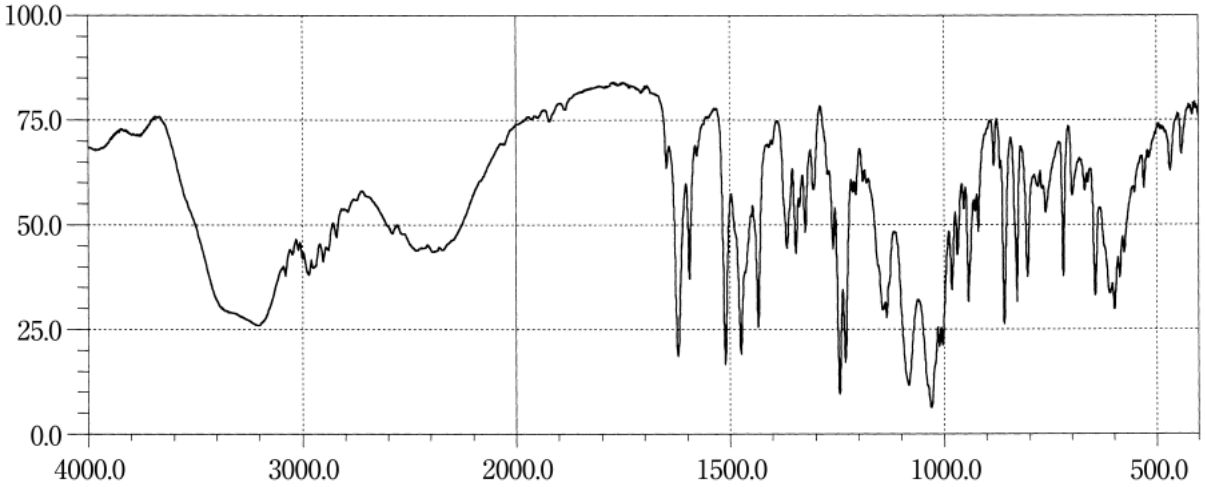
キナプリル塩酸塩



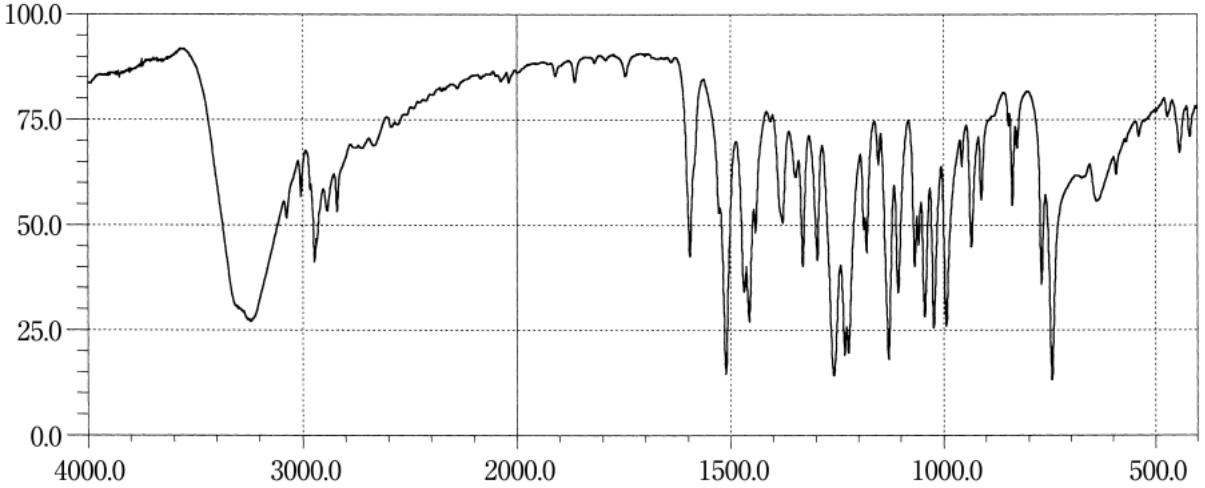
キニーネエチル炭酸エステル



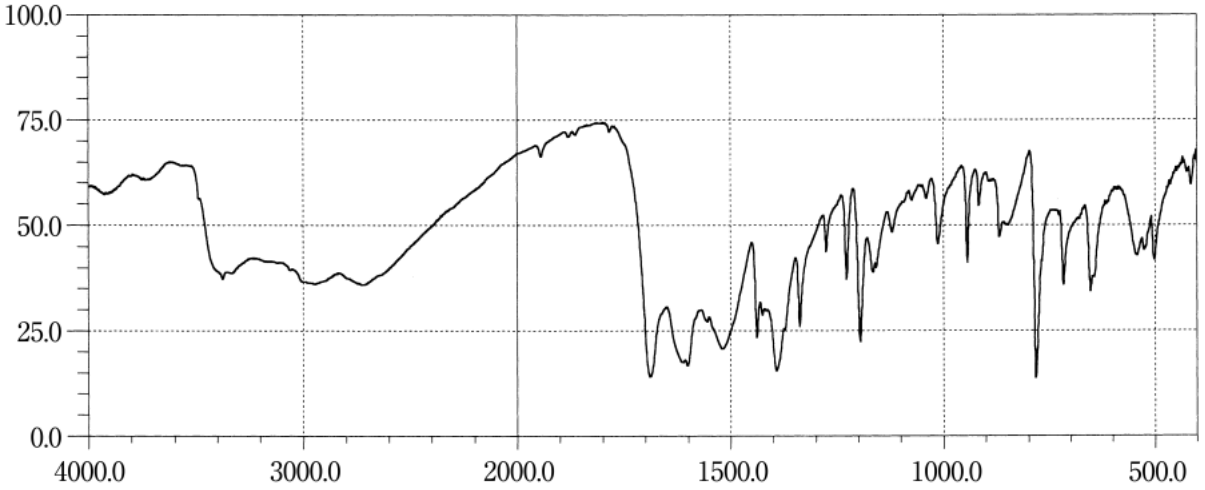
キニーネ硫酸塩水和物



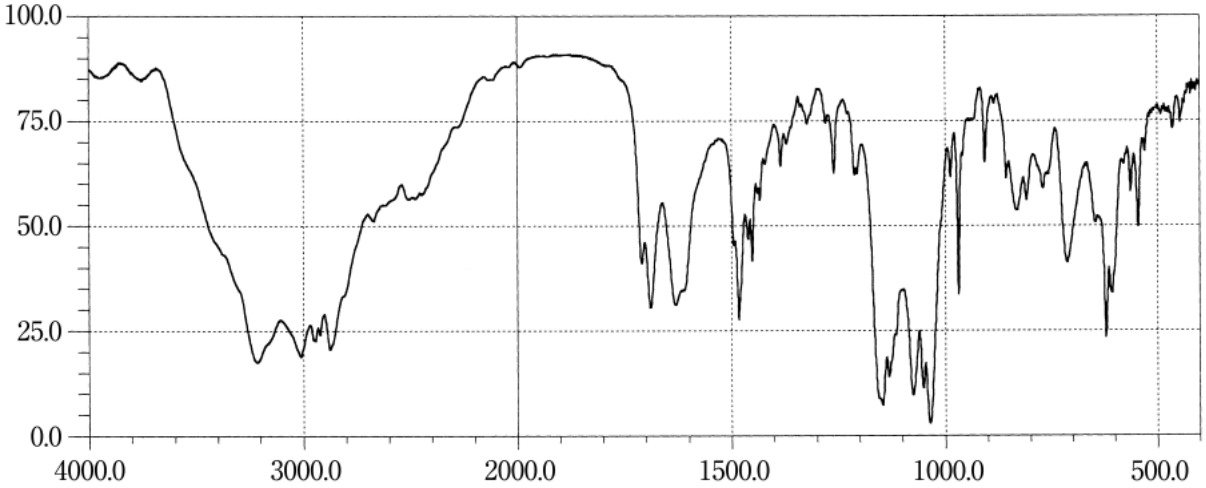
グアイフェネシン



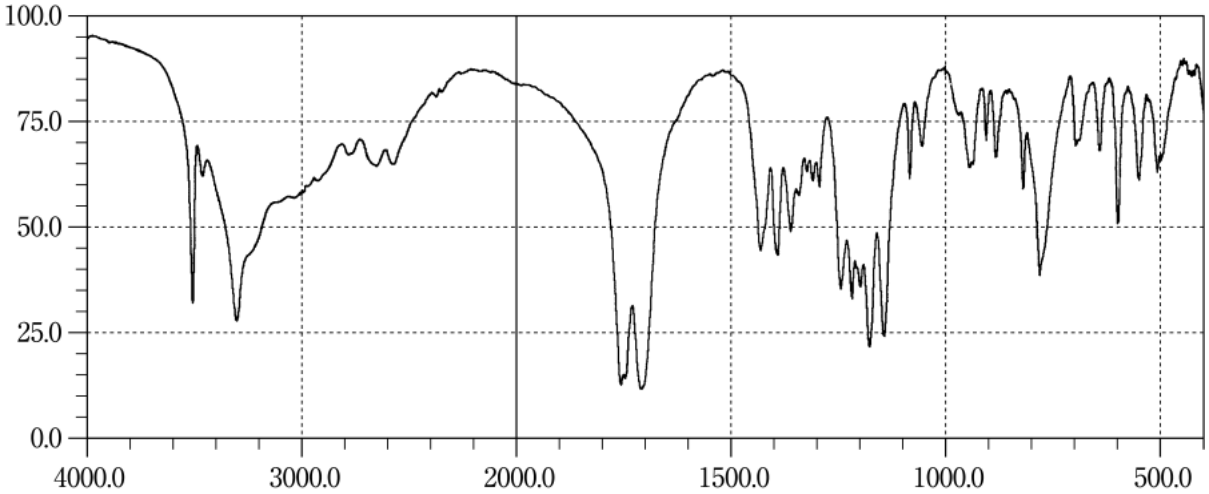
グアナベンズ酢酸塩



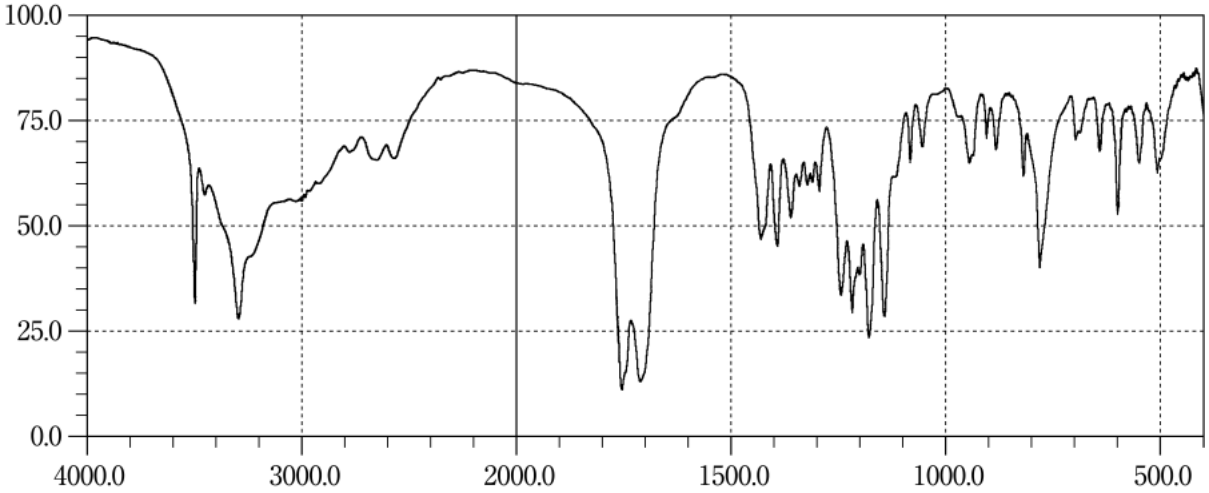
グアネチジン硫酸塩



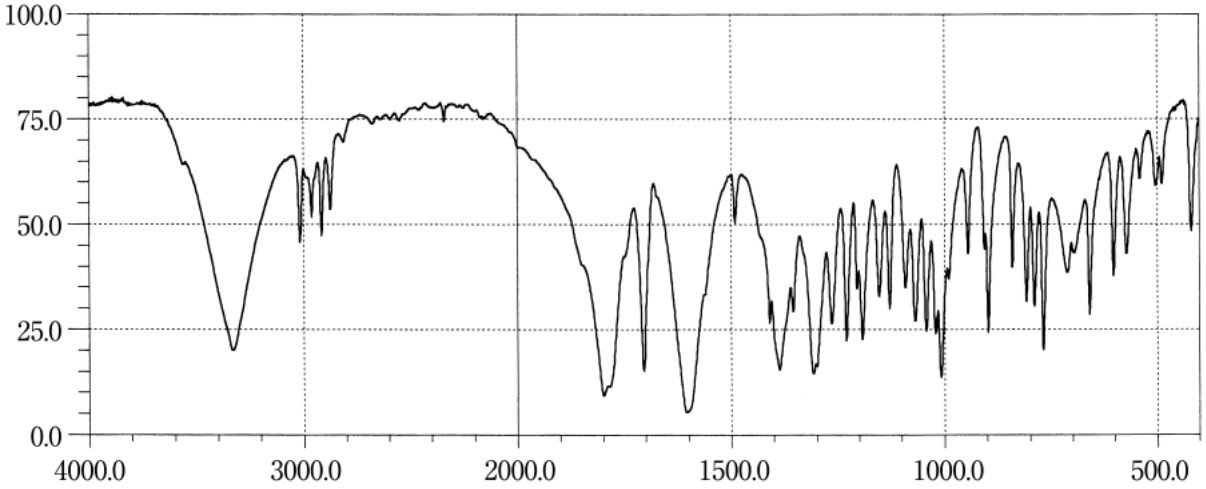
無水クエン酸



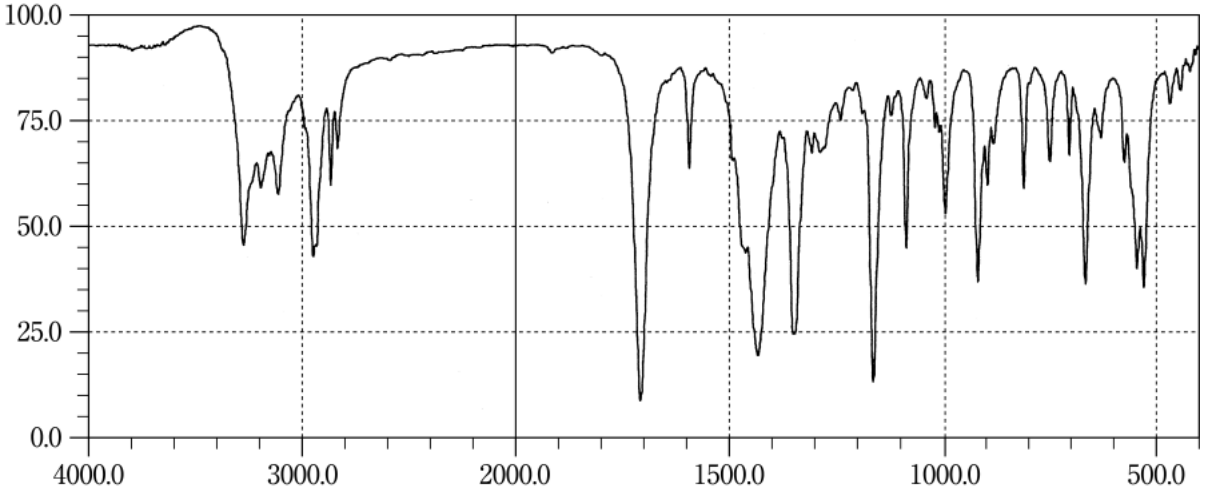
クエン酸水和物



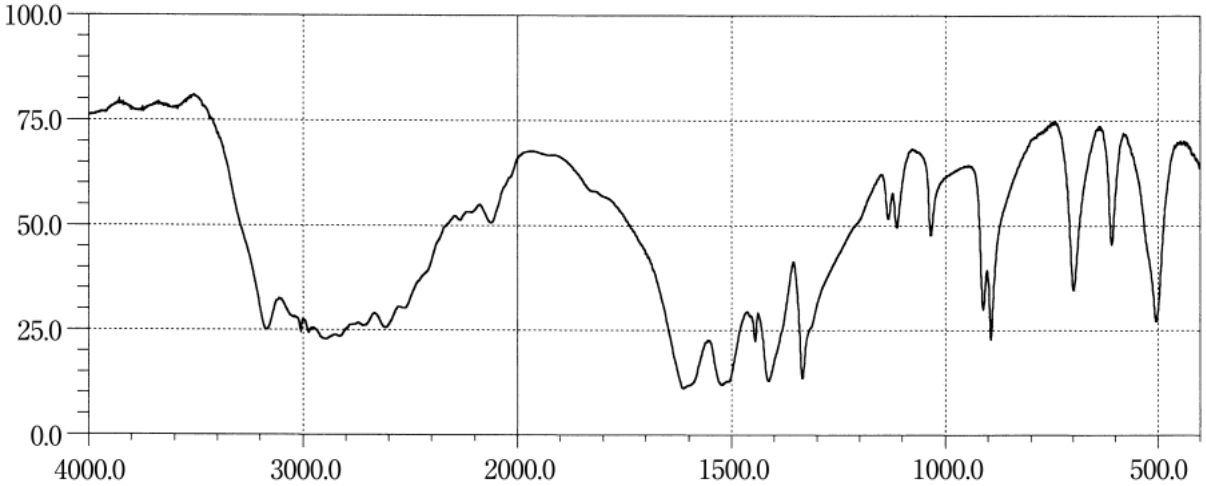
クラブラン酸カリウム



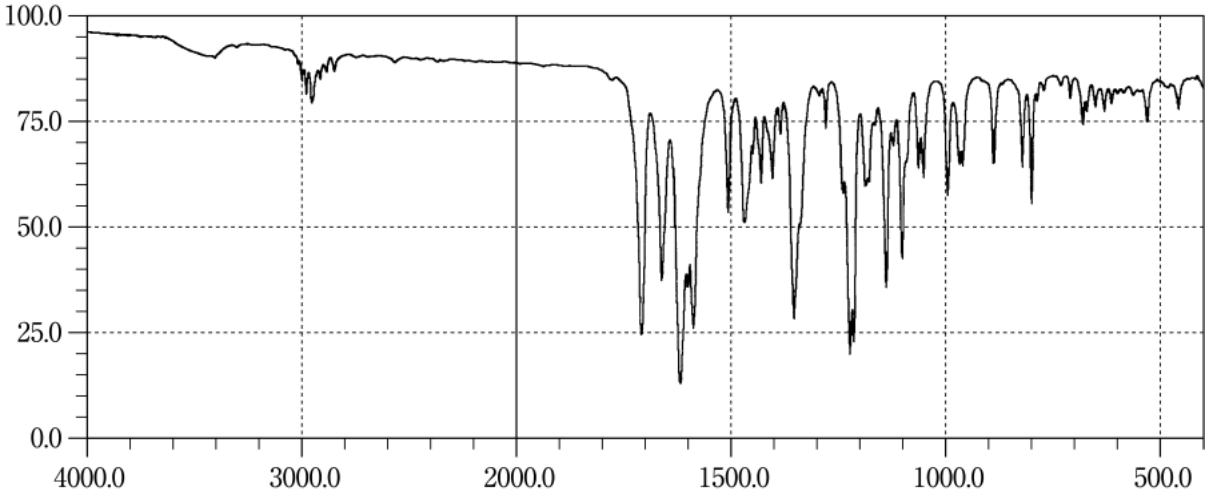
グリクラジド



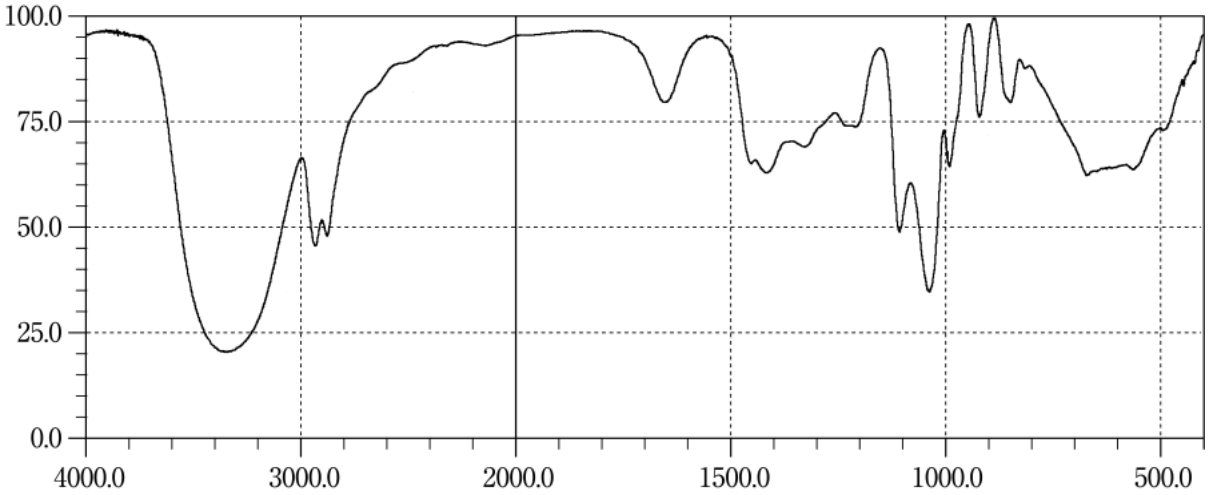
グリシン



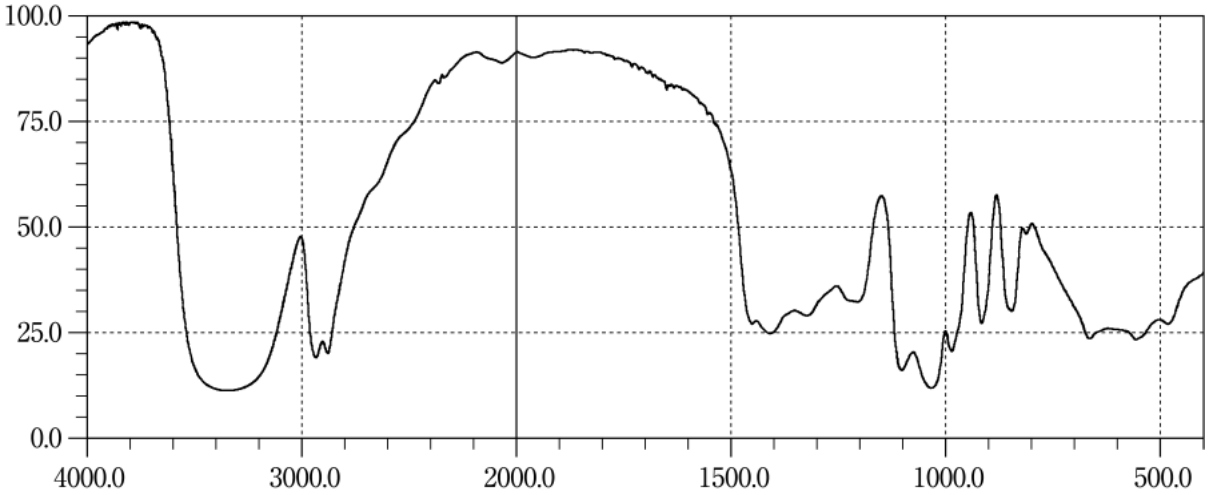
グリセオフルビン



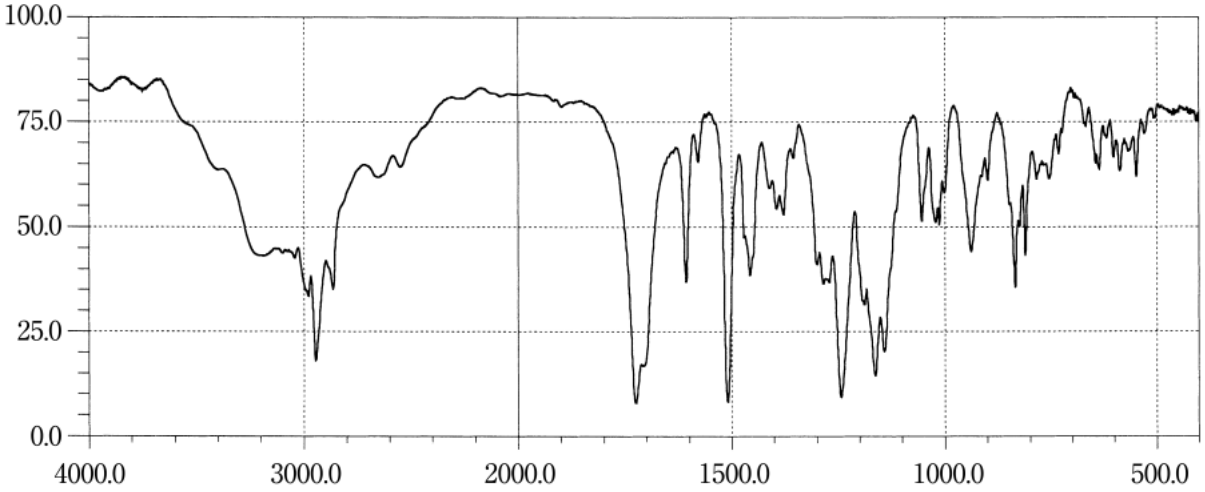
グリセリン



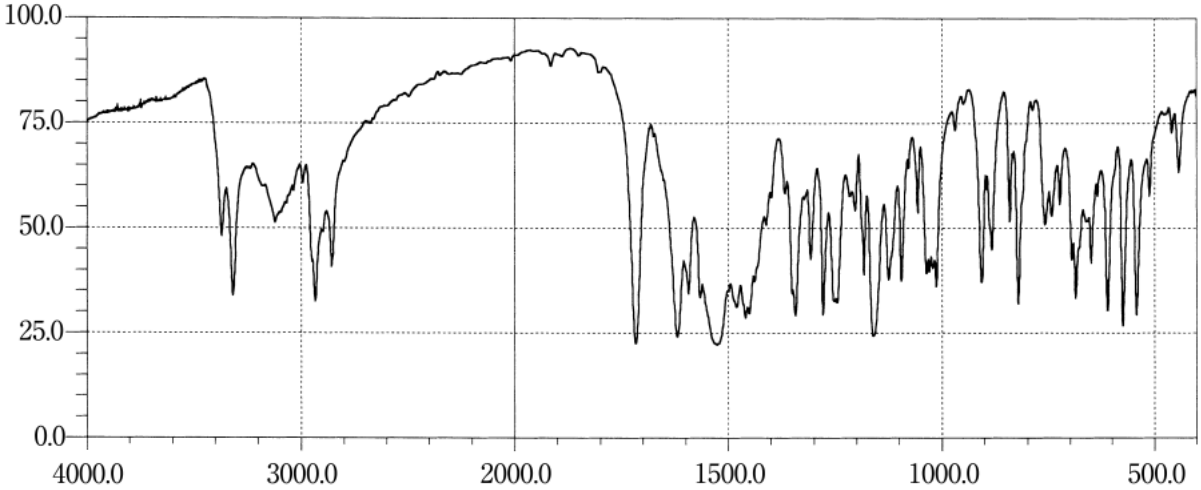
濃グリセリン



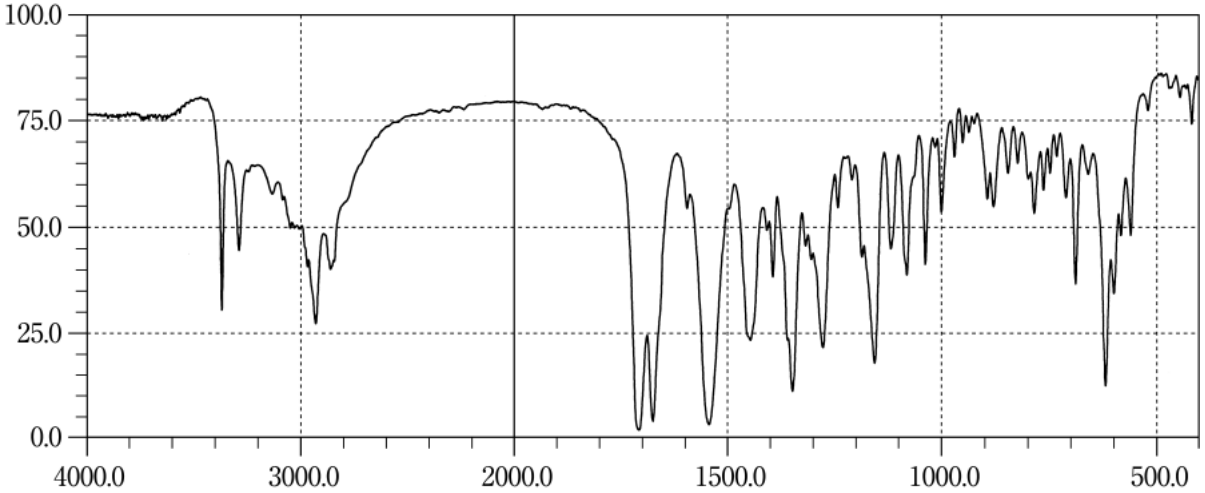
クリノフィブラート



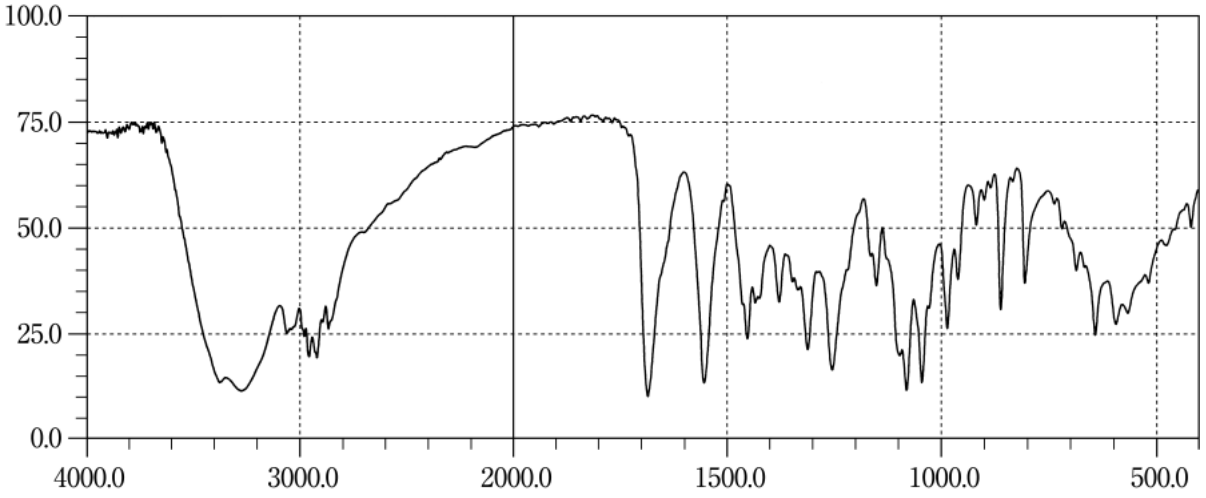
グリベンクラミド



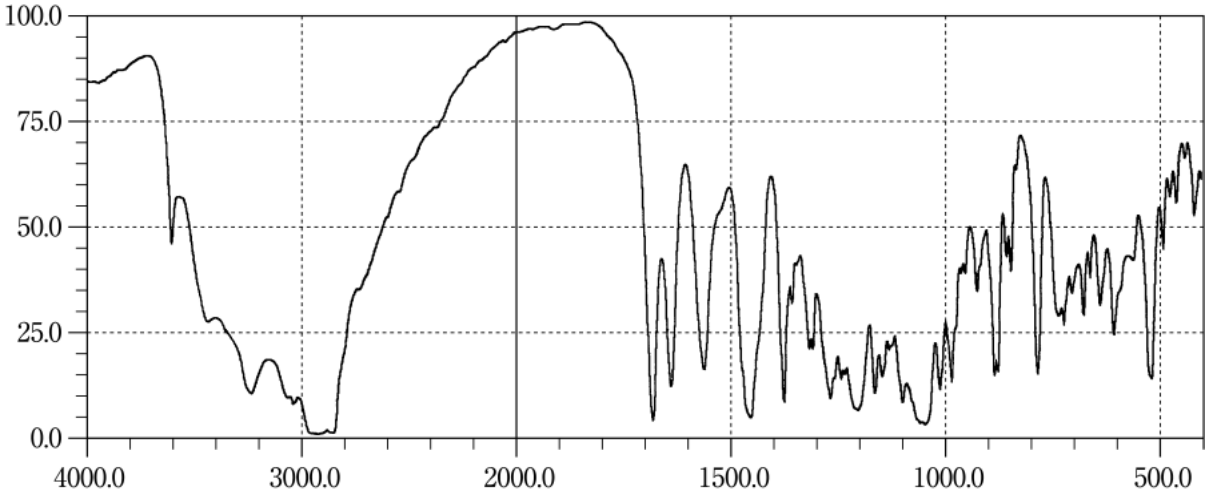
グリメピリド



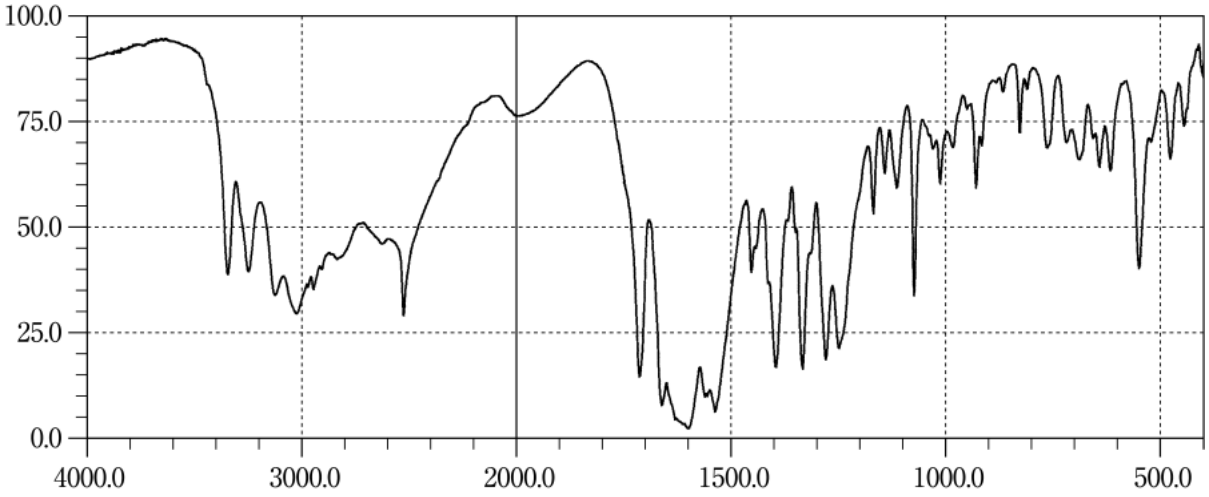
クリンダマイシン塩酸塩



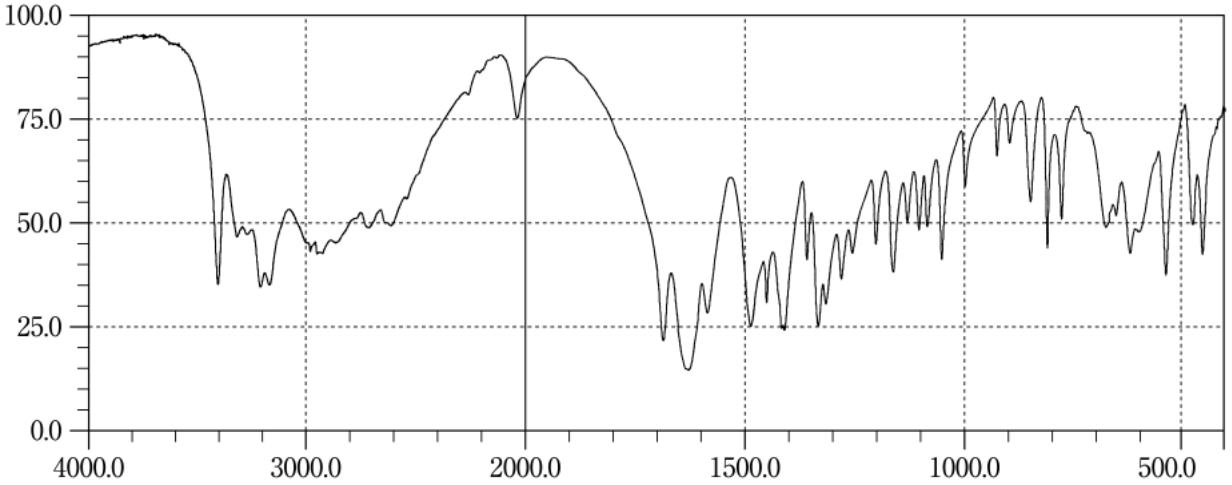
クリンダマイシンリン酸エステル



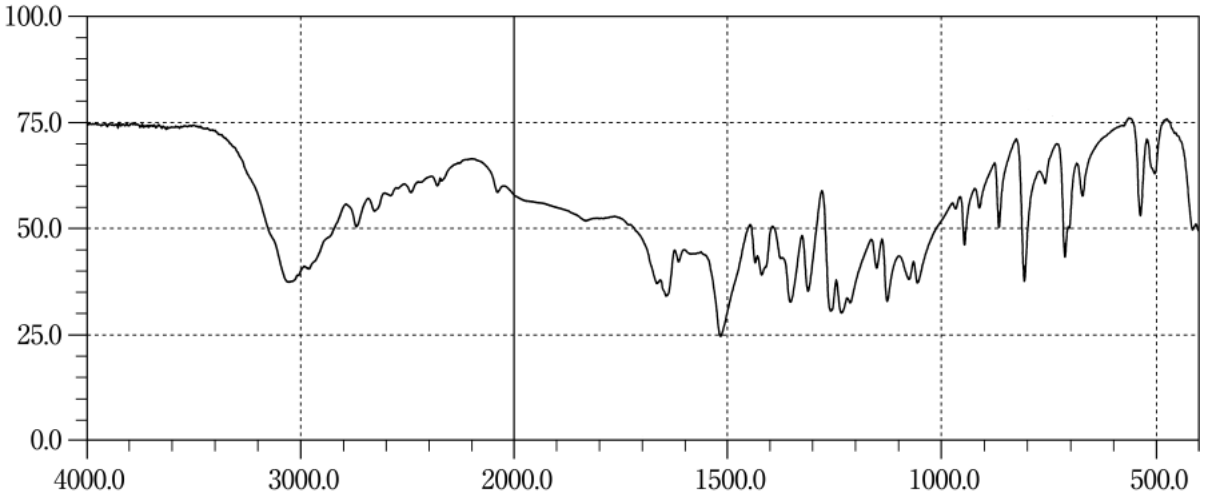
グルタチオン



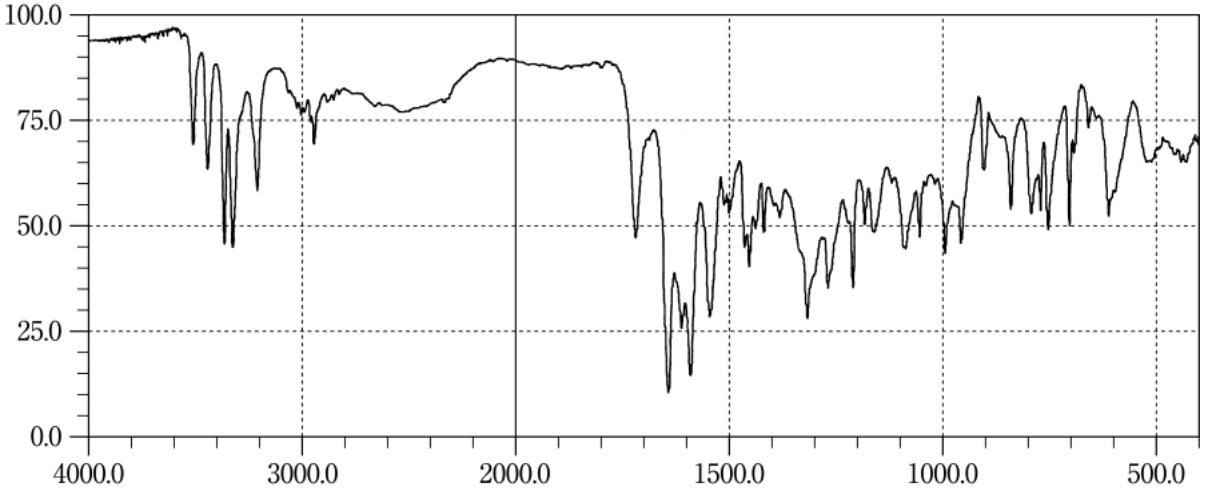
L－グルタミン



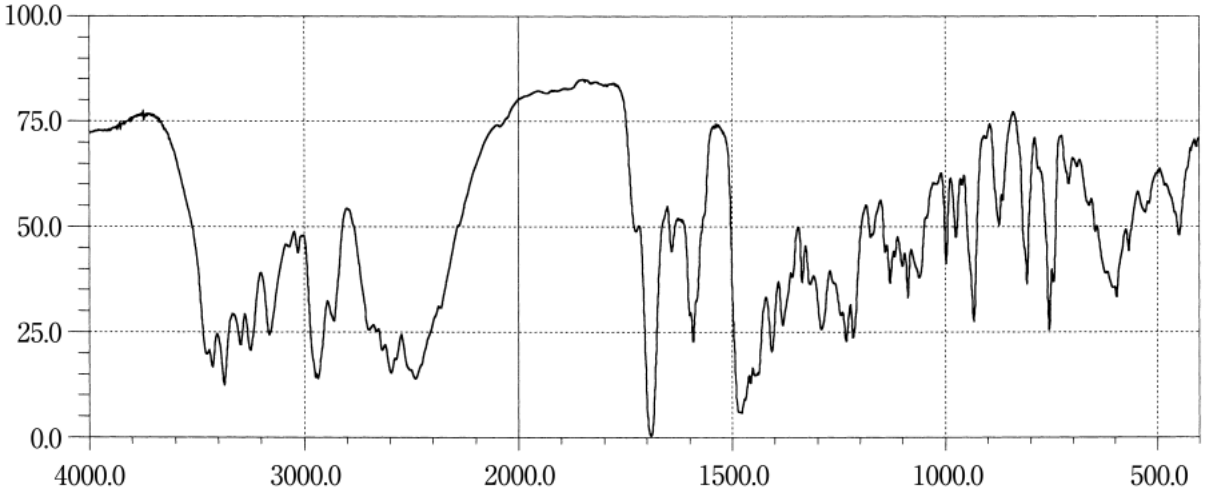
L－グルタミン酸



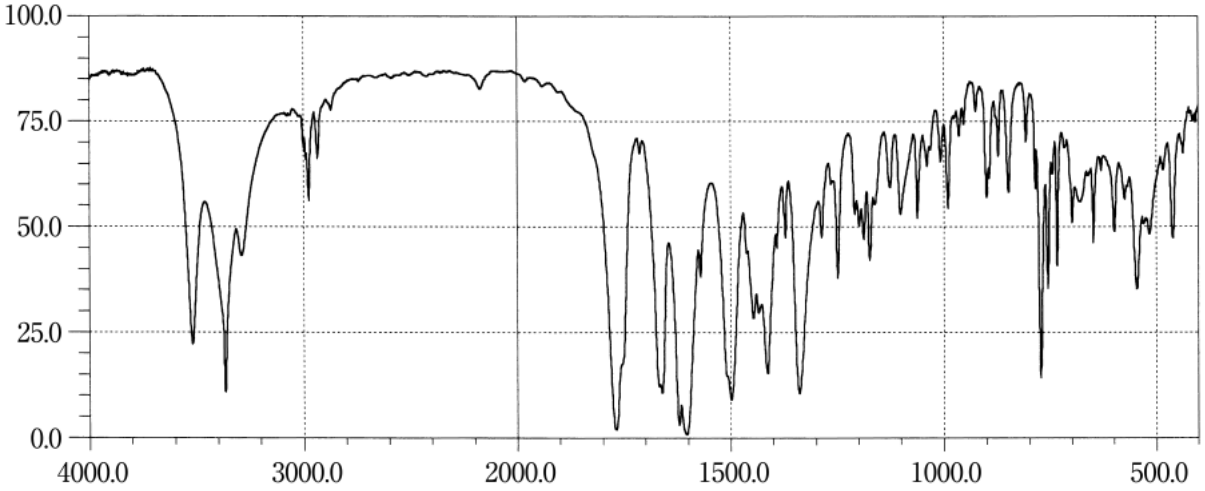
クレボプリドリンゴ酸塩



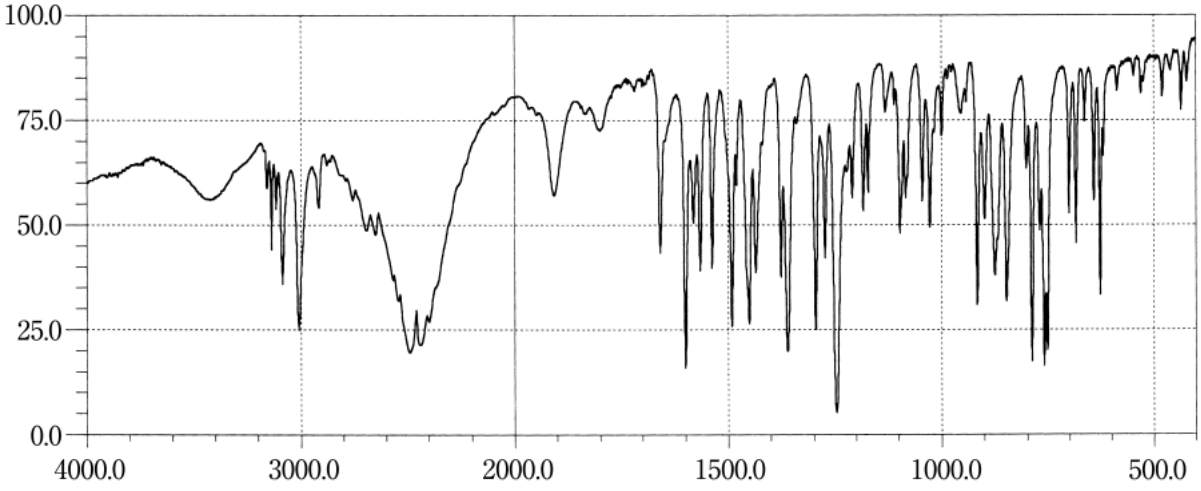
クロカプラミン塩酸塩水和物



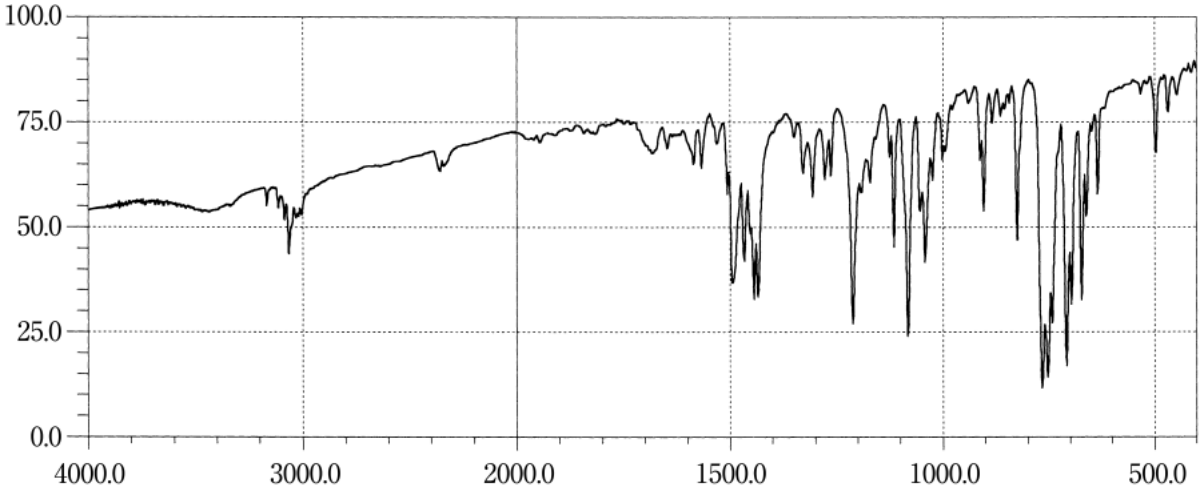
クロキサシリンナトリウム水和物



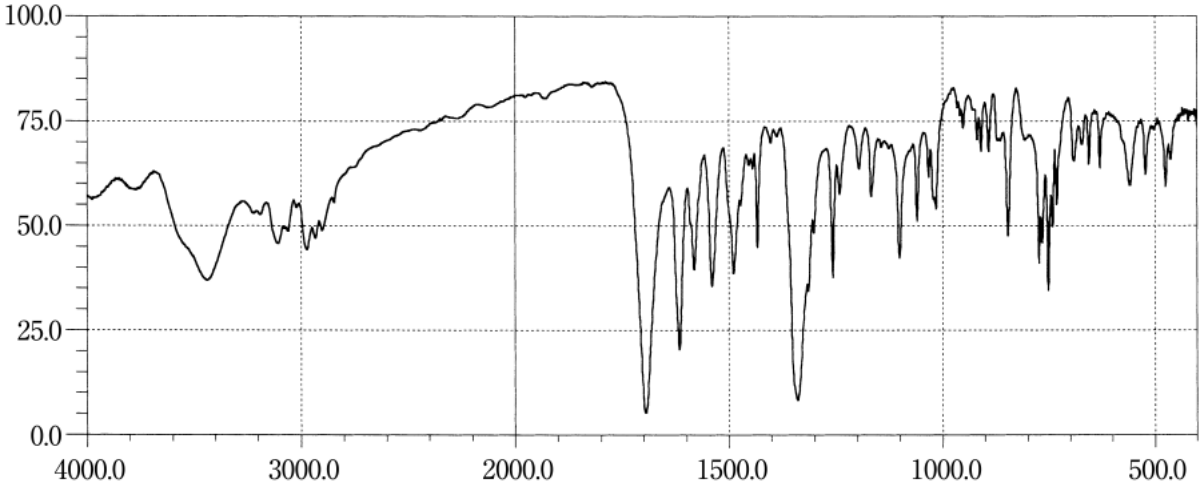
クロコナゾール塩酸塩



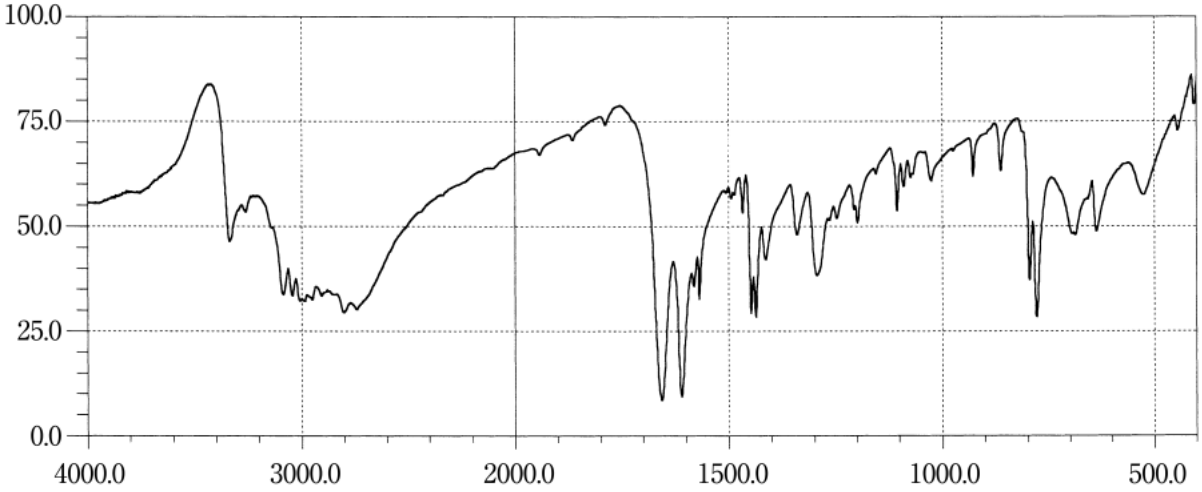
クロトリマゾール



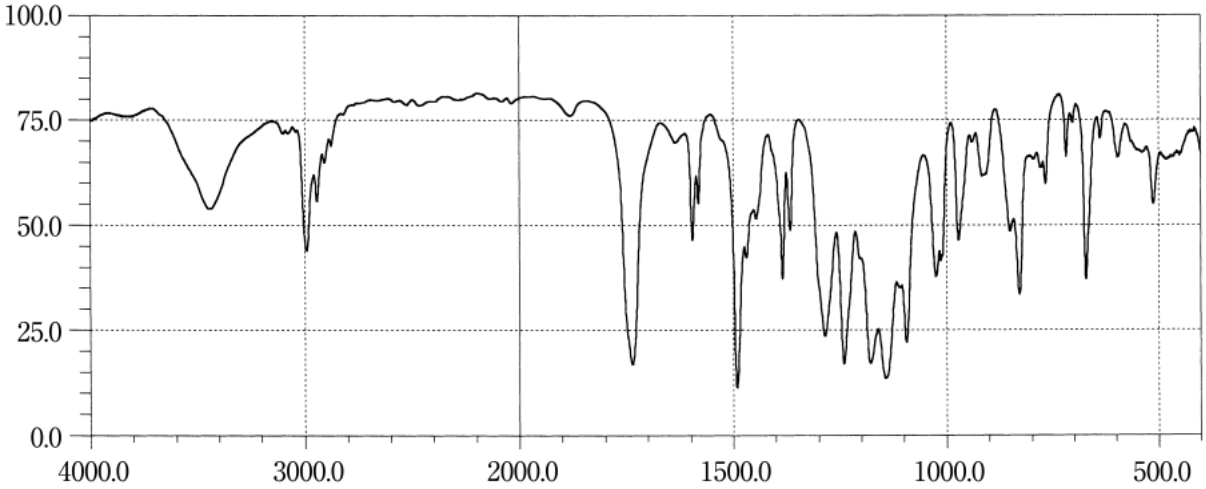
クロナゼパム



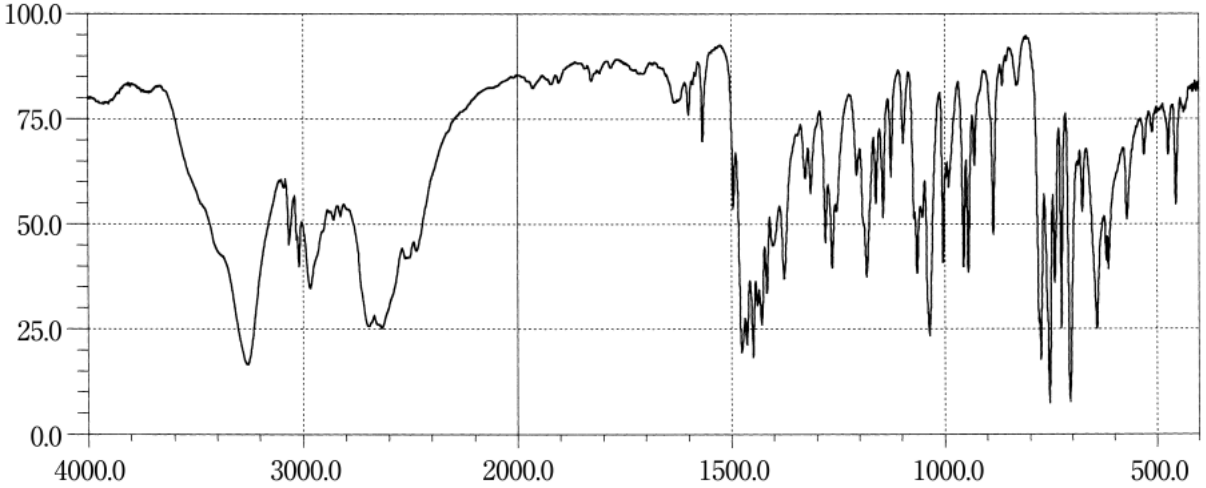
クロニジン塩酸塩



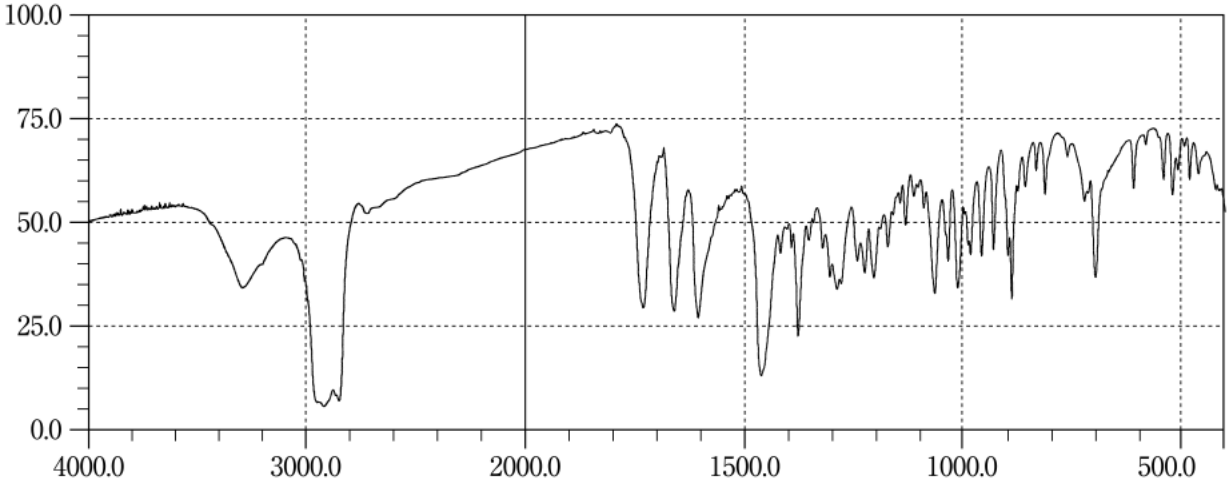
クロフィブラート



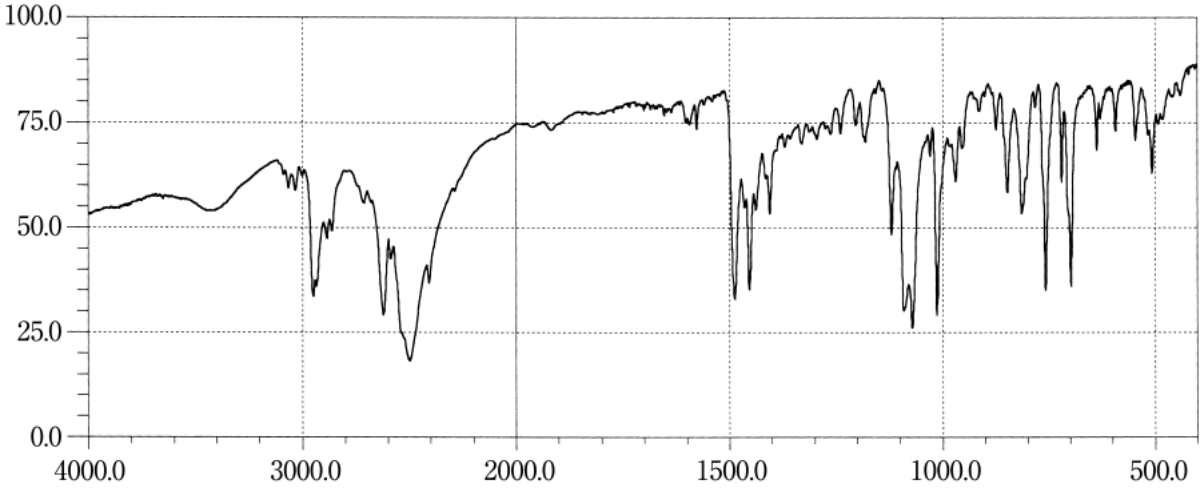
クロフェダノール塩酸塩



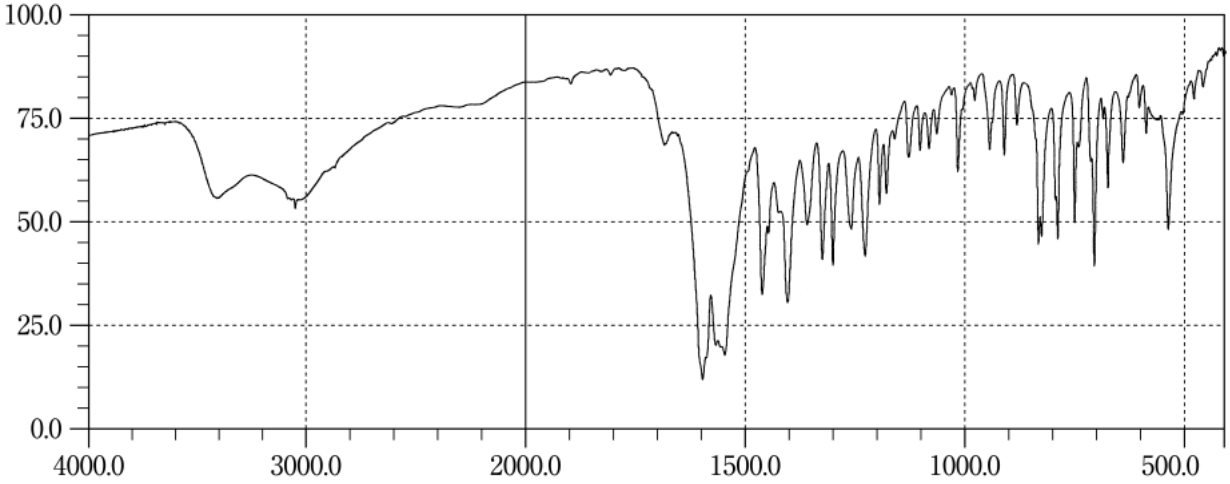
クロベタゾールプロピオン酸エステル



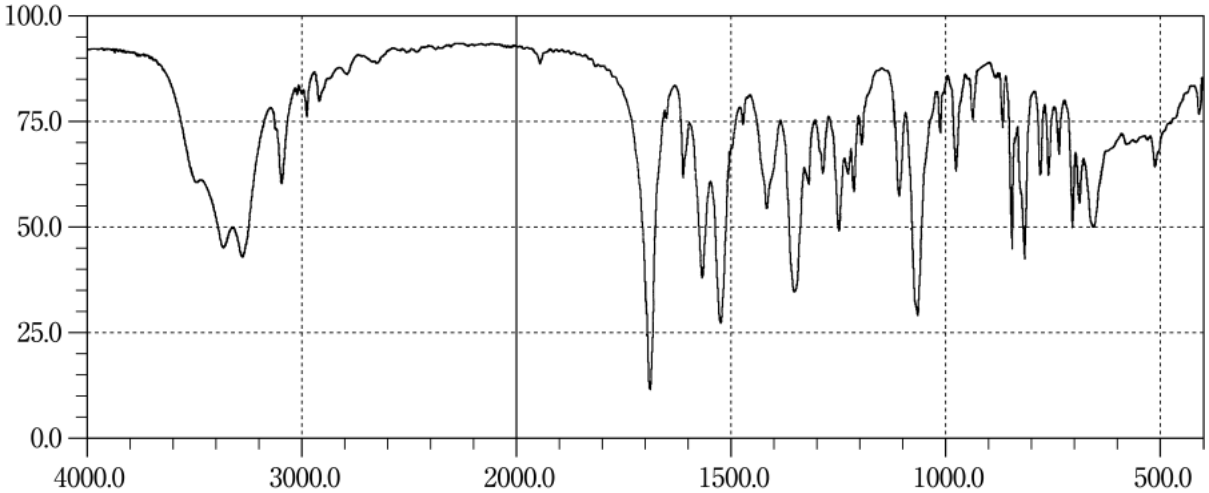
クロペラスチン塩酸塩



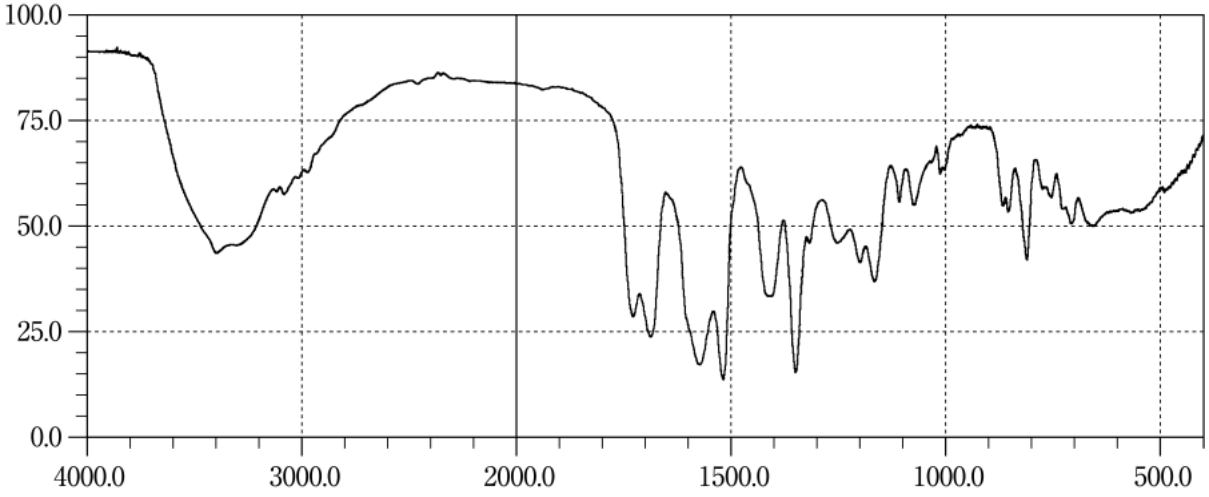
クロラゼプ酸二カリウム



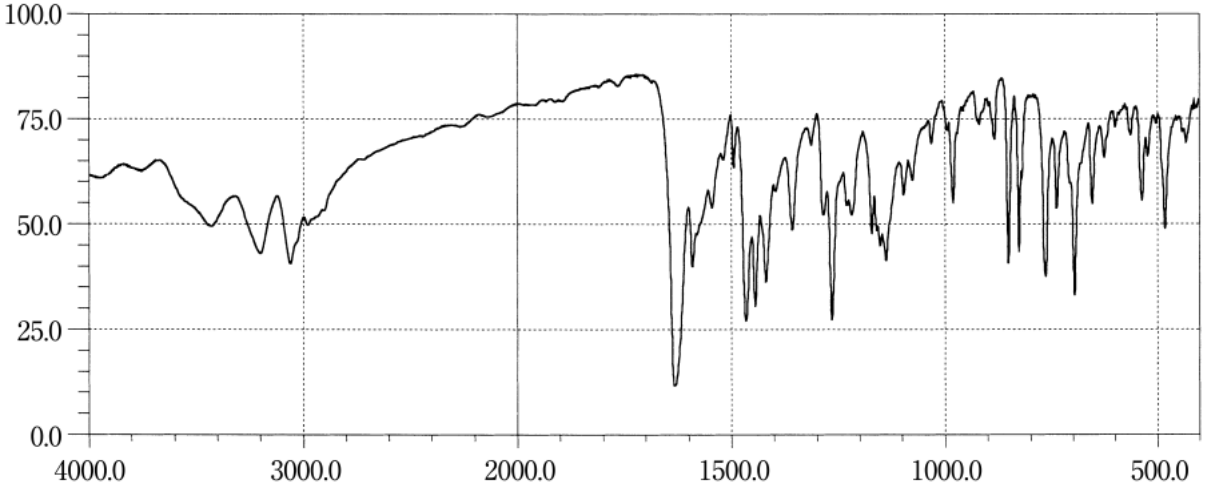
クロラムフェニコール



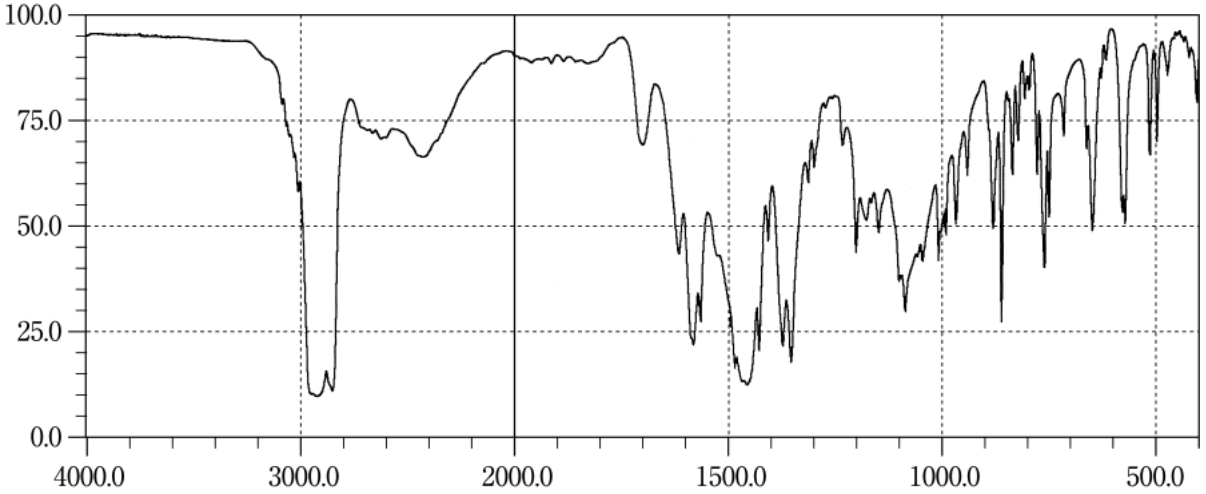
クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム



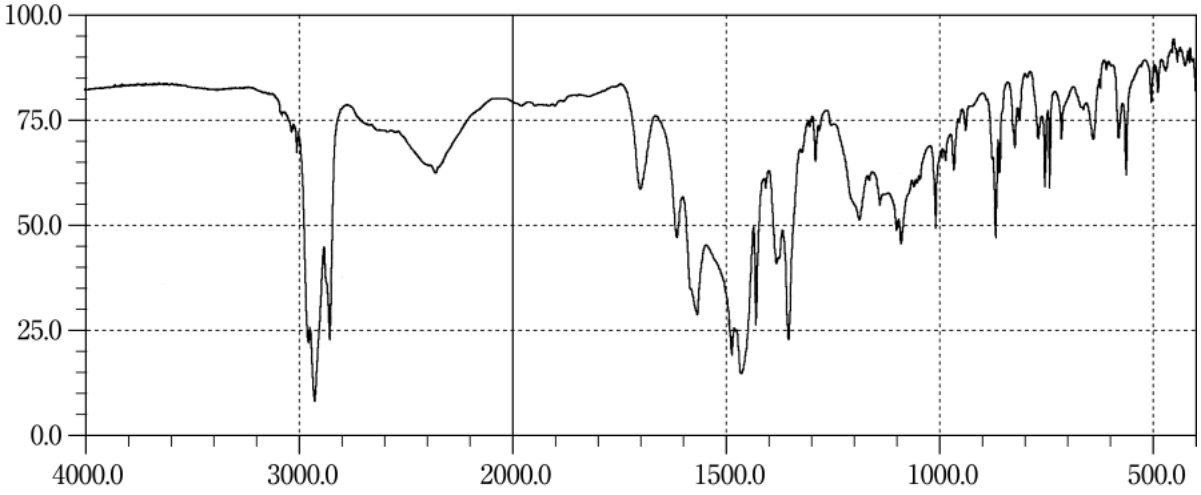
クロルジアゼポキシド



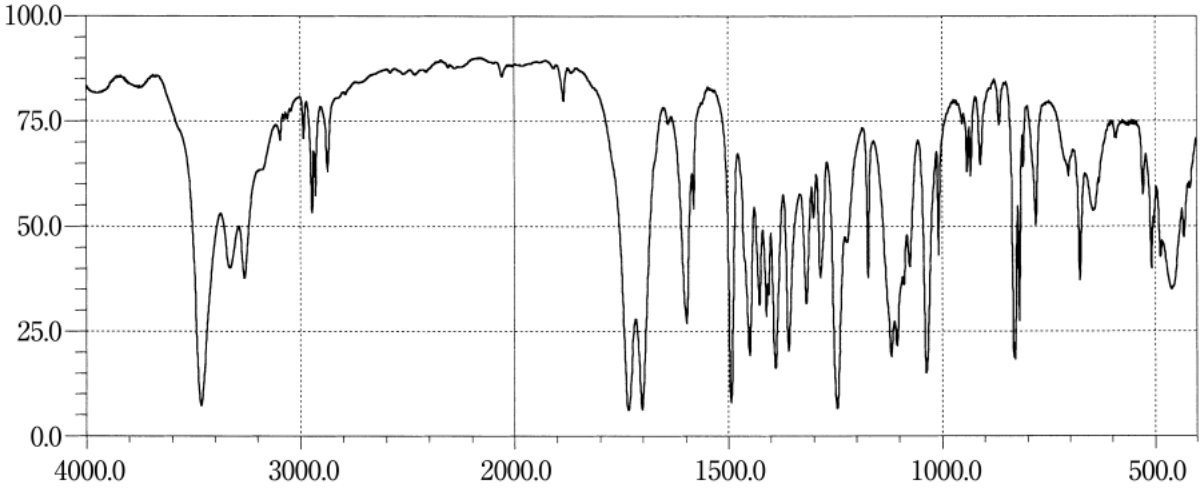
クロルフェニラミンマレイン酸塩



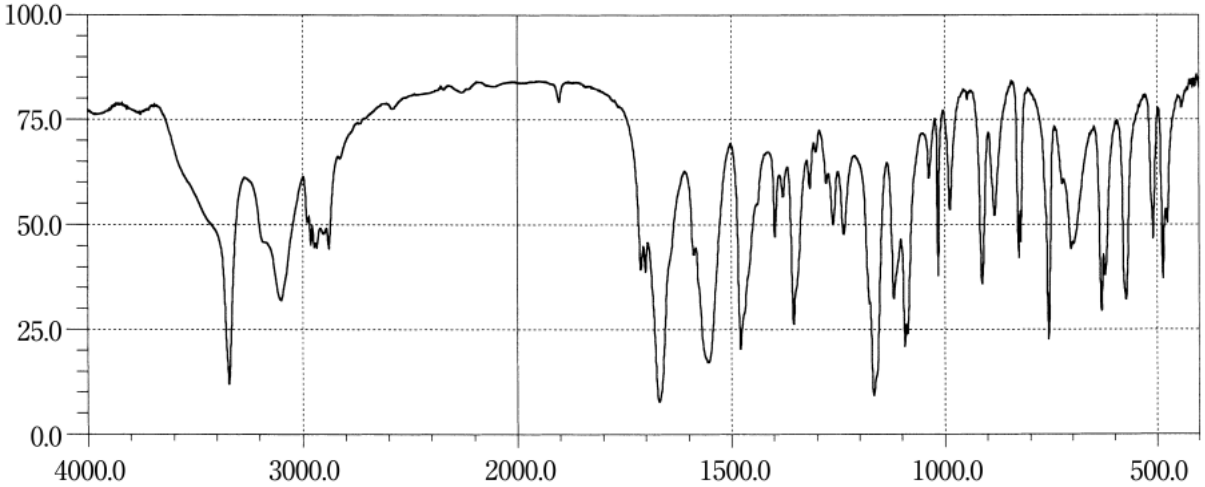
d−クロルフェニラミンマレイン酸塩



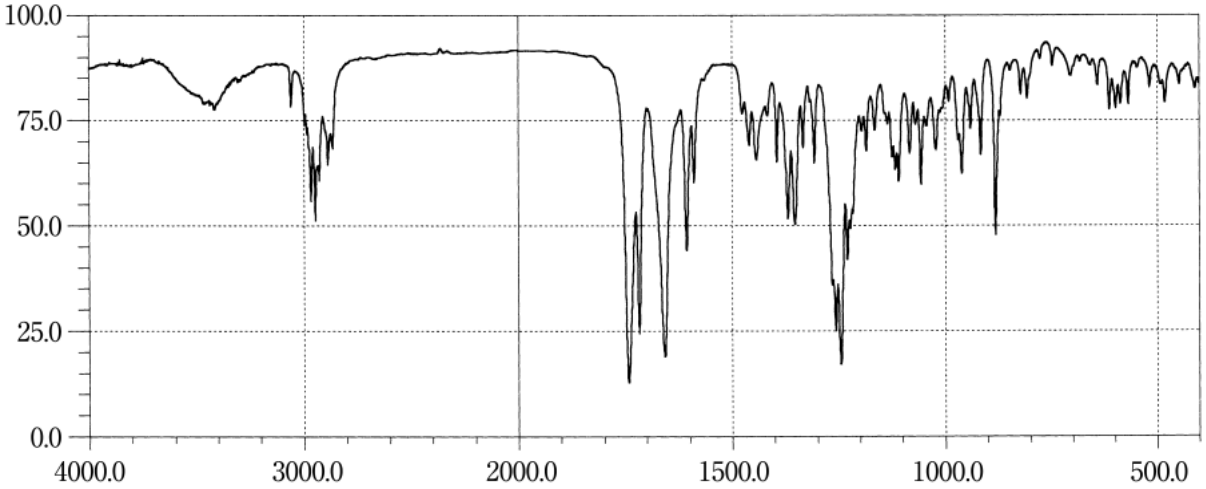
クロルフェネシンカルバミン酸エステル



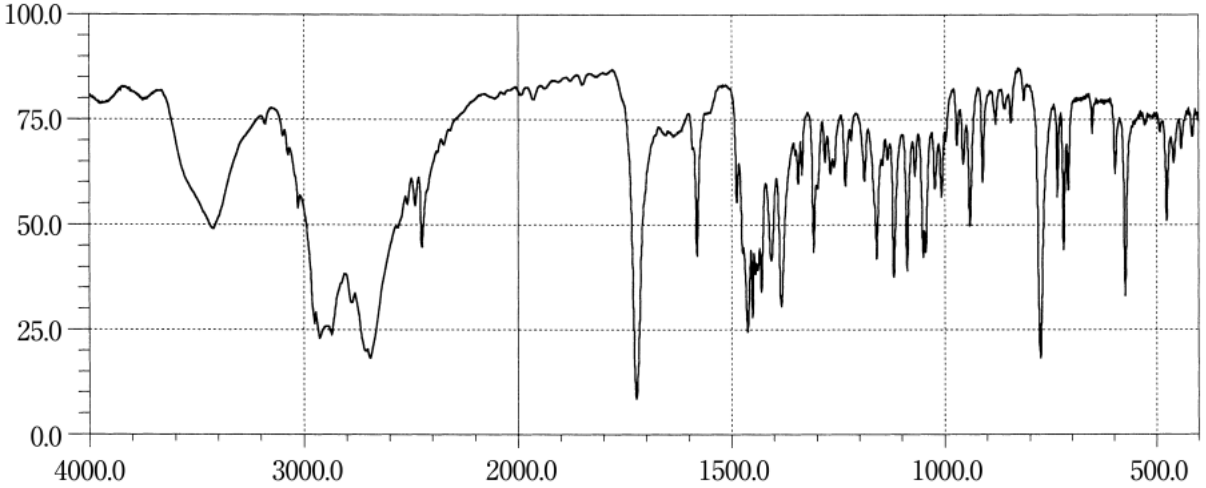
クロルプロパミド



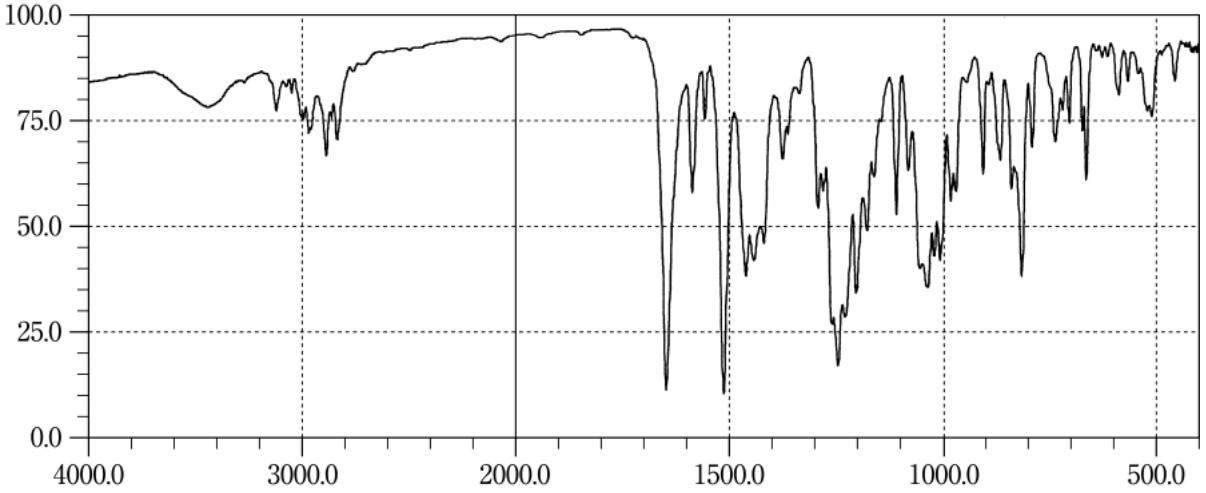
クロルマジノン酢酸エステル



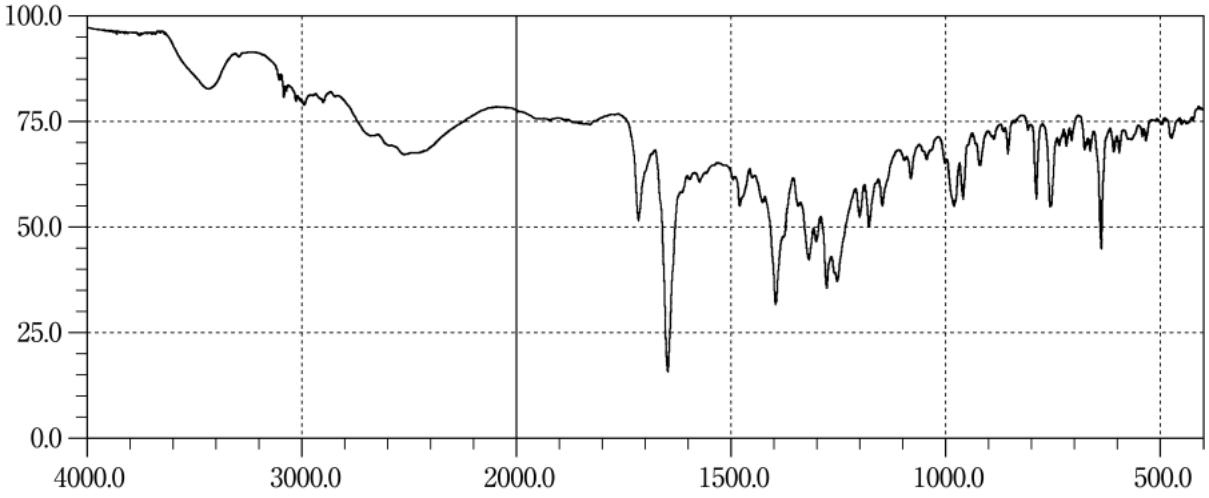
ケタミン塩酸塩



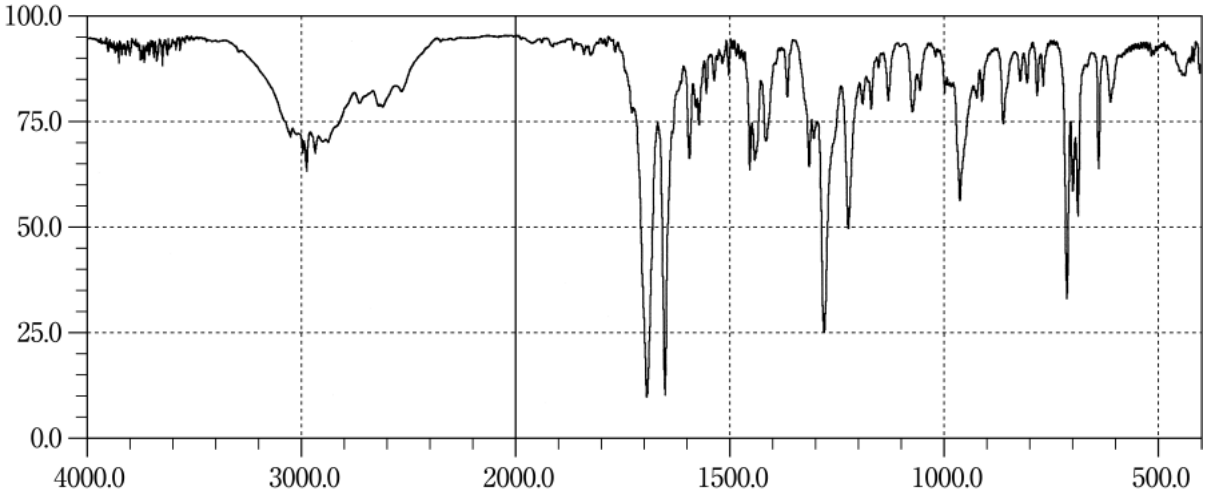
ケトコナゾール



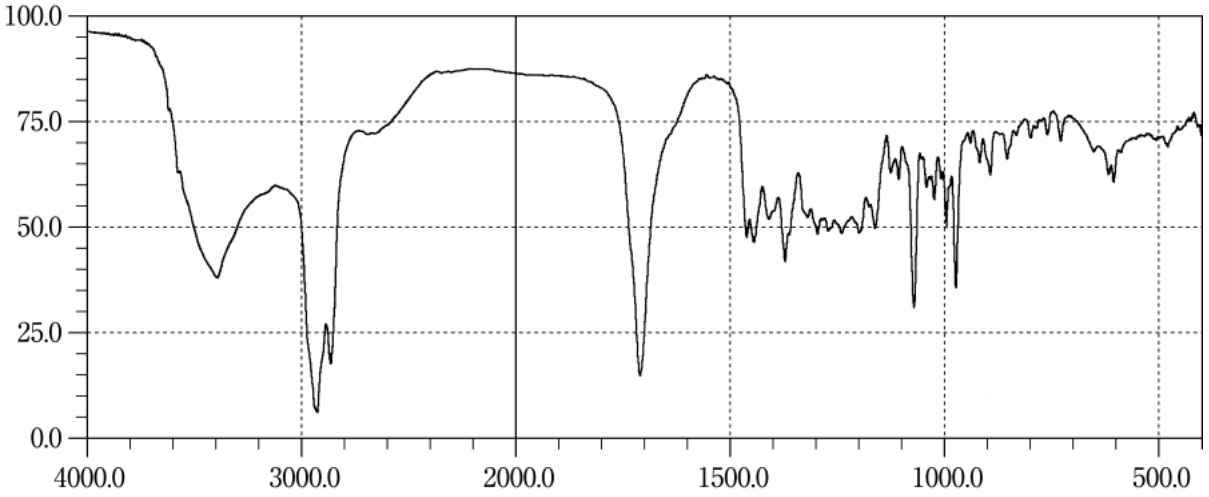
ケトチフェンフマル酸塩



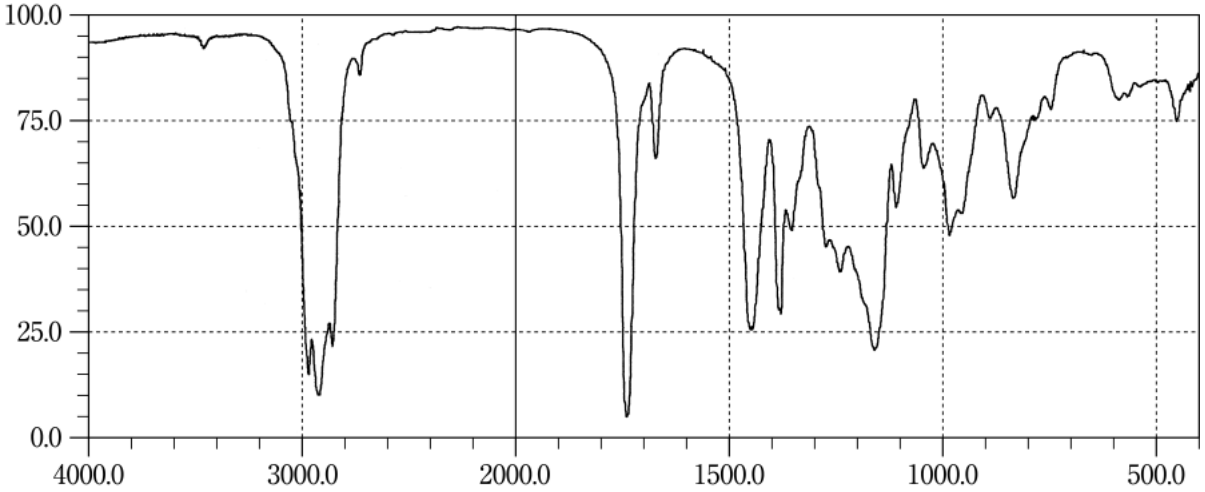
ケトプロフェン



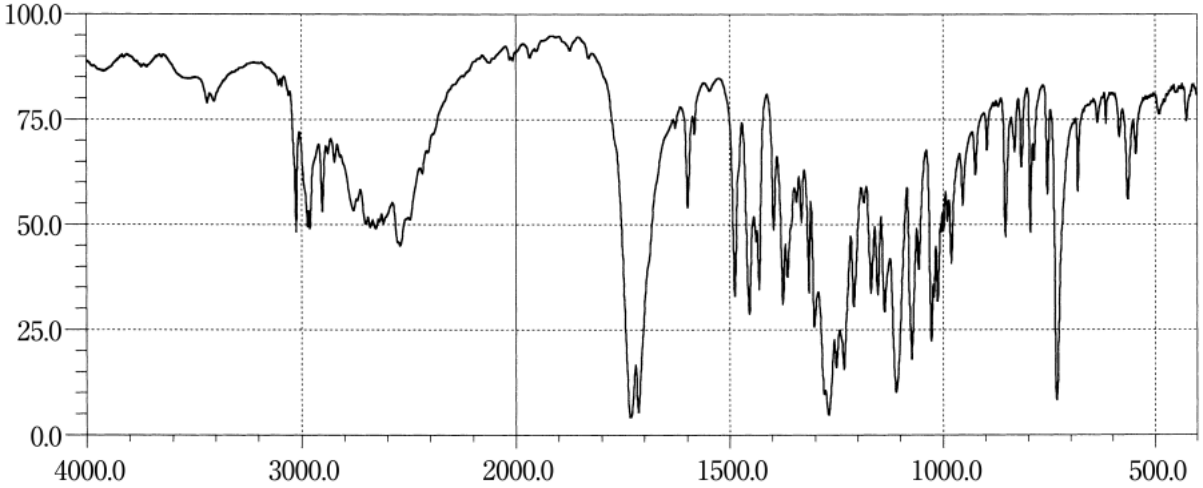
ケノデオキシコール酸



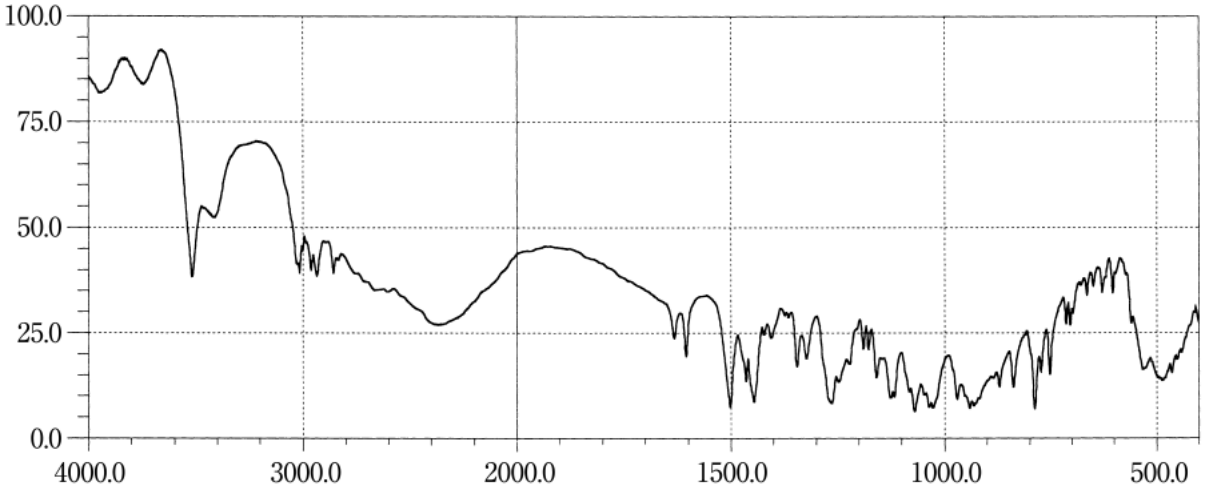
ゲファルナート



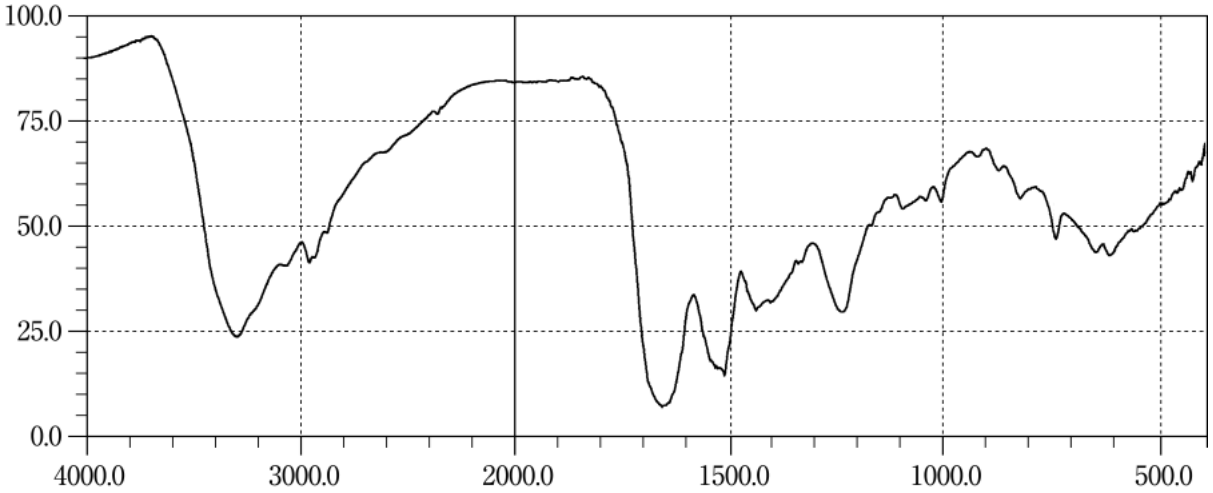
コカイン塩酸塩



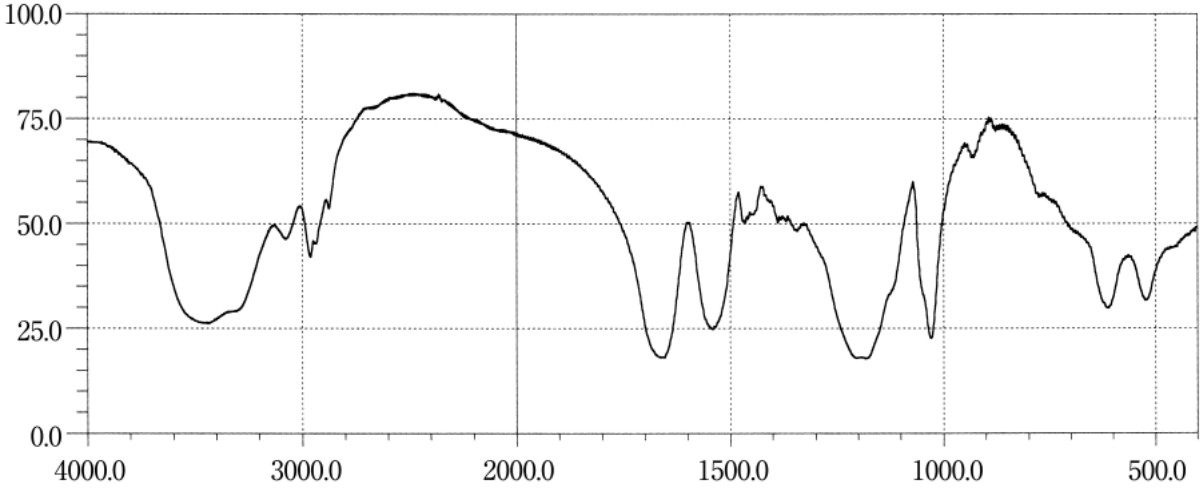
コデインリン酸塩水和物



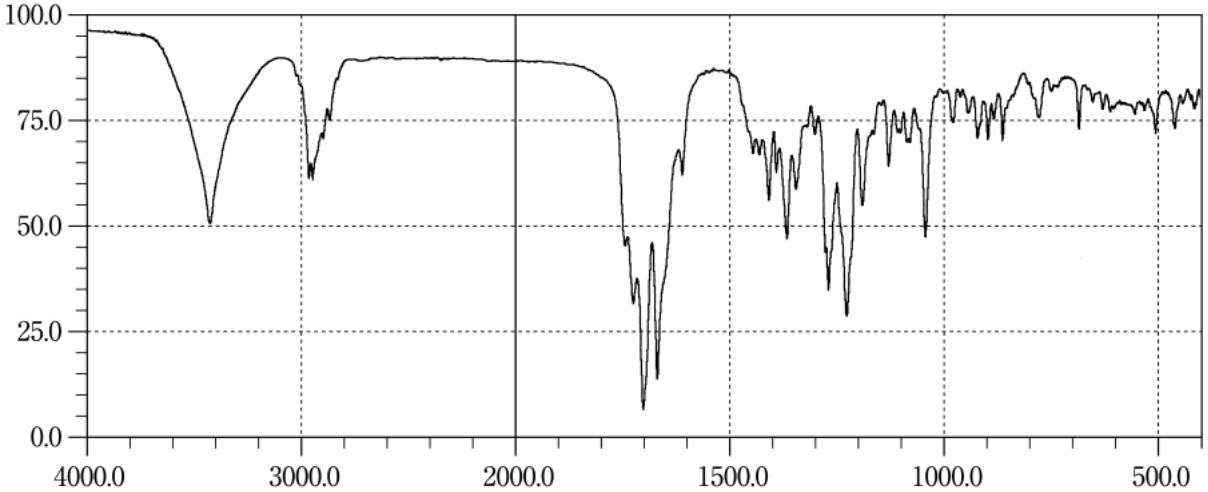
ゴナドレリン酢酸塩



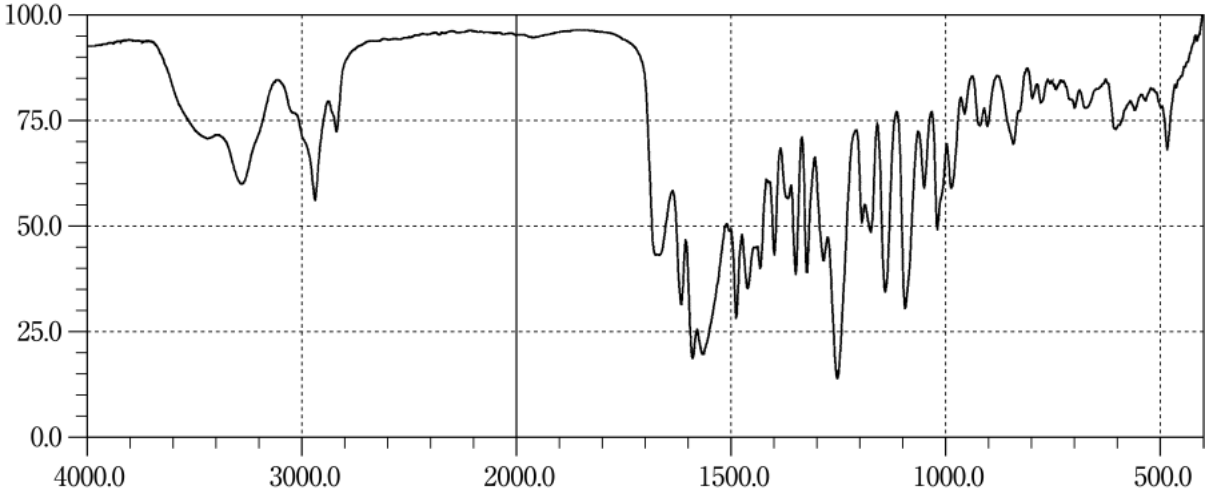
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム



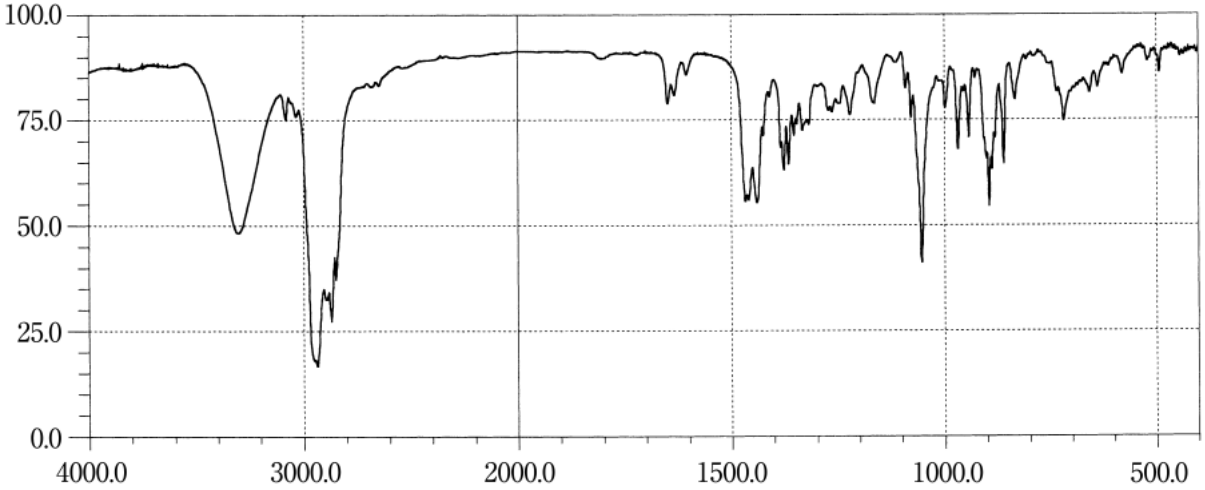
コルチゾン酢酸エステル



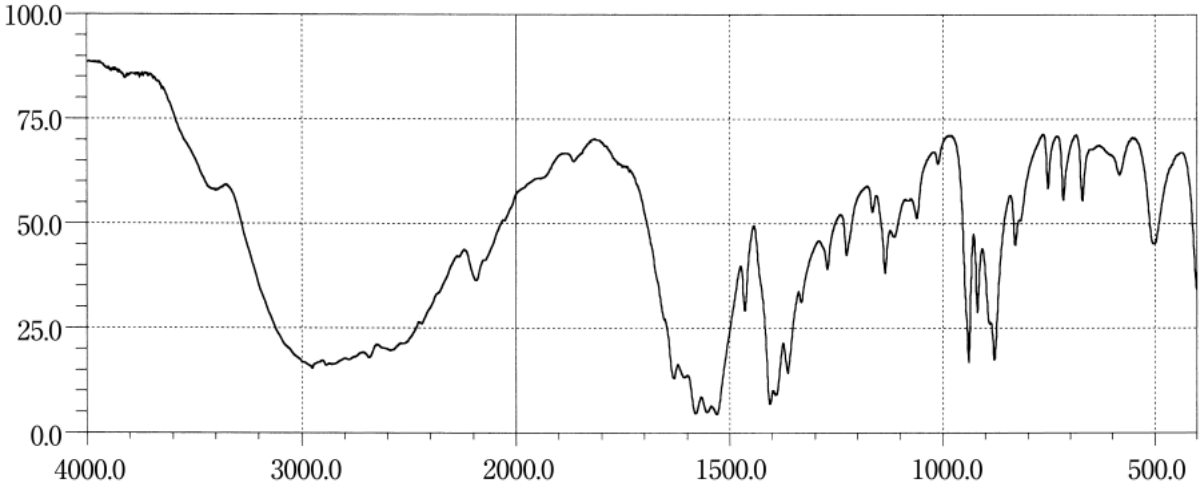
コルヒチン



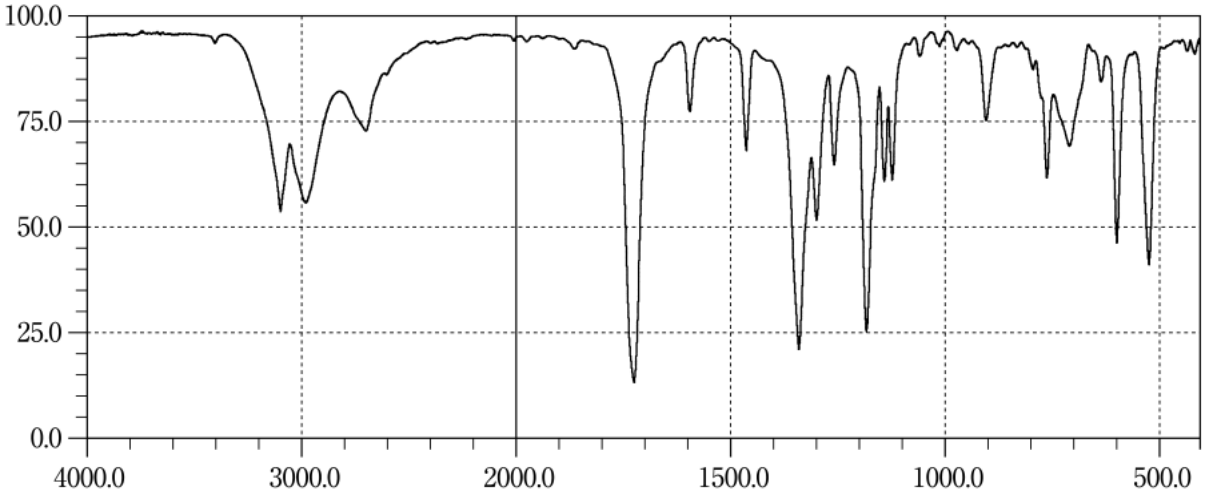
コレカルシフェロール



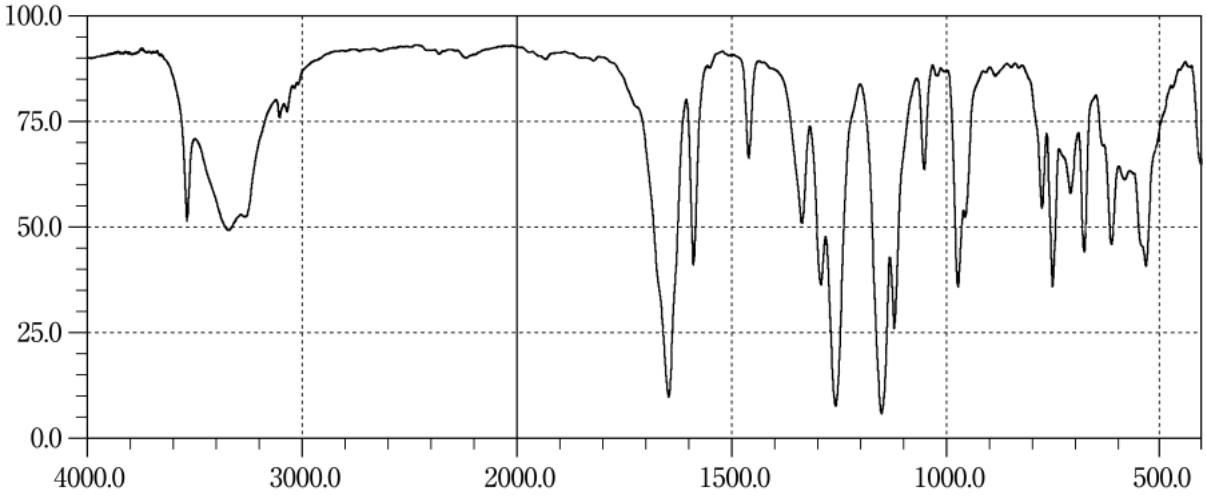
サイクロセリン



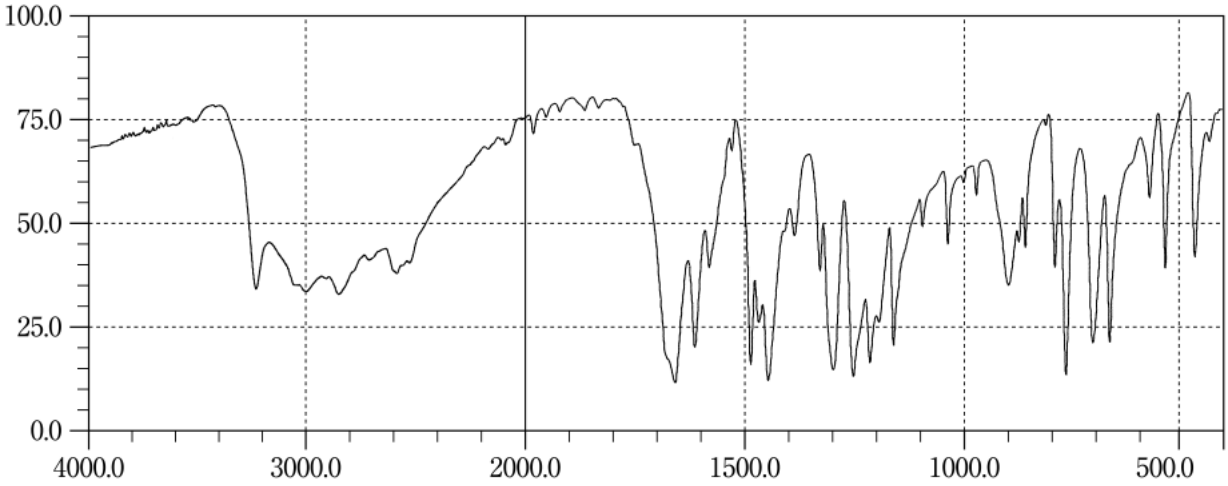
サッカリン



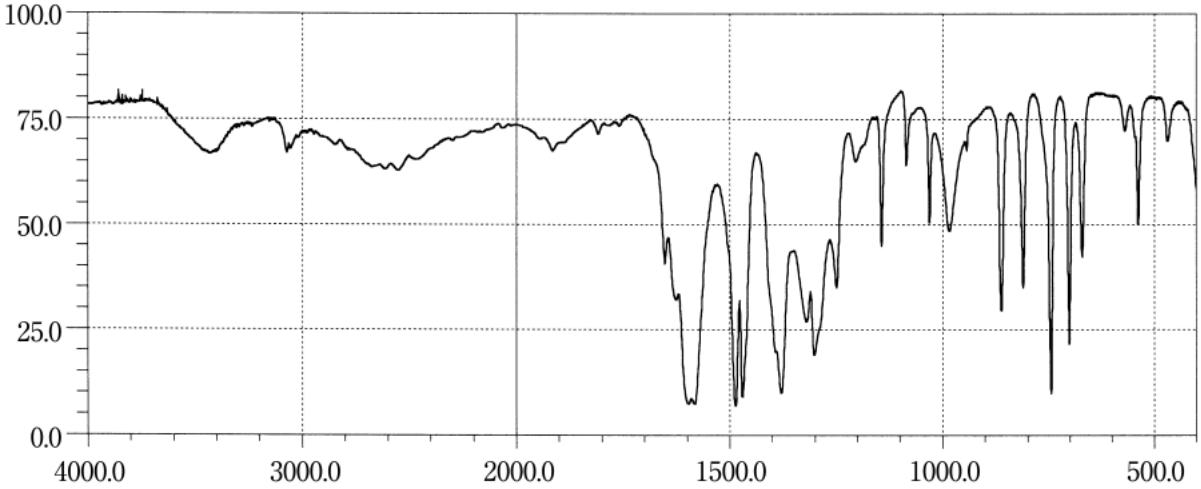
サッカリンナトリウム水和物



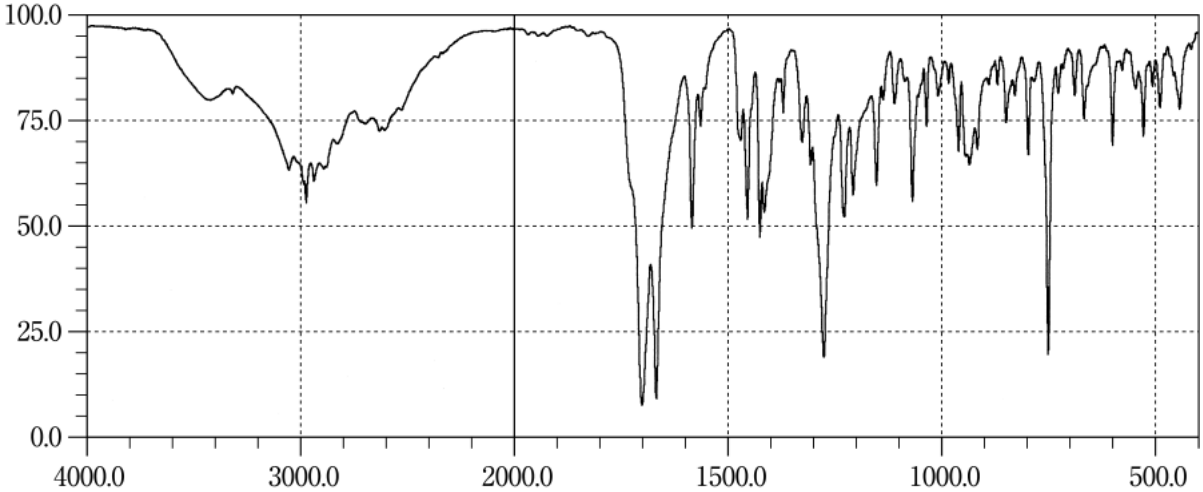
サリチル酸



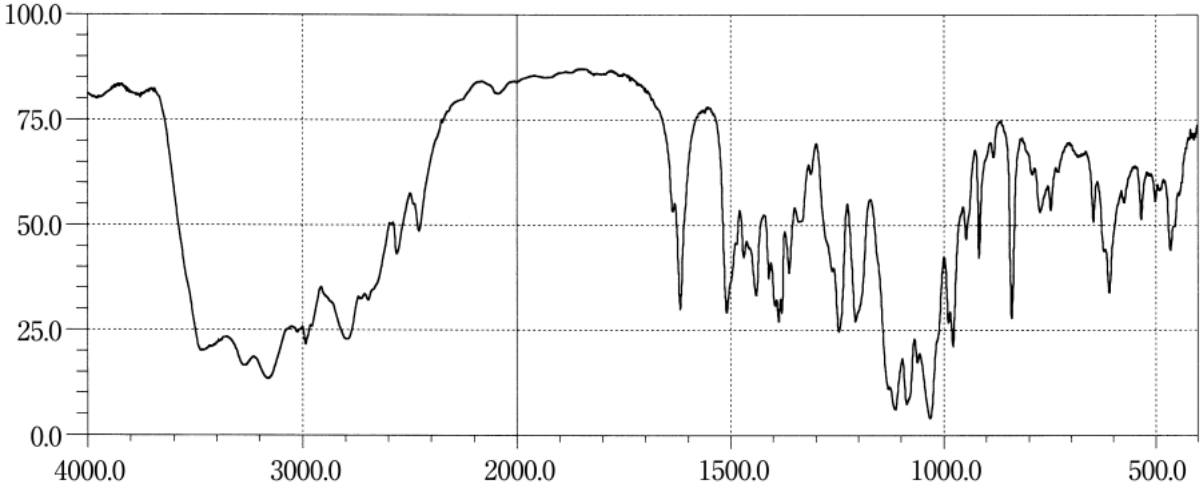
サリチル酸ナトリウム



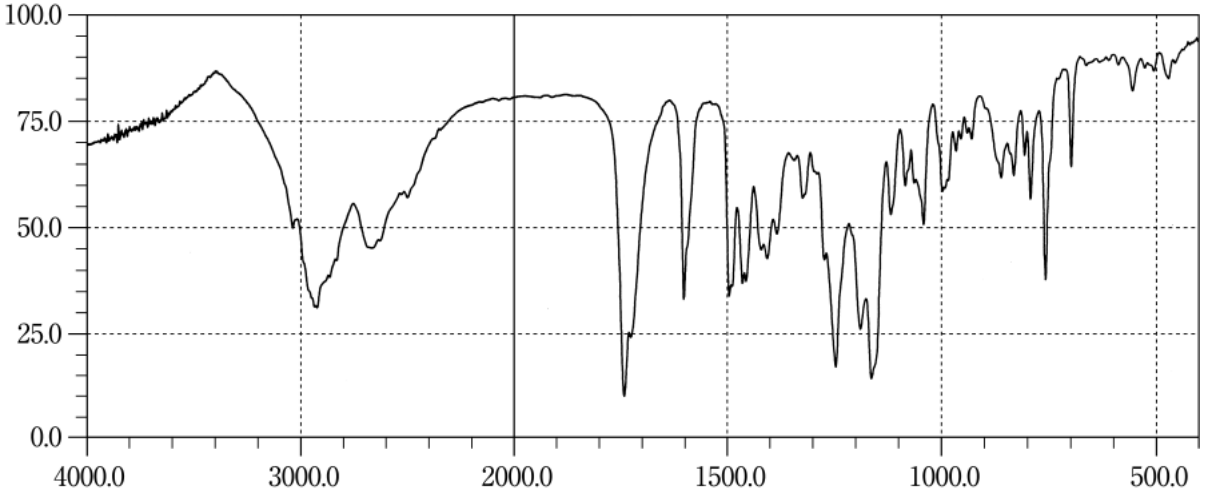
ザルトプロフェン



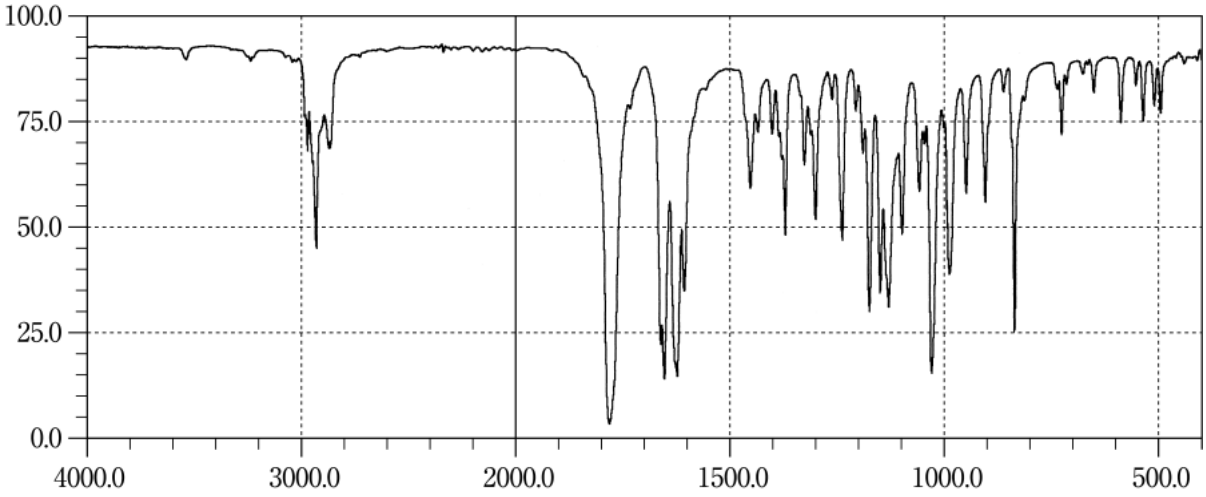
サルブタモール硫酸塩



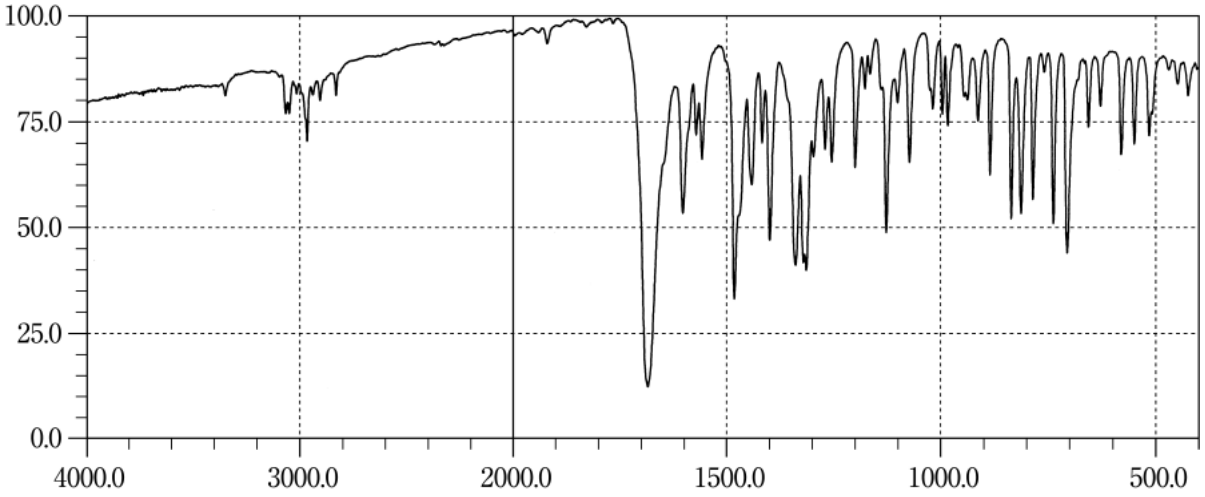
サルポグレラート塩酸塩



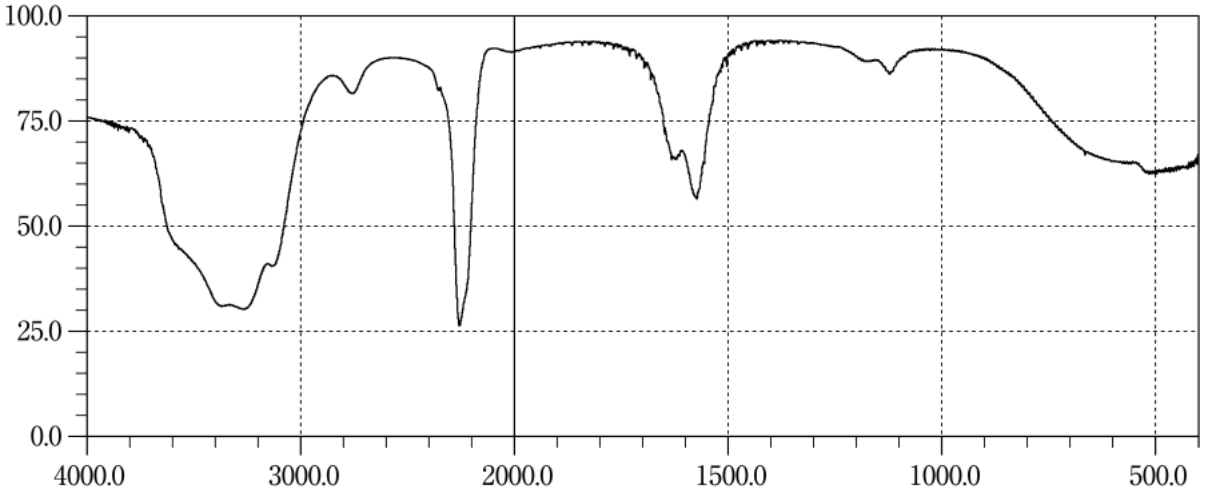
サントニン



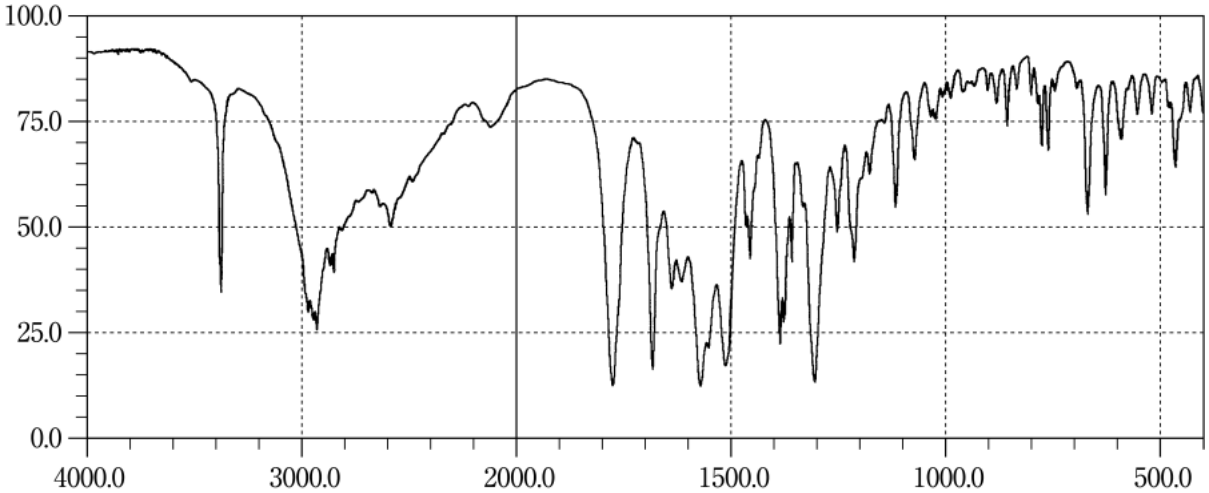
ジアゼパム



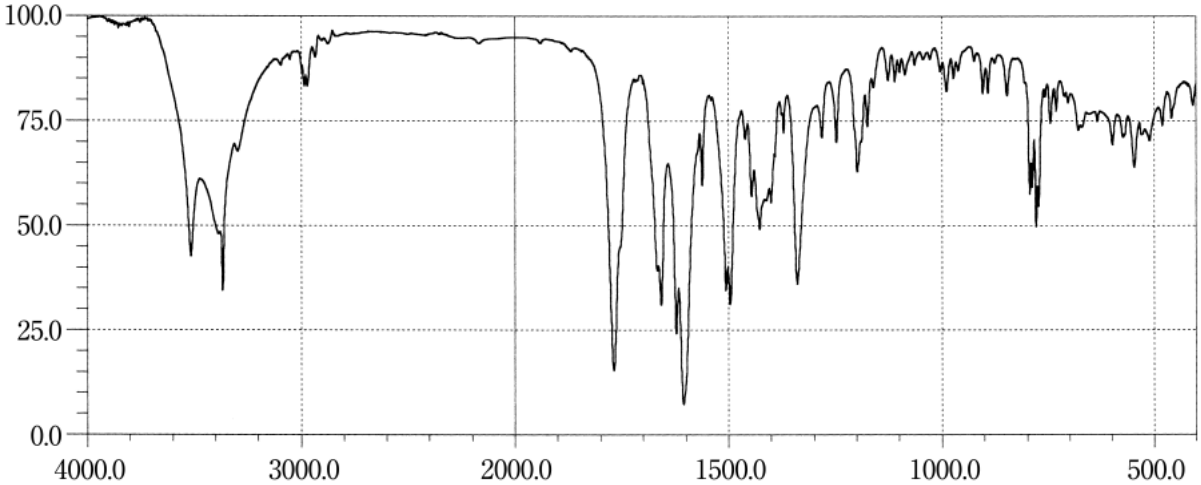
シアナミド



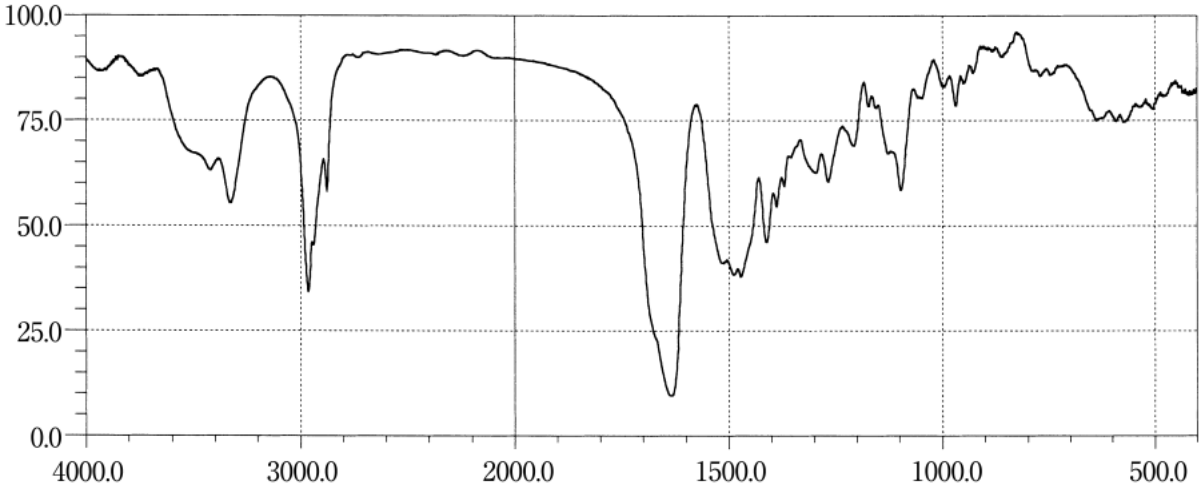
シクラシリン



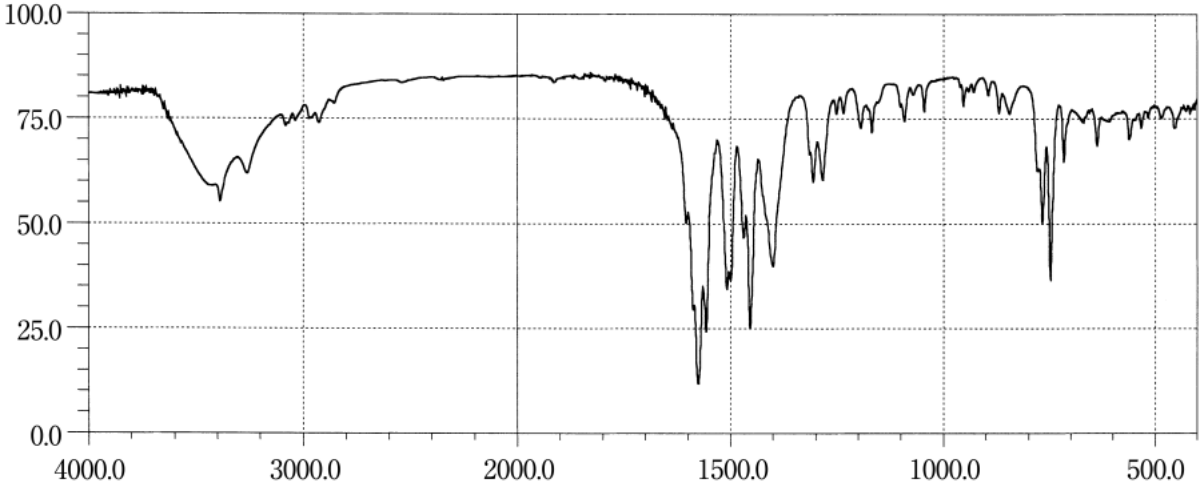
ジクロキサシリンナトリウム水和物



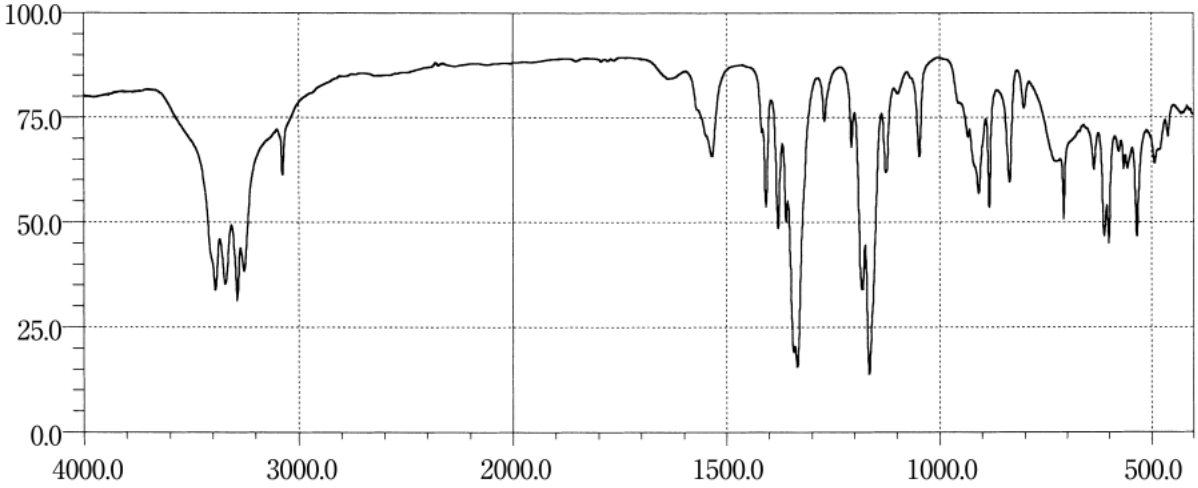
シクロスポリン



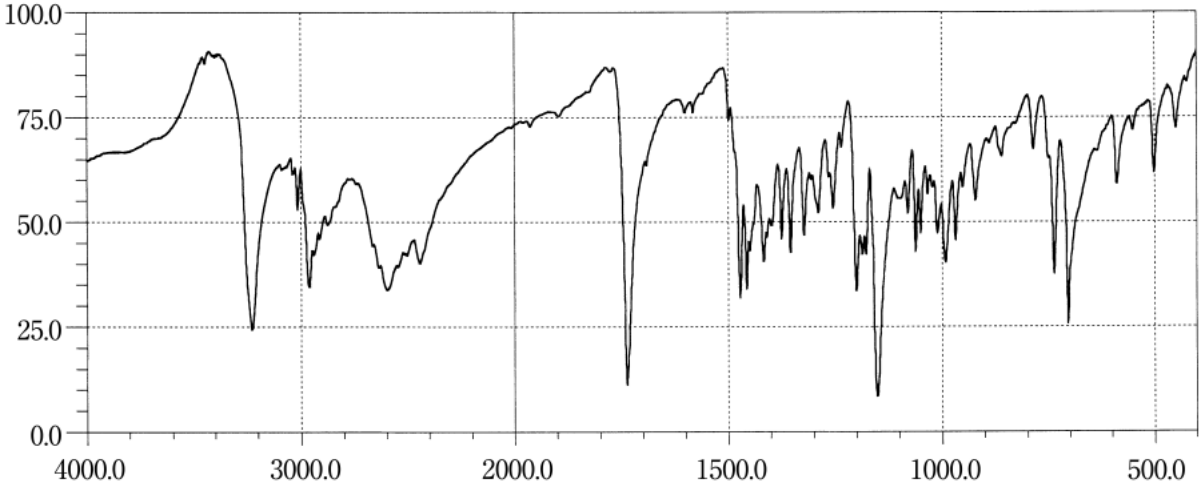
ジクロフェナクナトリウム



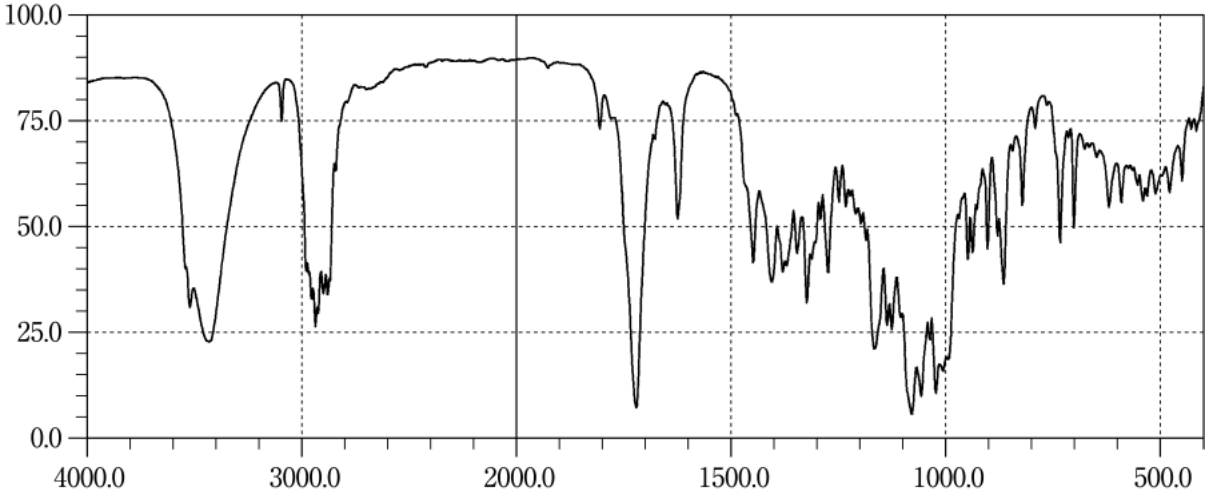
ジクロフェナミド



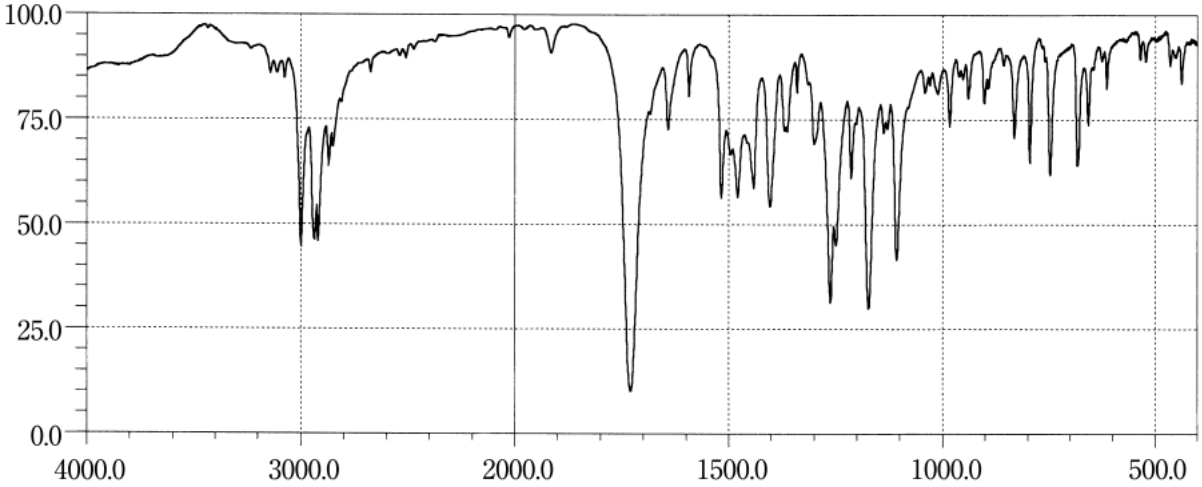
シクロペントラート塩酸塩



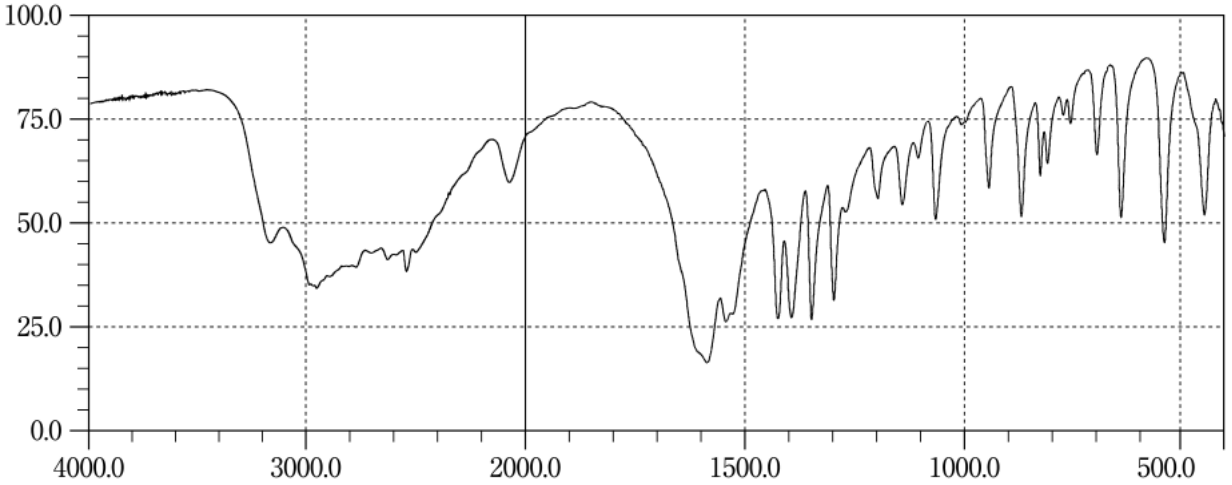
ジゴキシン



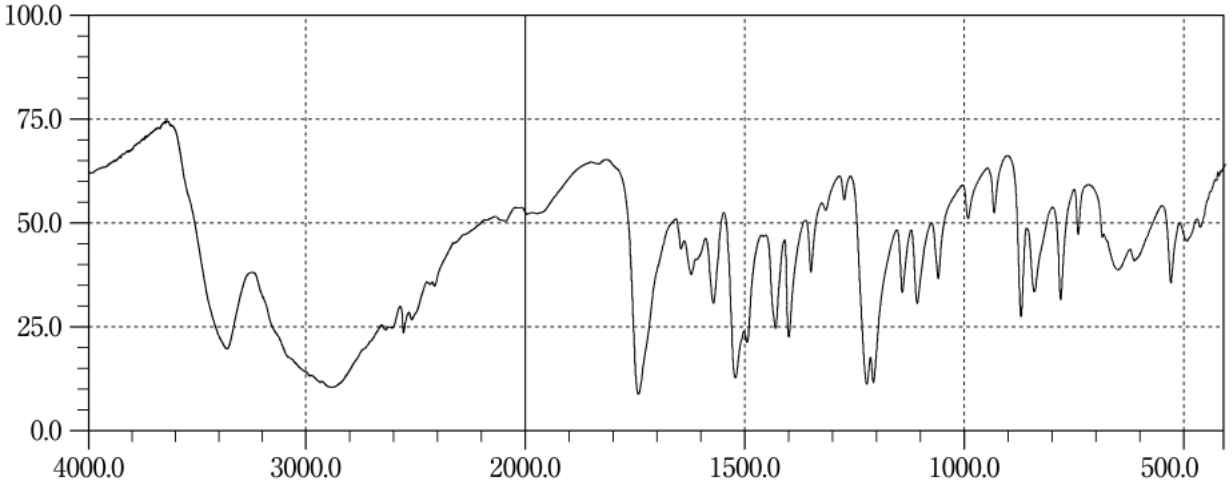
ジスチグミン臭化物



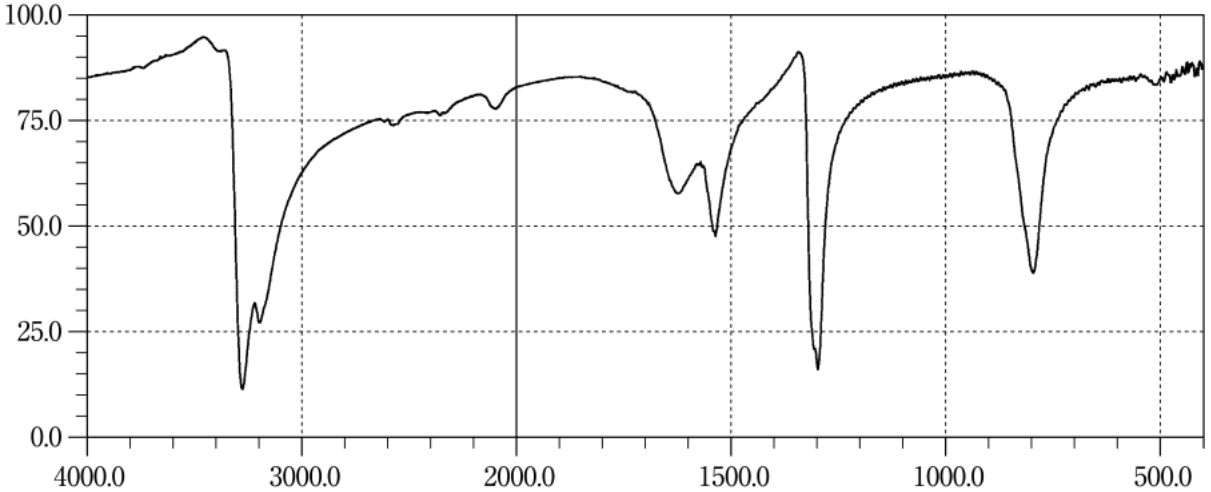
L－システイン



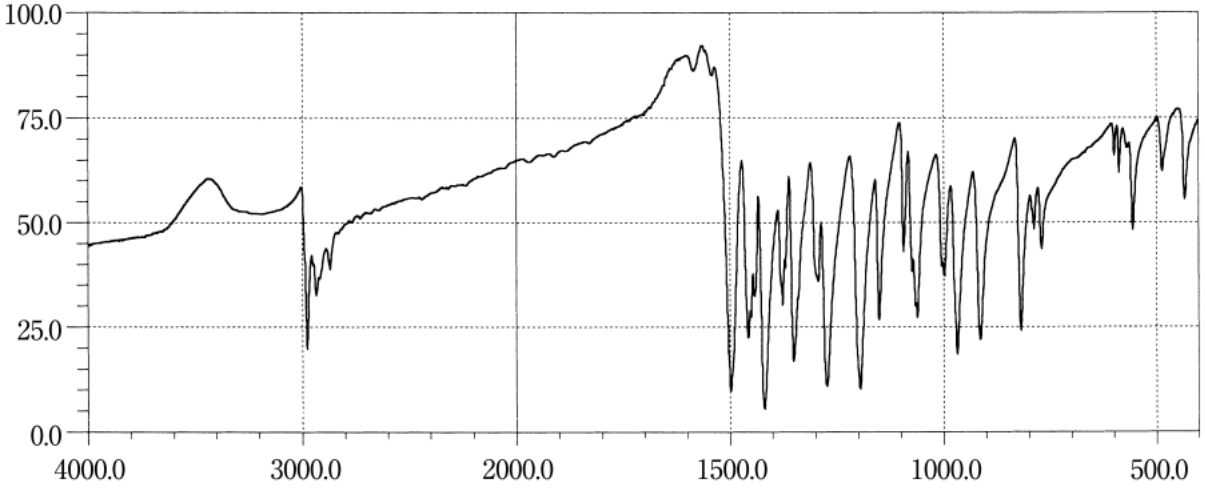
L－システイン塩酸塩水和物



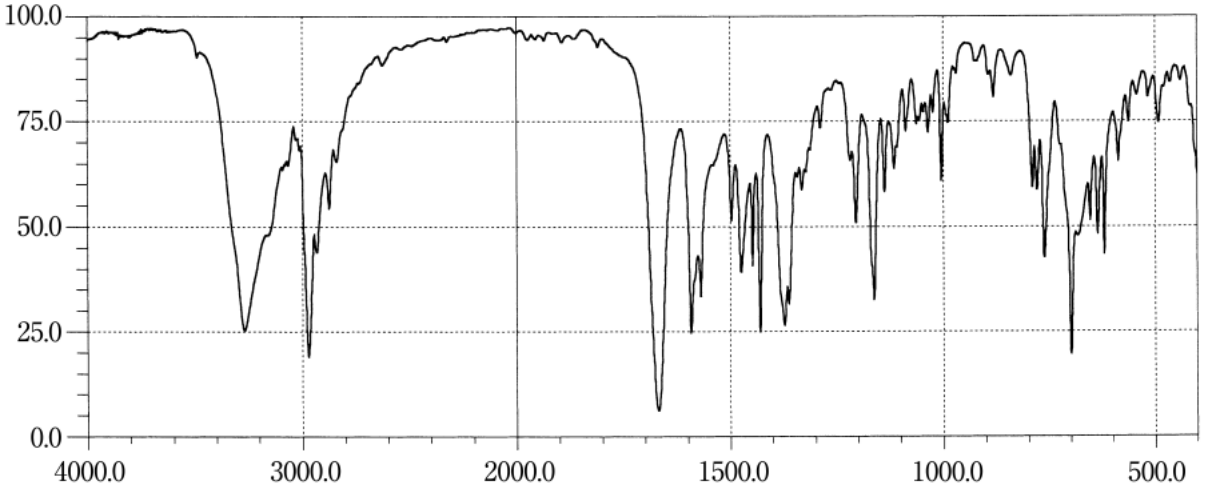
シスプラチン



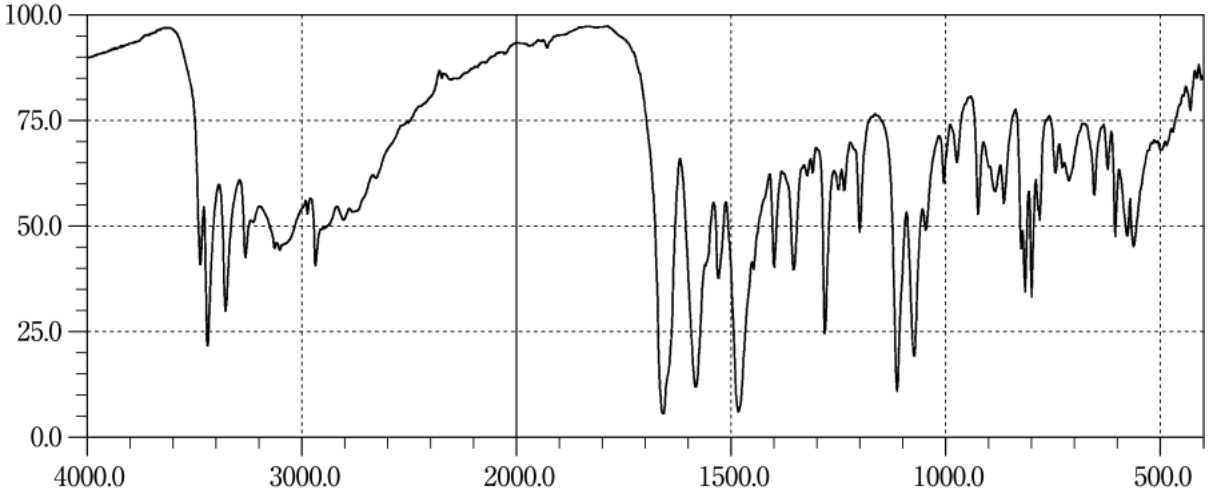
ジスルフィラム



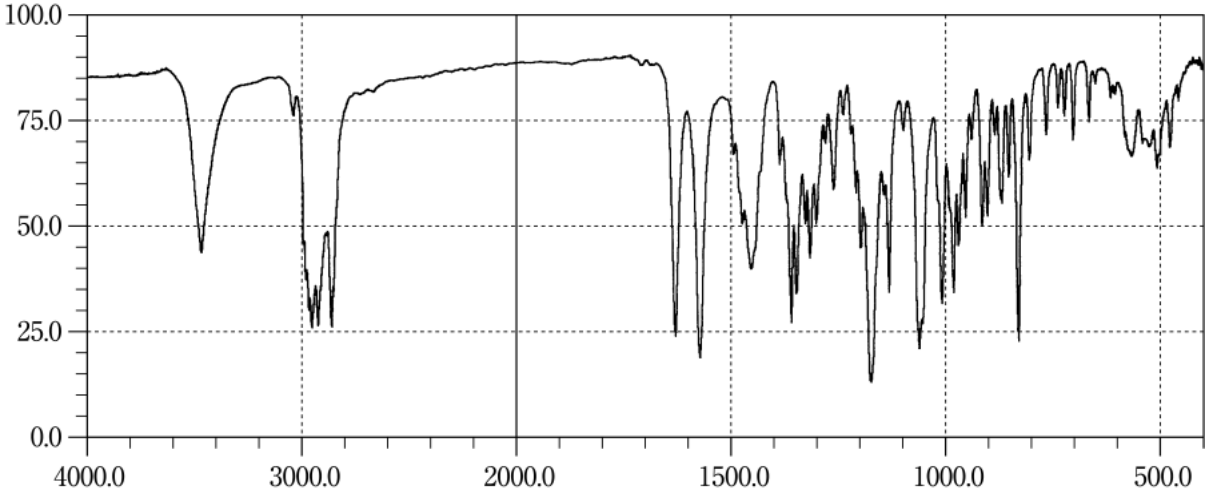
ジソピラミド



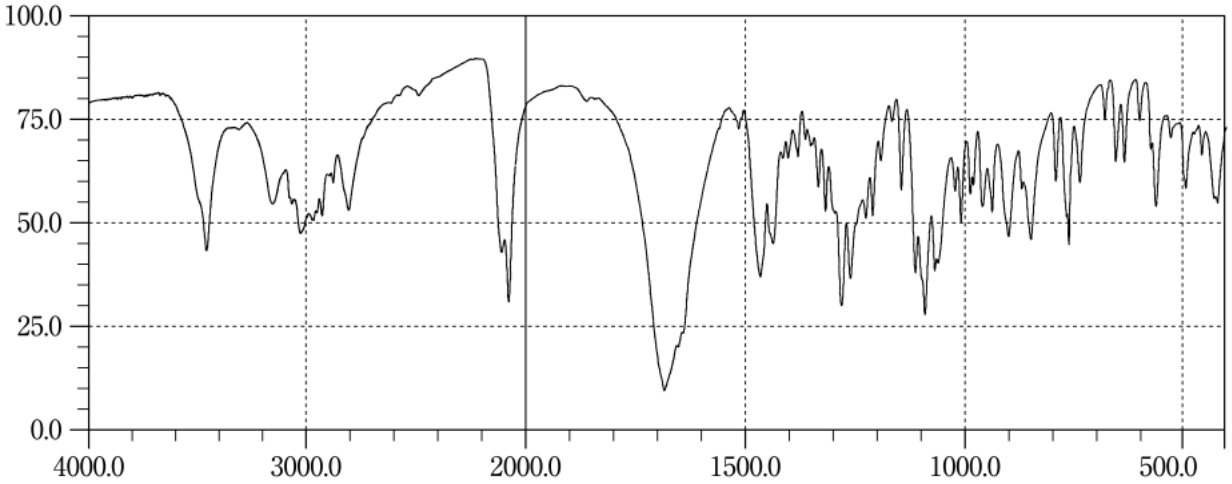
シタラビン



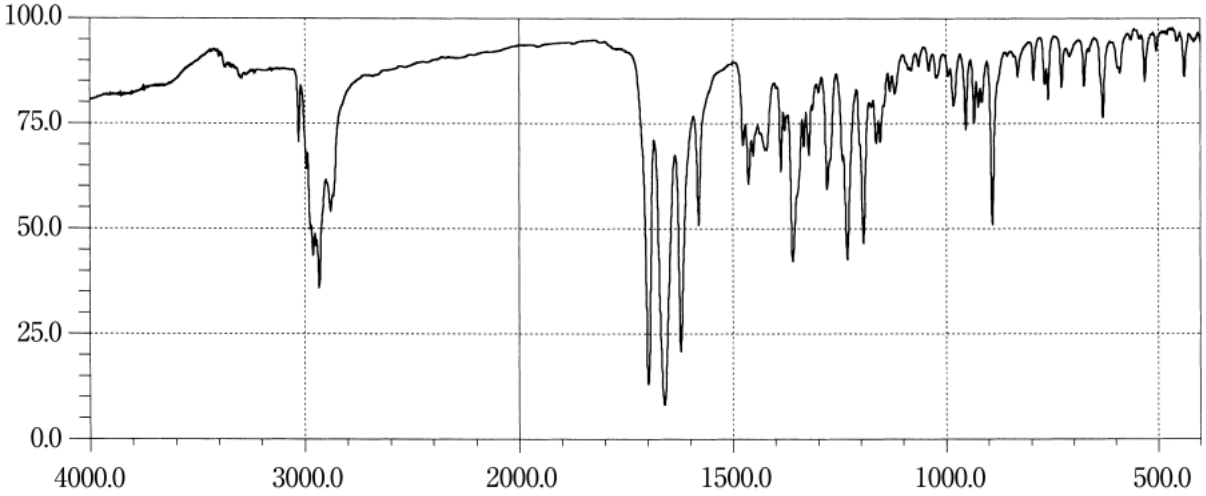
シッカニン



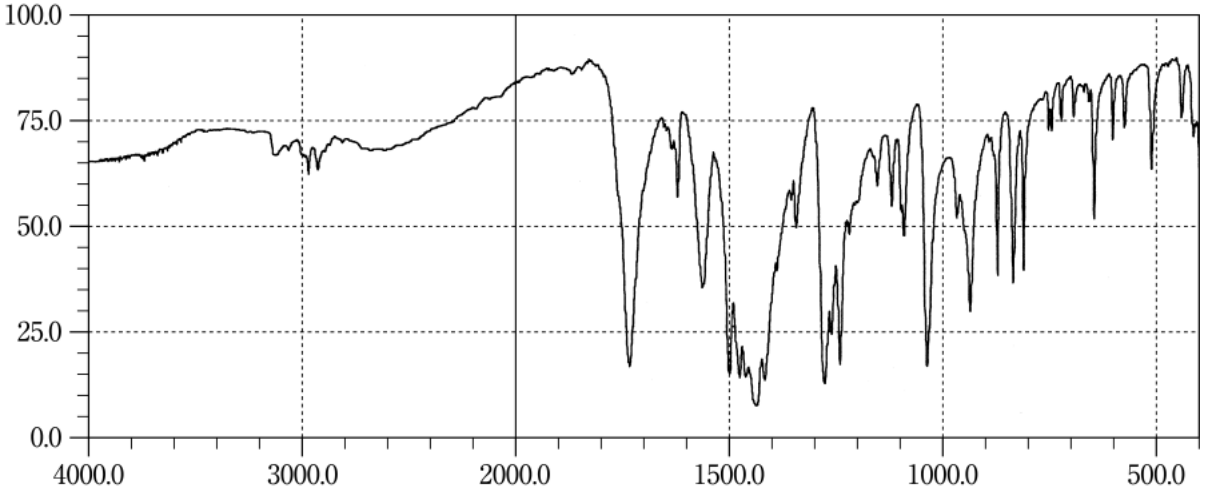
ジドブジン



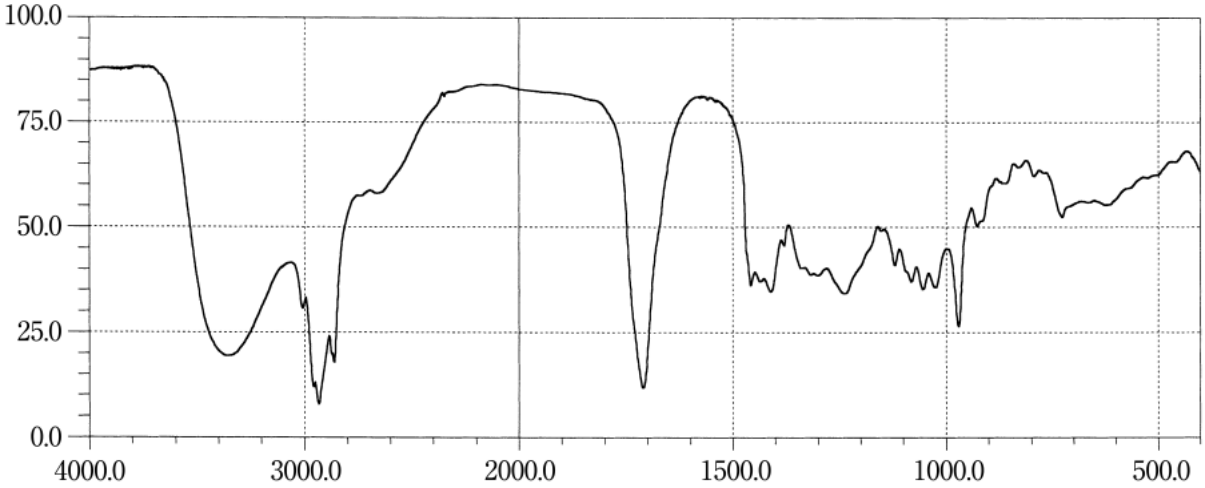
ジドロゲステロン



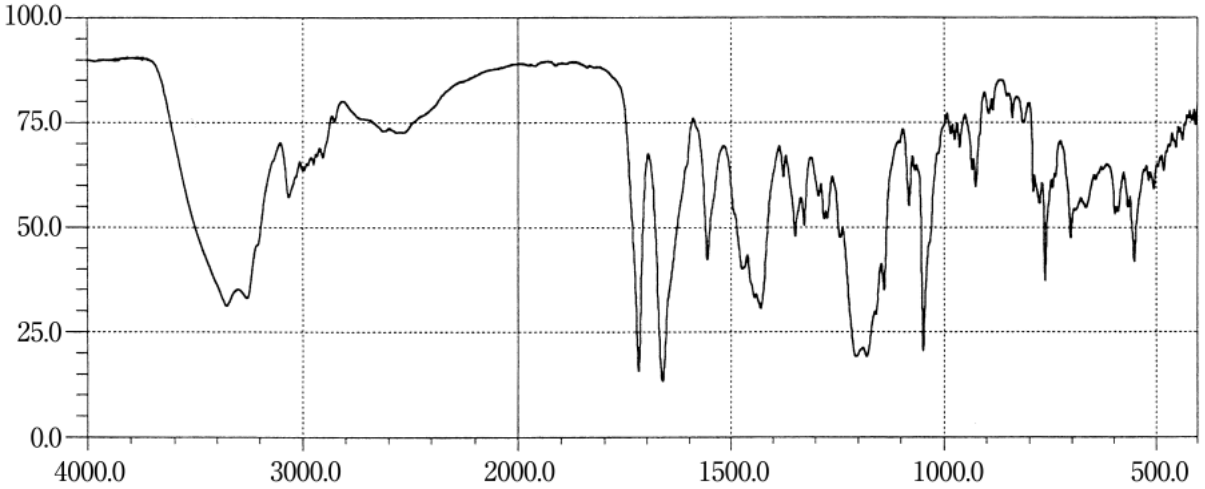
シノキサシン



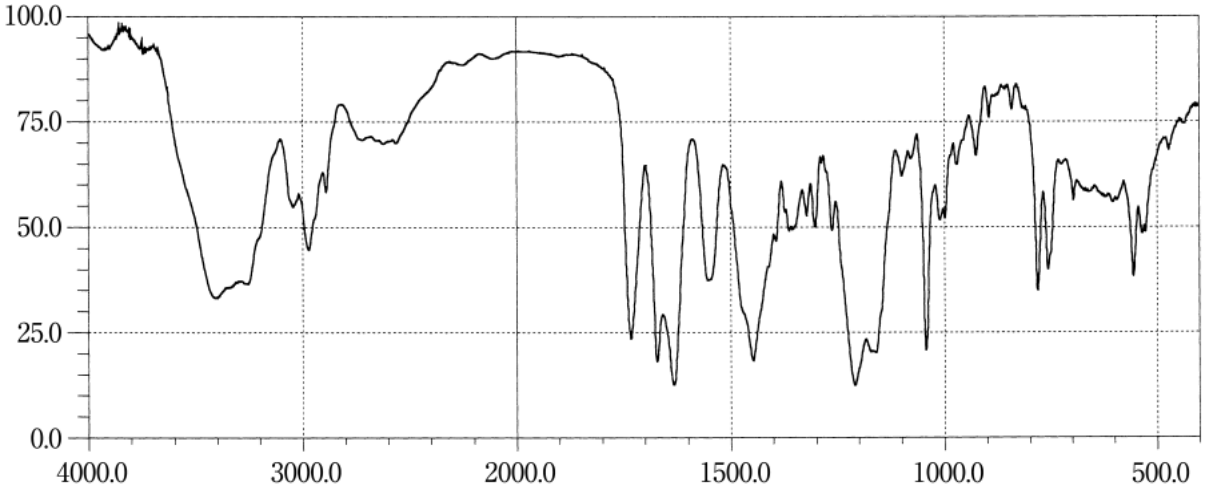
ジノプロスト



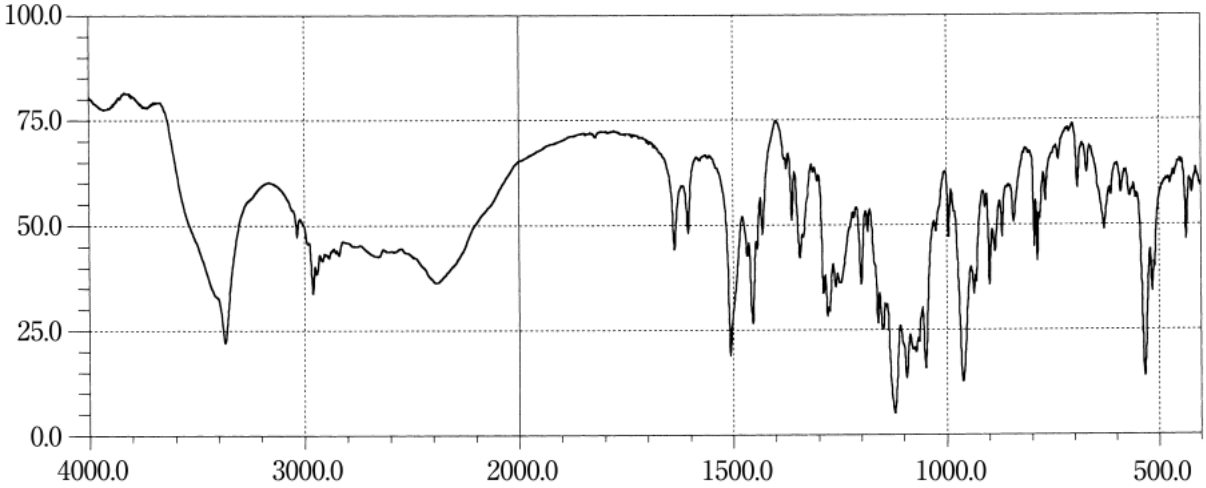
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩



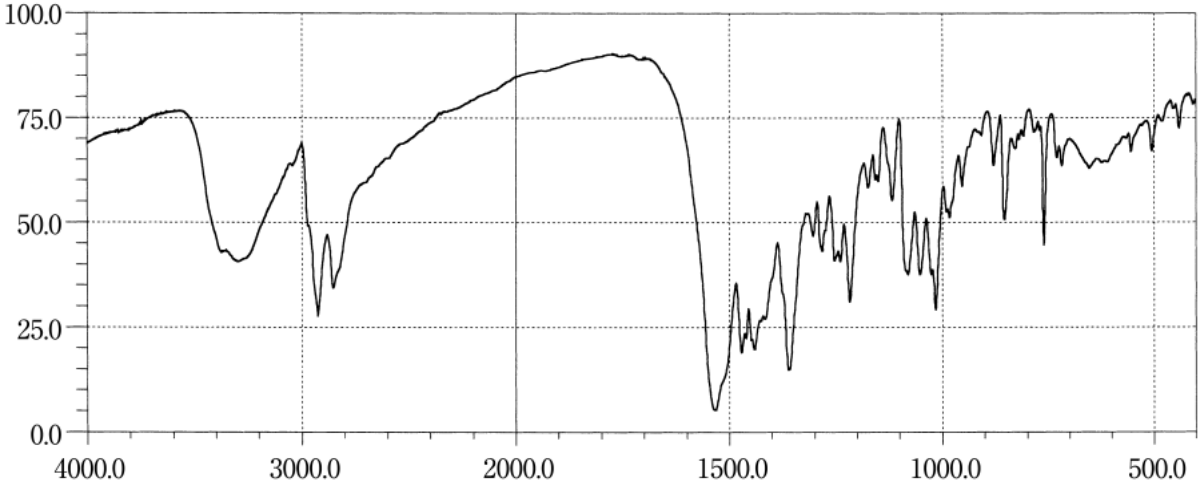
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩



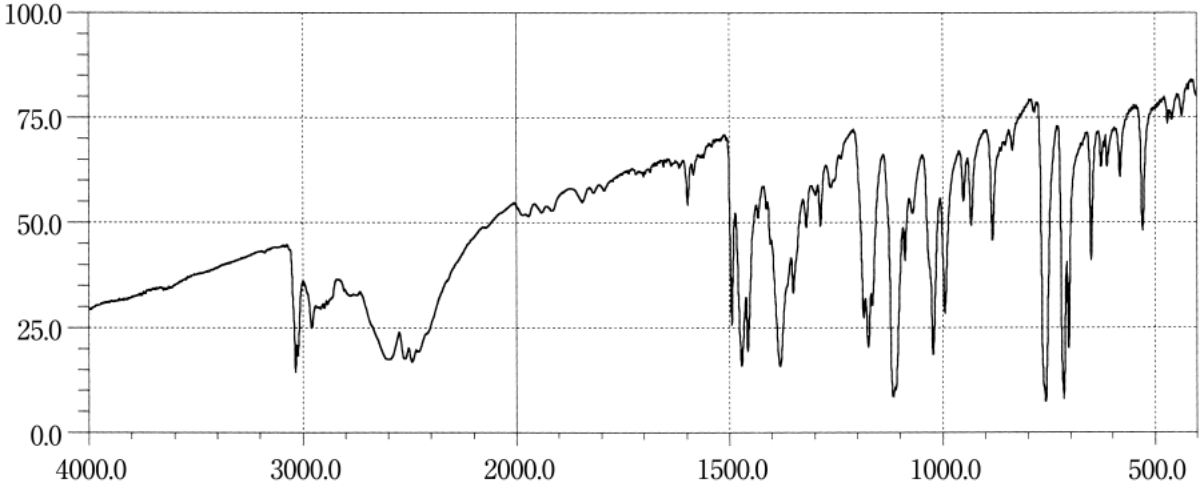
ジヒドロコデインリン酸塩



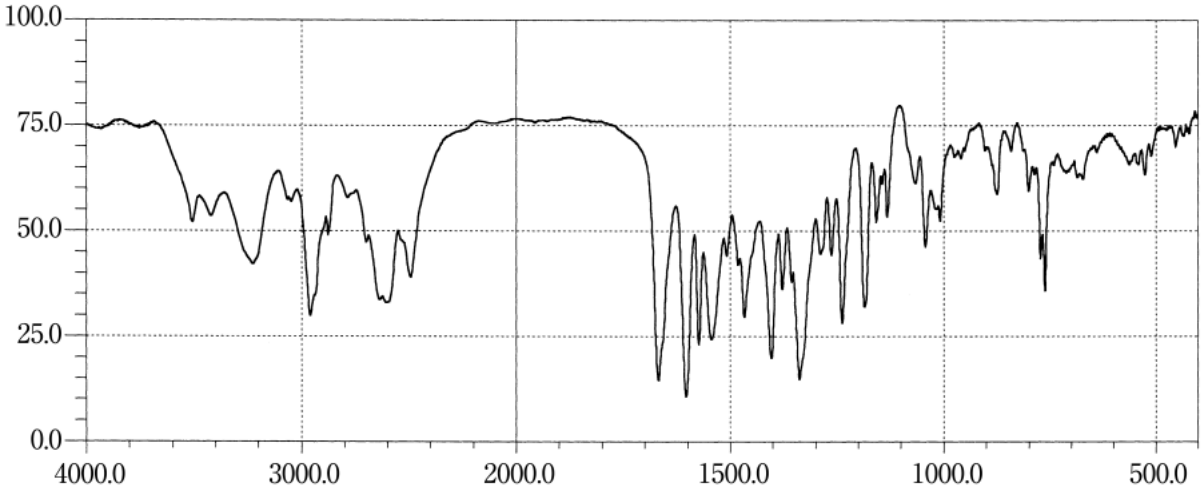
ジピリダモール



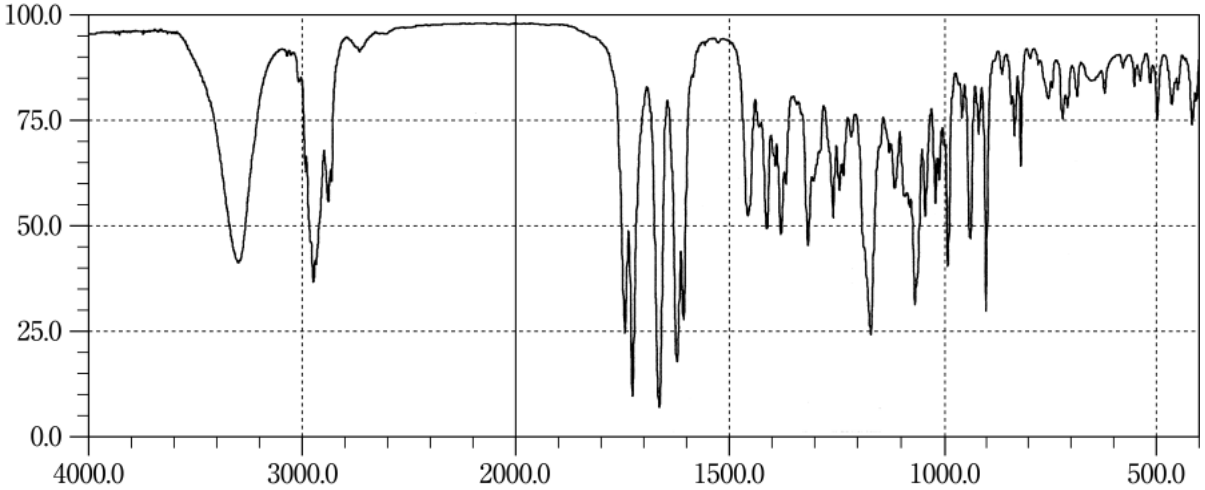
ジフェンヒドラミン塩酸塩



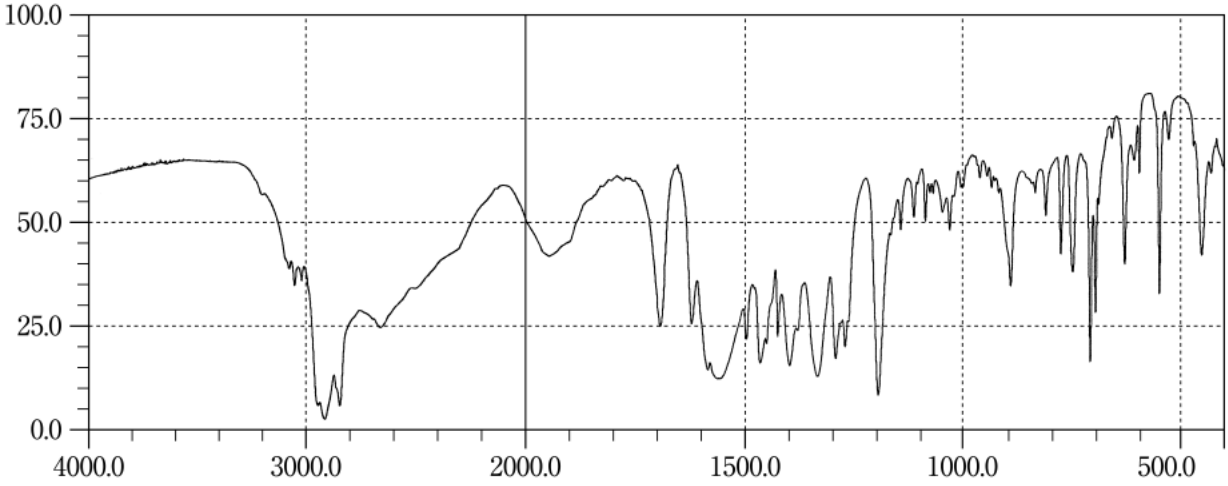
ジブカイン塩酸塩



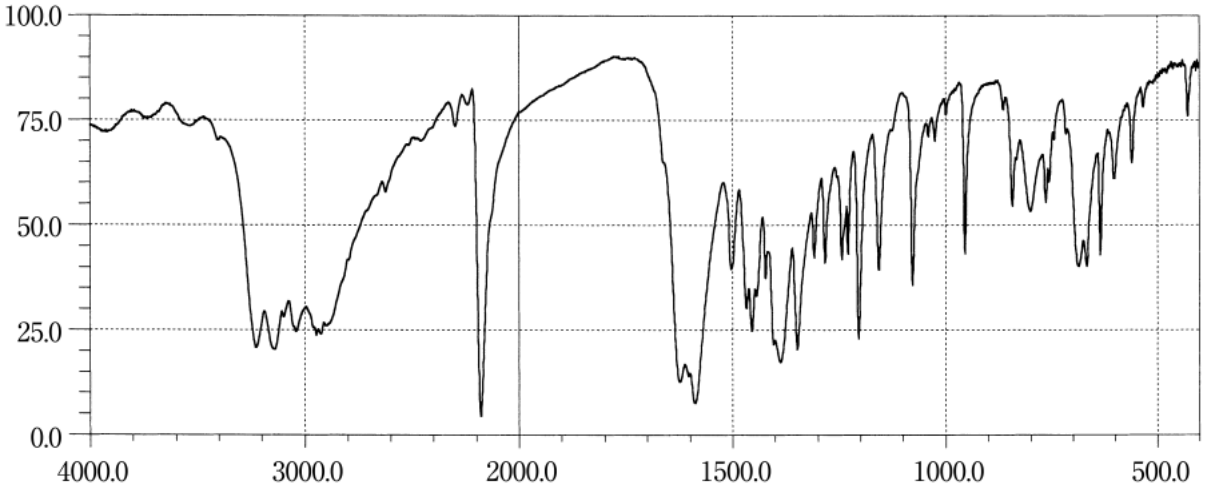
ジフルコルトロン吉草酸エステル



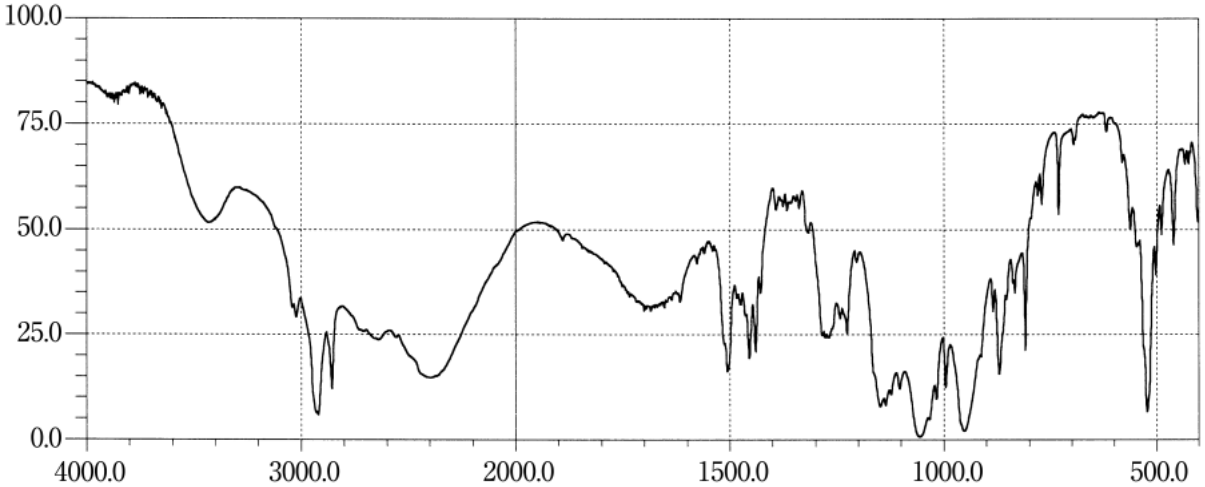
シベンゾリンコハク酸塩



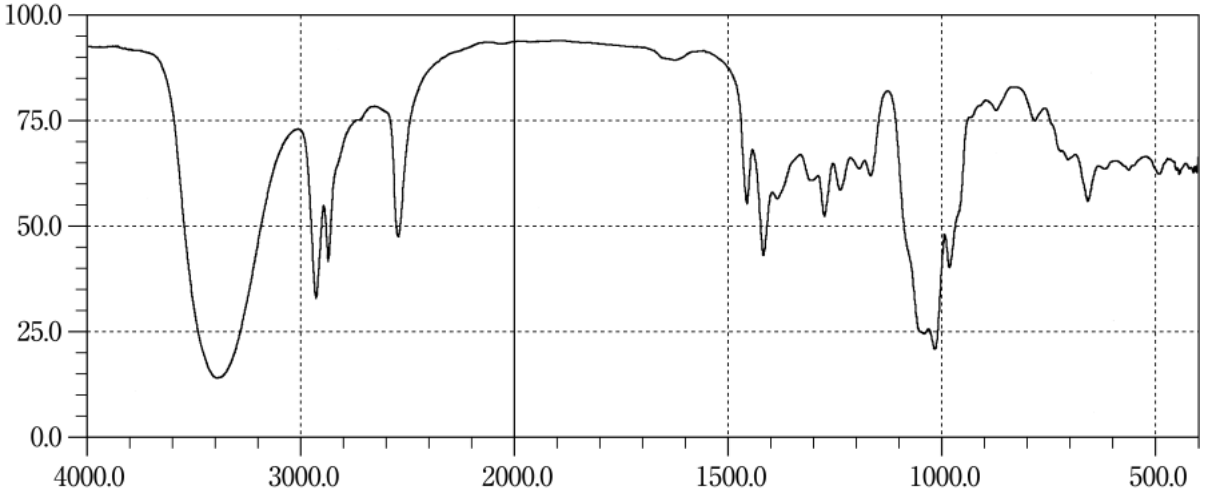
シメチジン



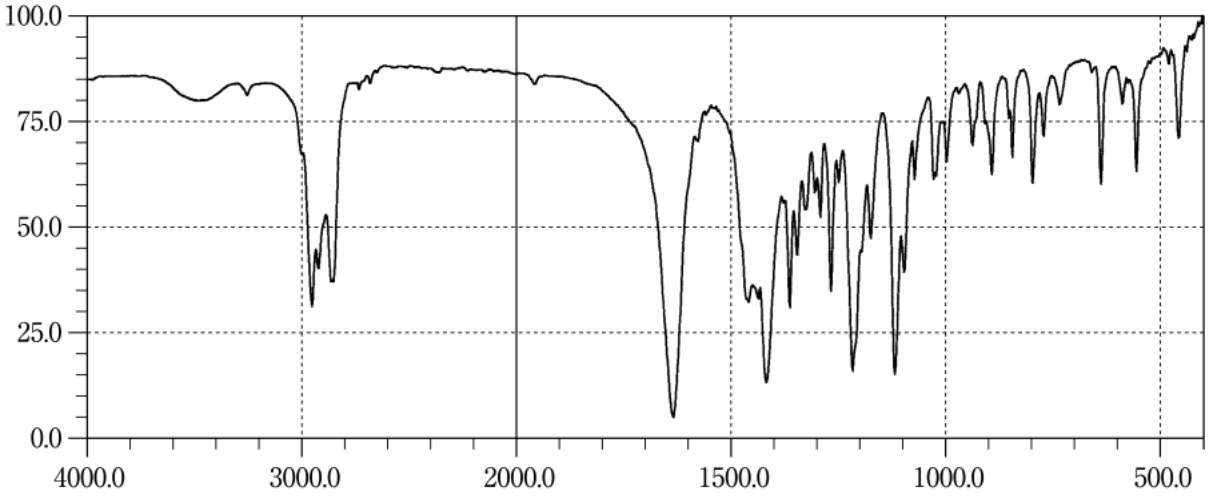
ジメモルファンリン酸塩



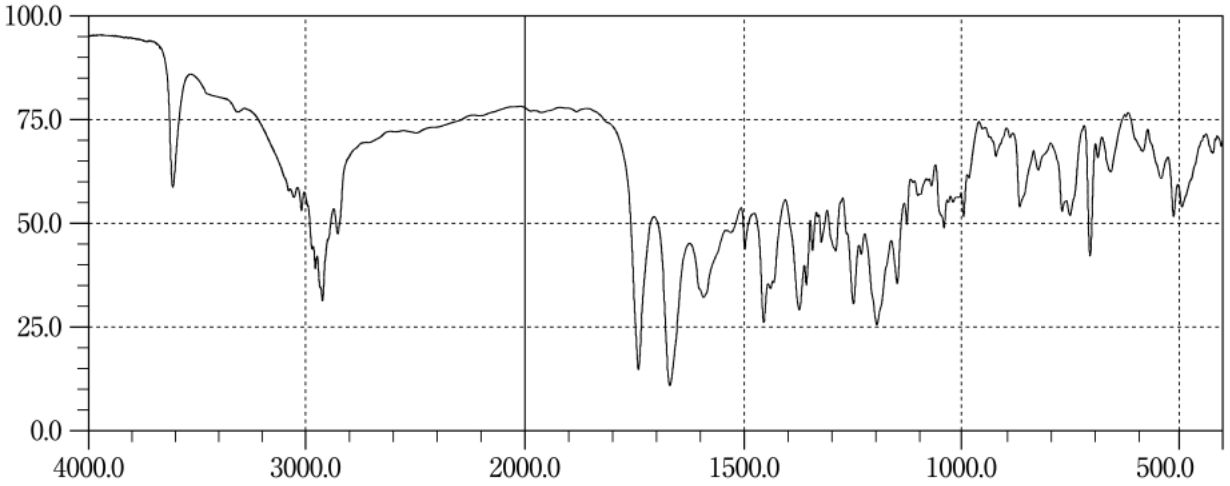
ジメルカプロール



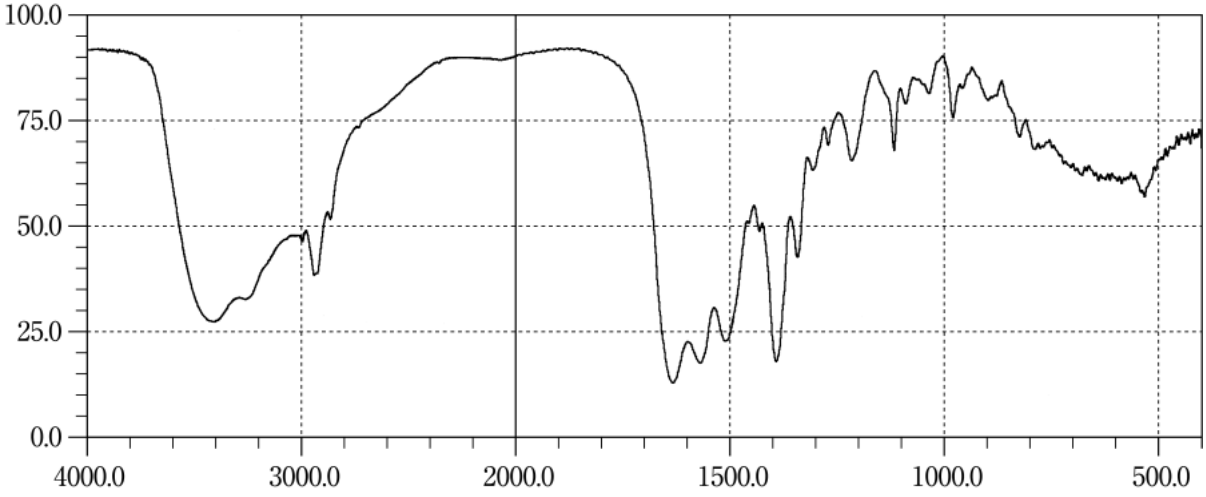
ジモルホラミン



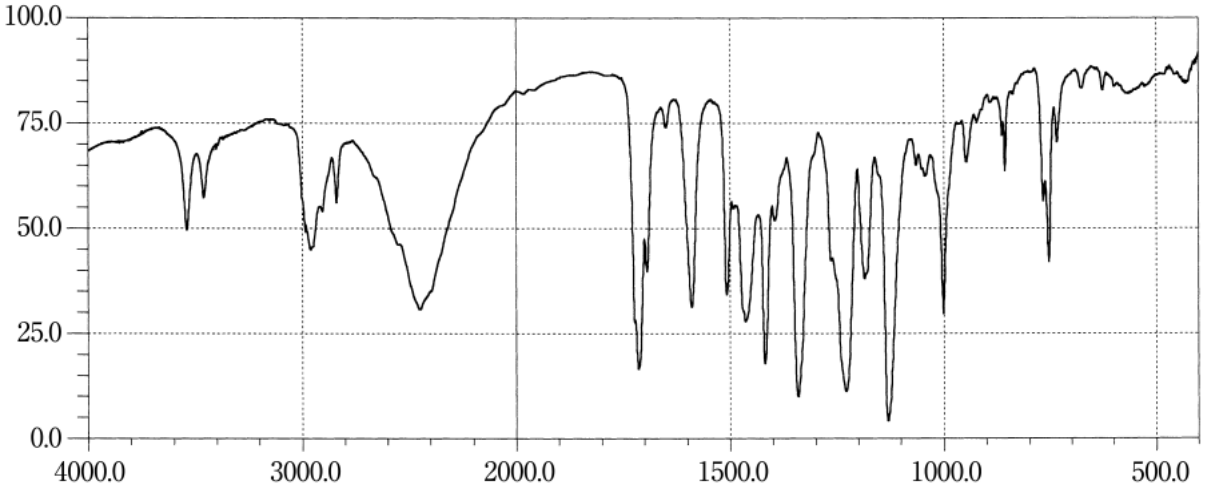
シラザプリル水和物



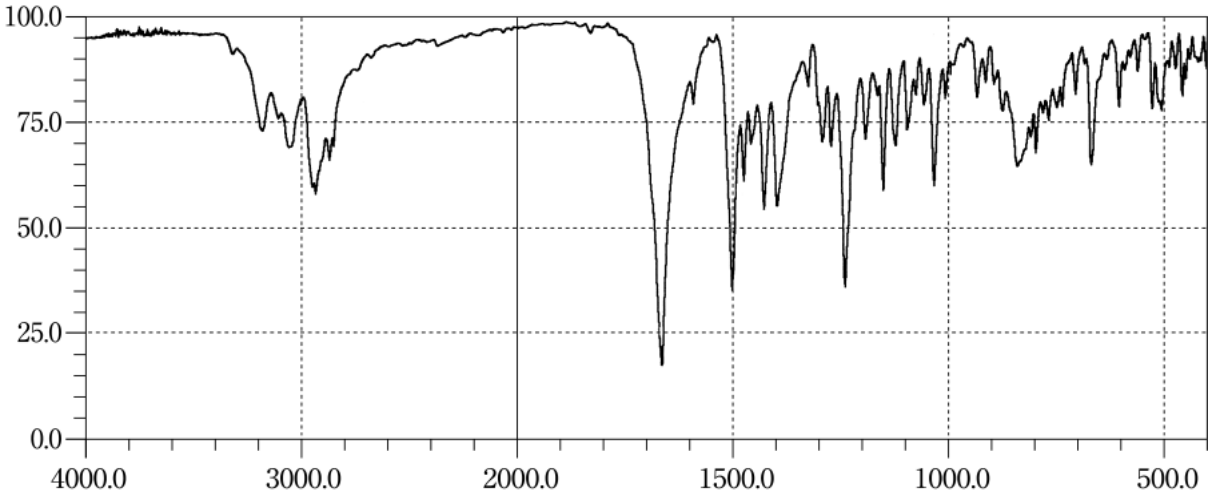
シラスタチンナトリウム



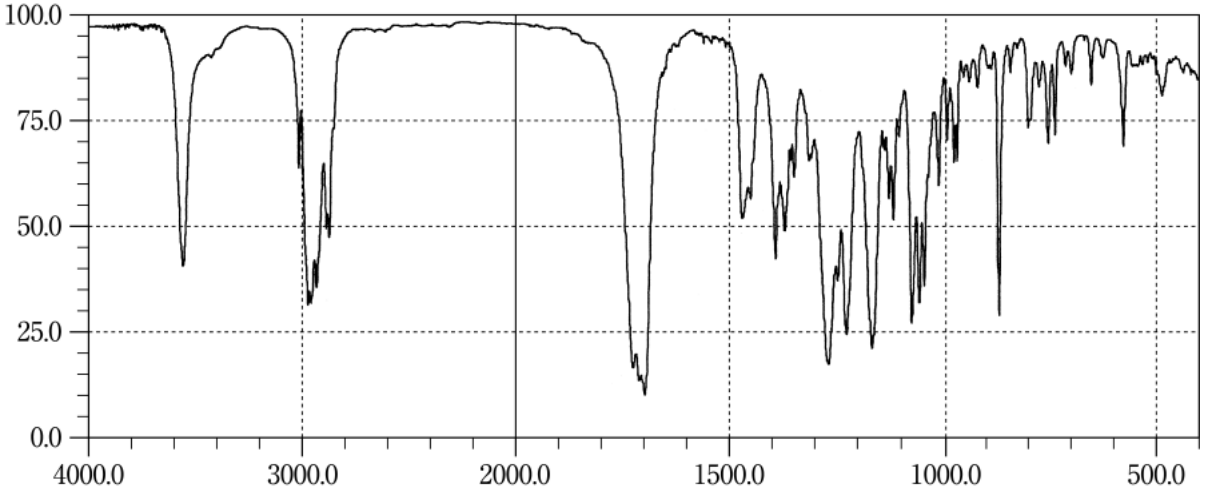
ジラゼプ塩酸塩水和物



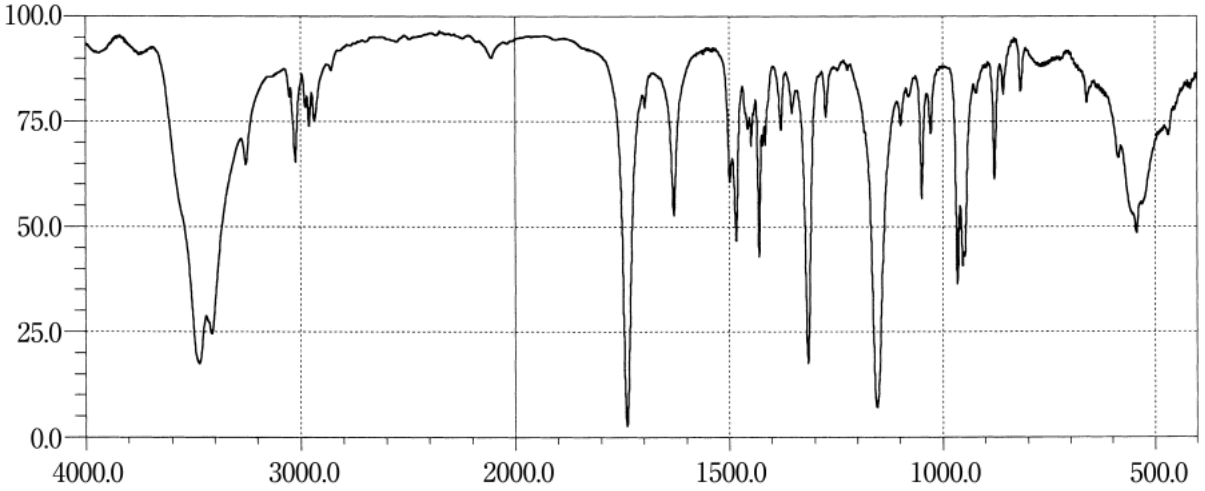
シロスタゾール



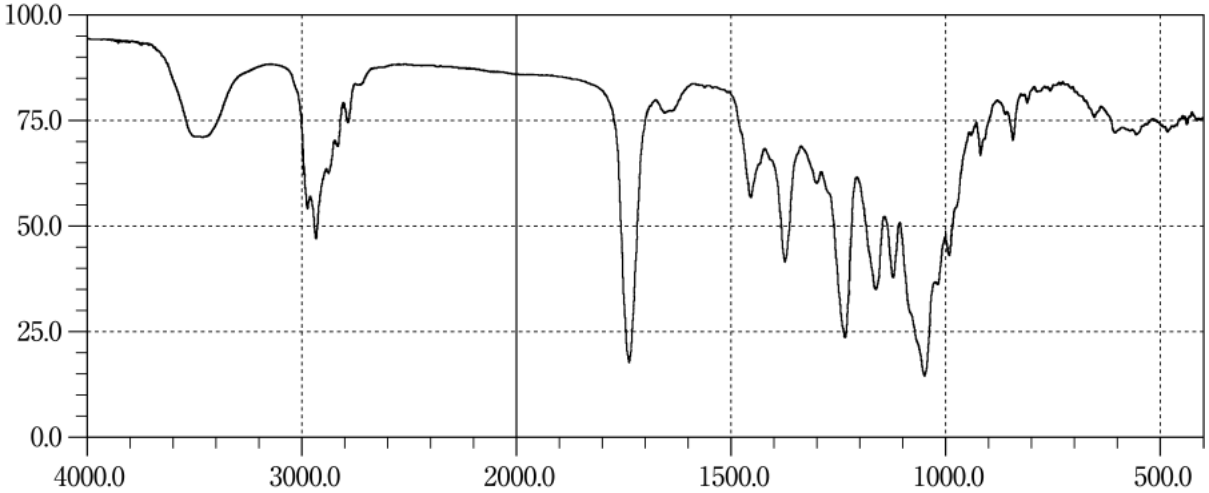
シンバスタチン



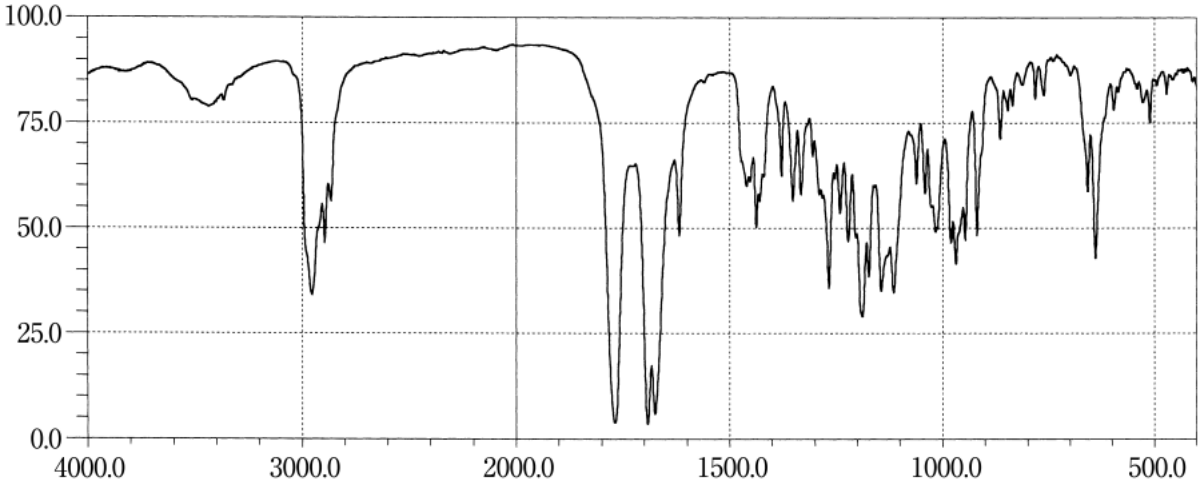
スキサメトニウム塩化物水和物



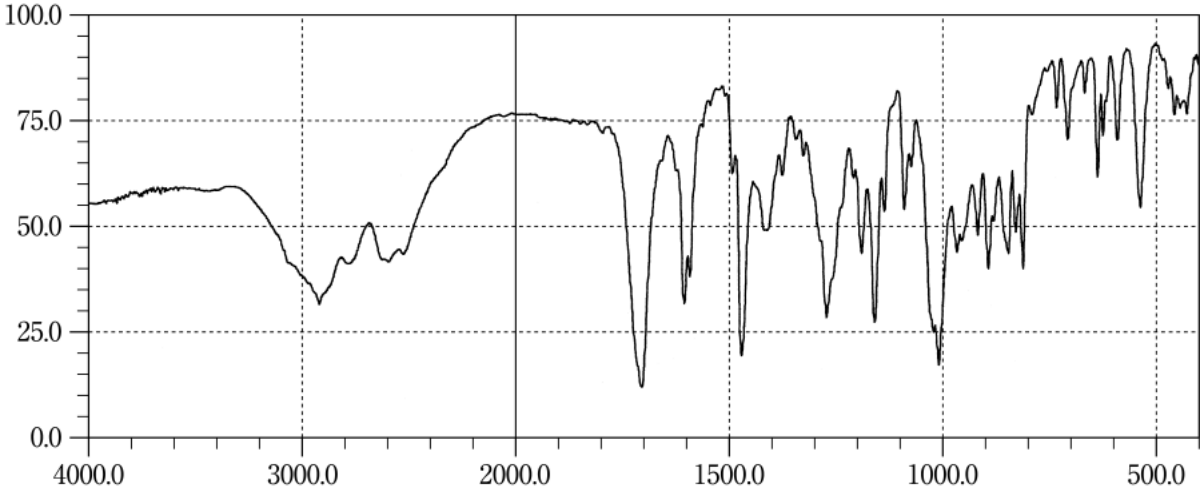
スピラマイシン酢酸エステル



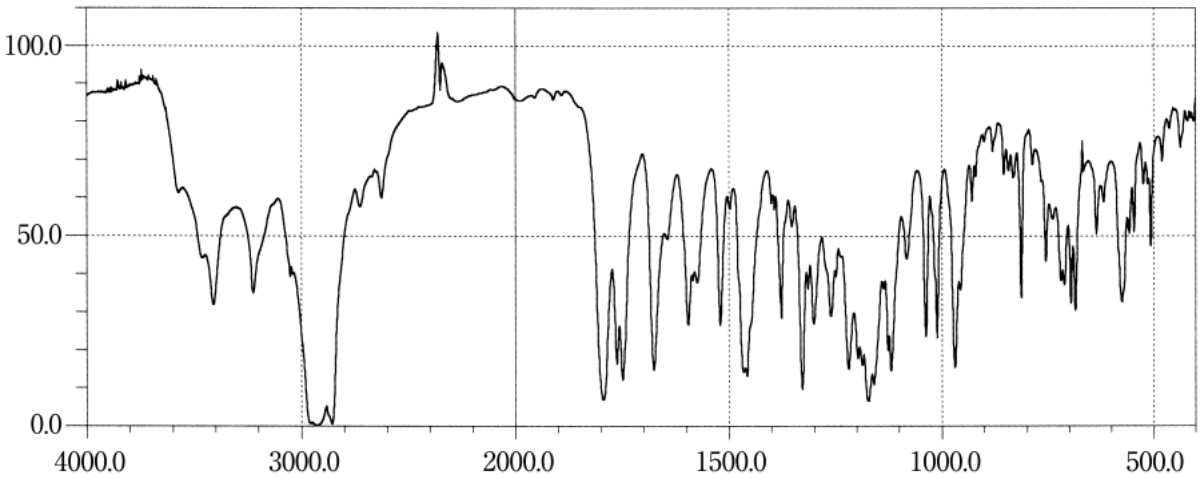
スピロノラクトン



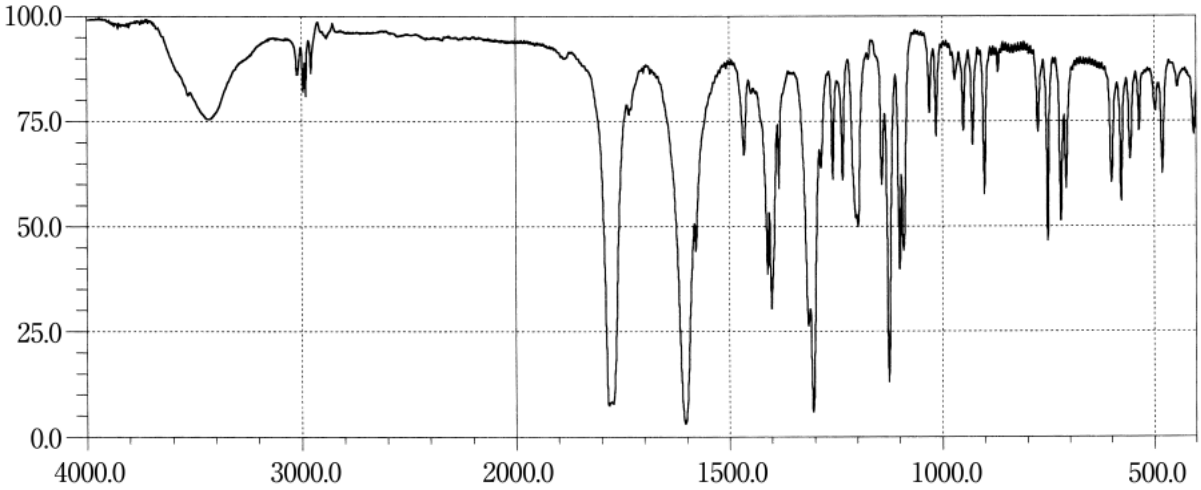
スリンダク



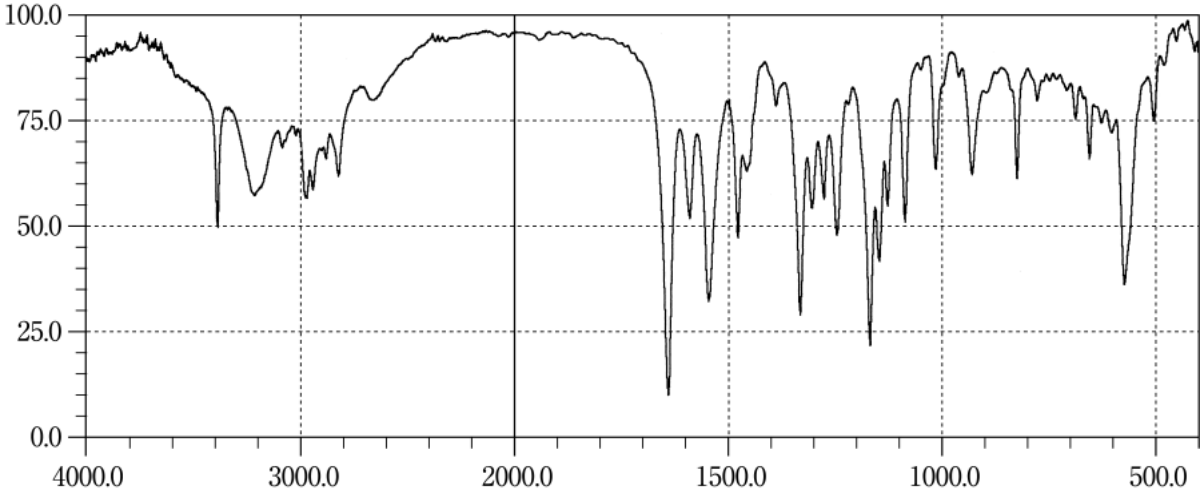
スルタミシリントシル酸塩水和物



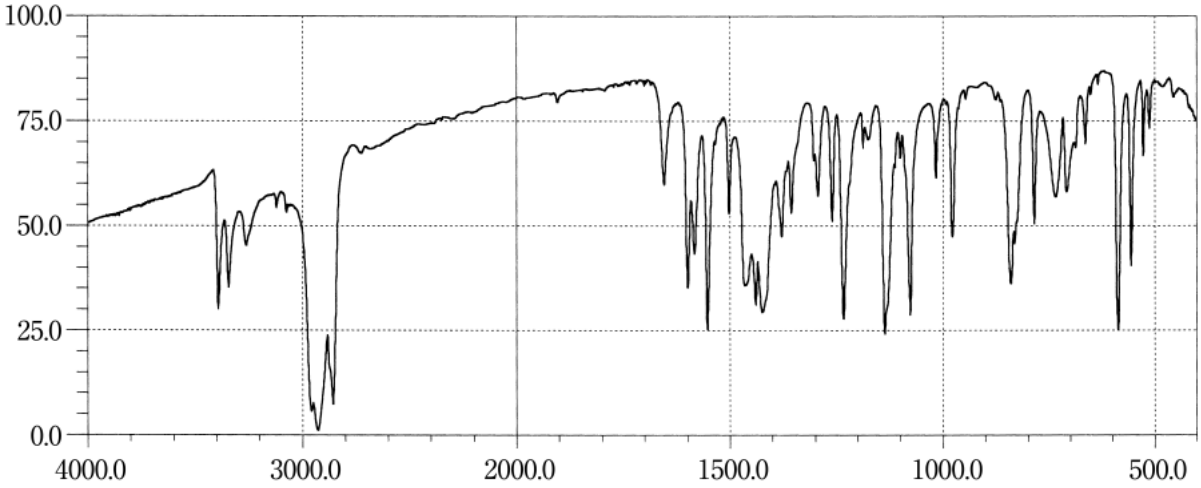
スルバクタムナトリウム



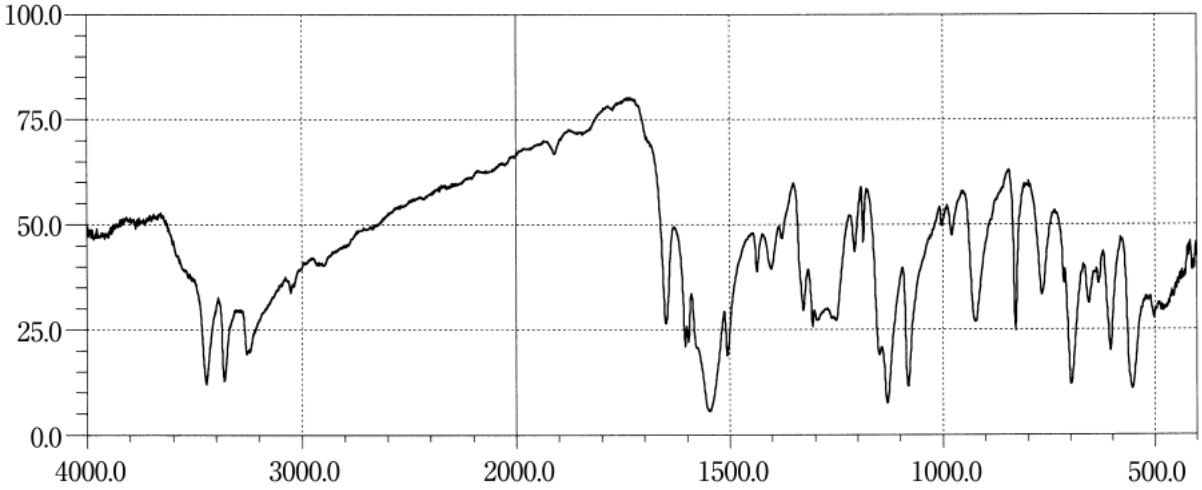
スルピリド



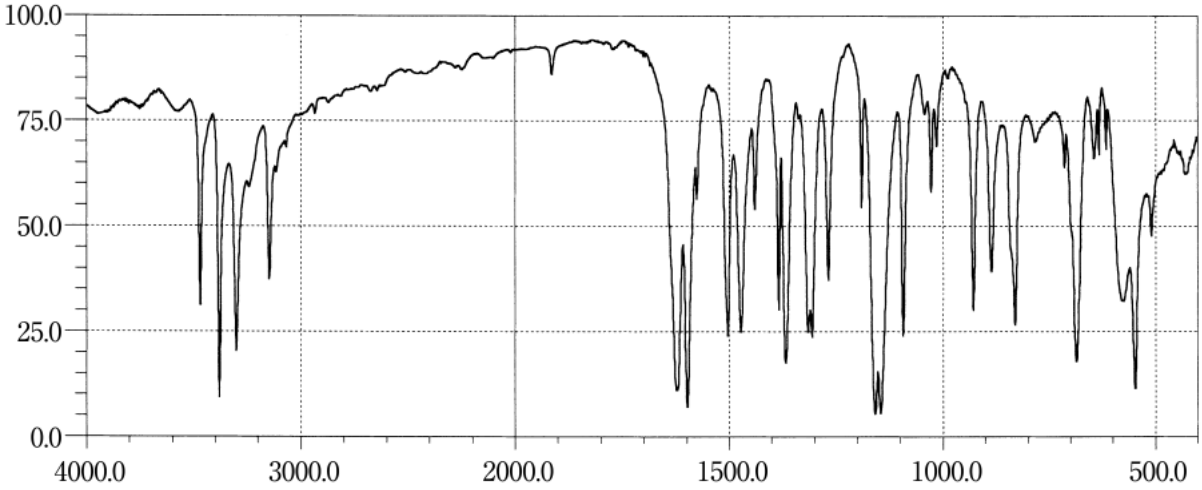
スルファジアジン銀



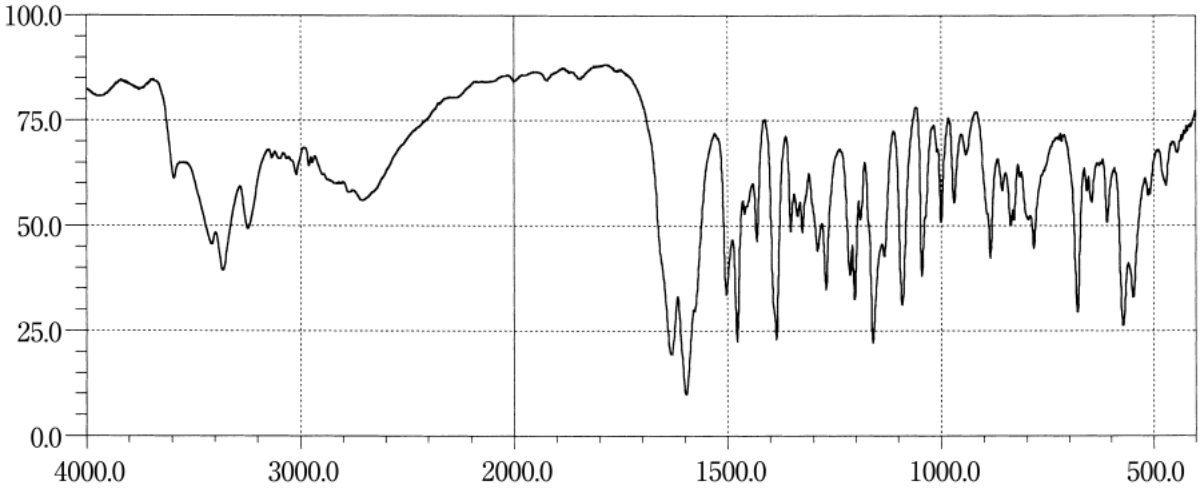
スルファメチゾール



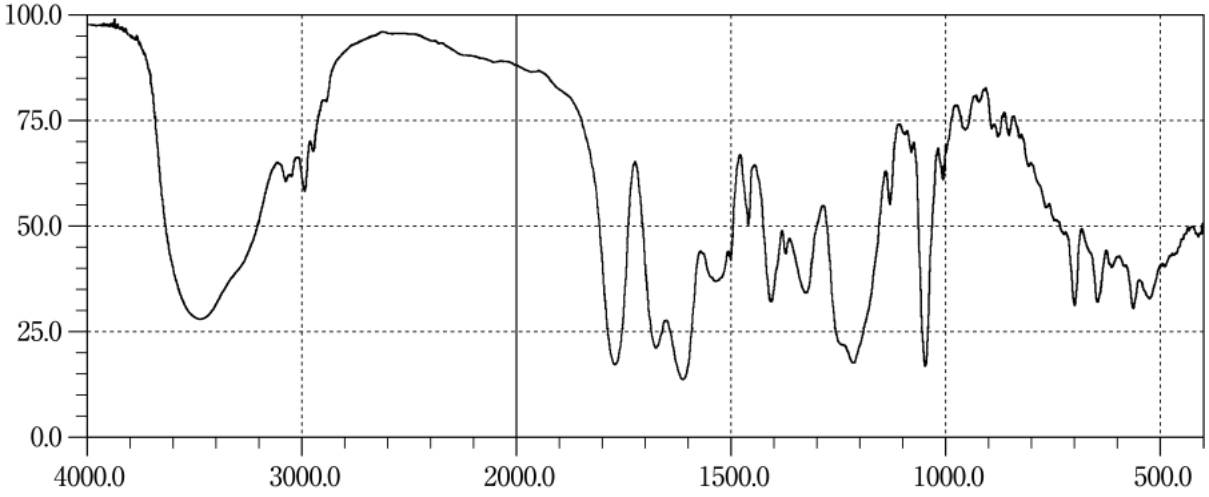
スルファメトキサゾール



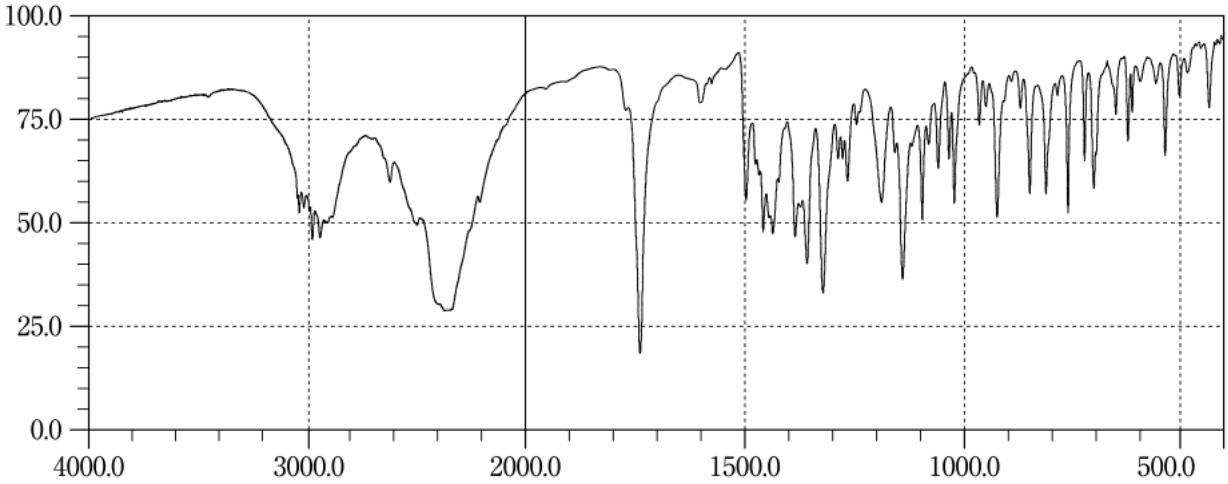
スルファモノメトキシン水和物



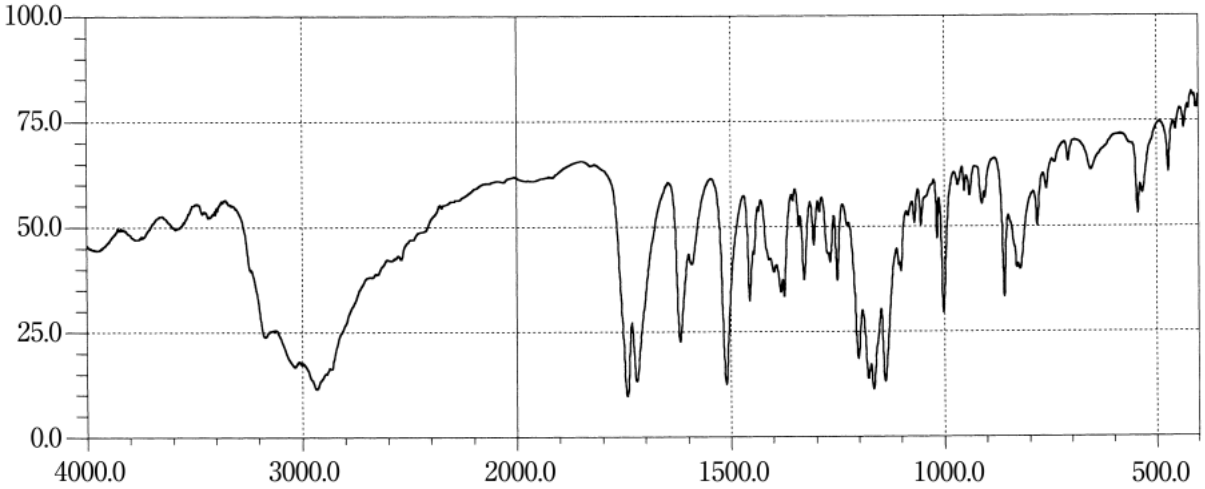
スルベニシリンナトリウム



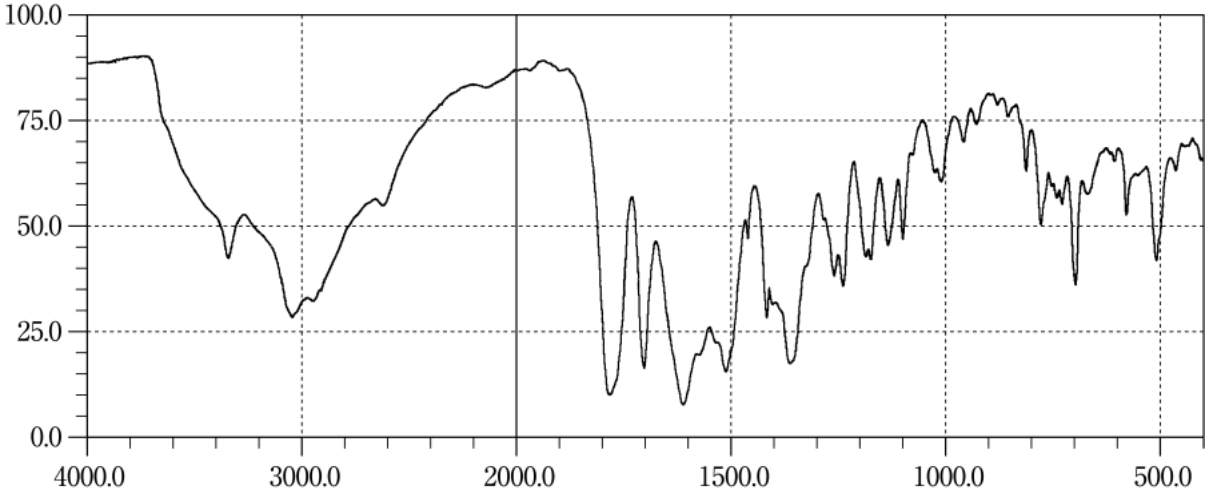
セチリジン塩酸塩



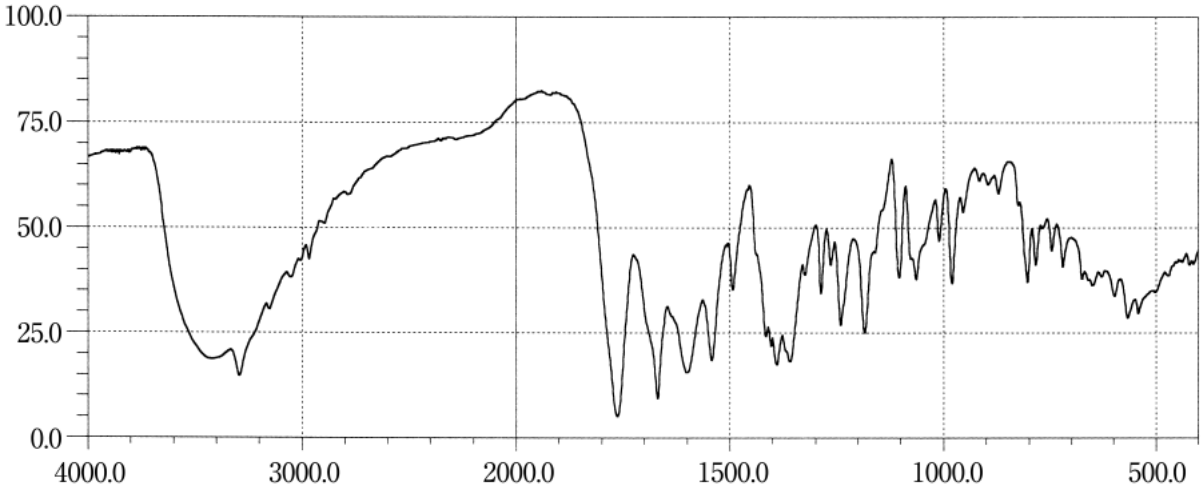
セトラキサート塩酸塩



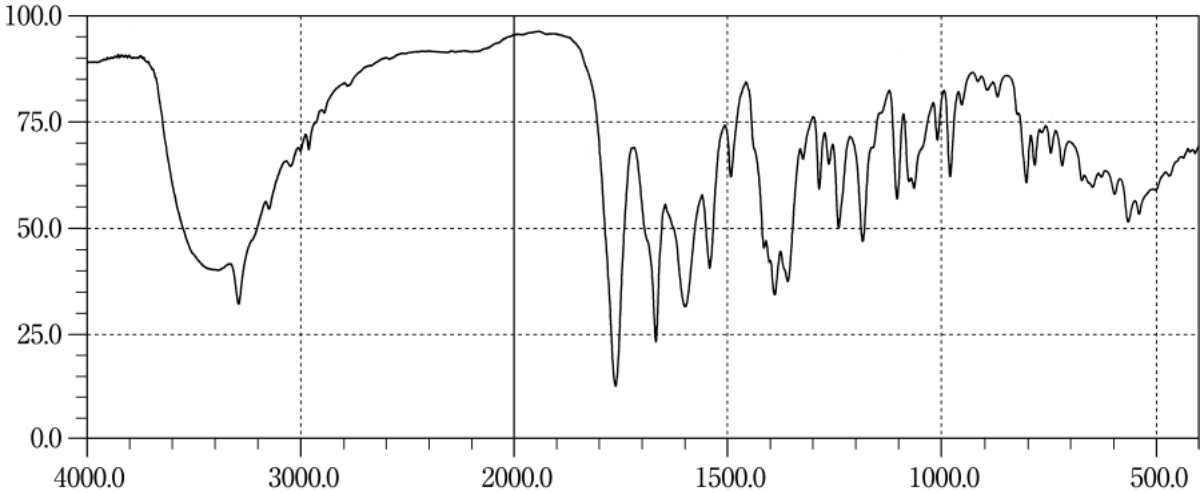
セファクロル



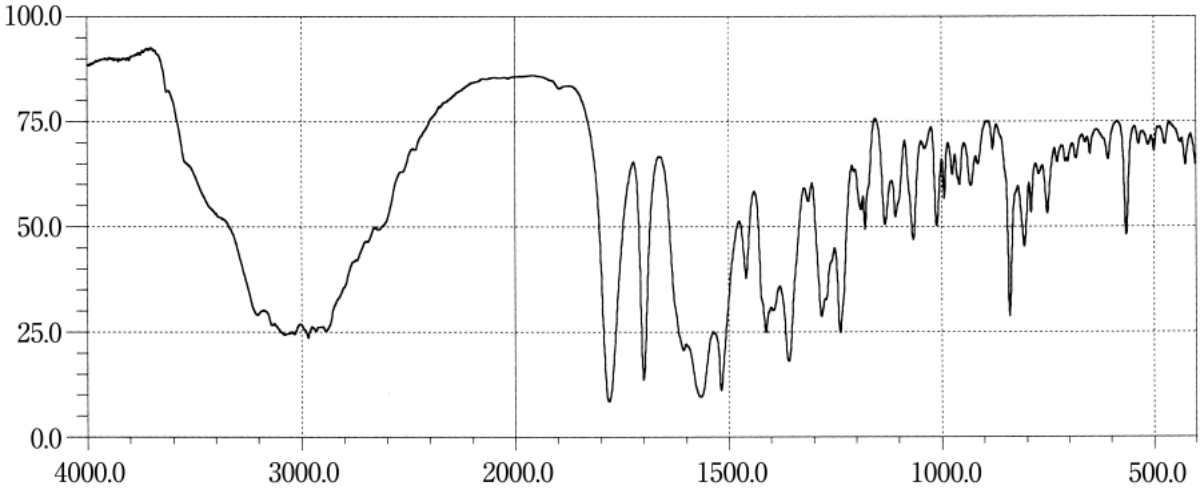
セファゾリンナトリウム



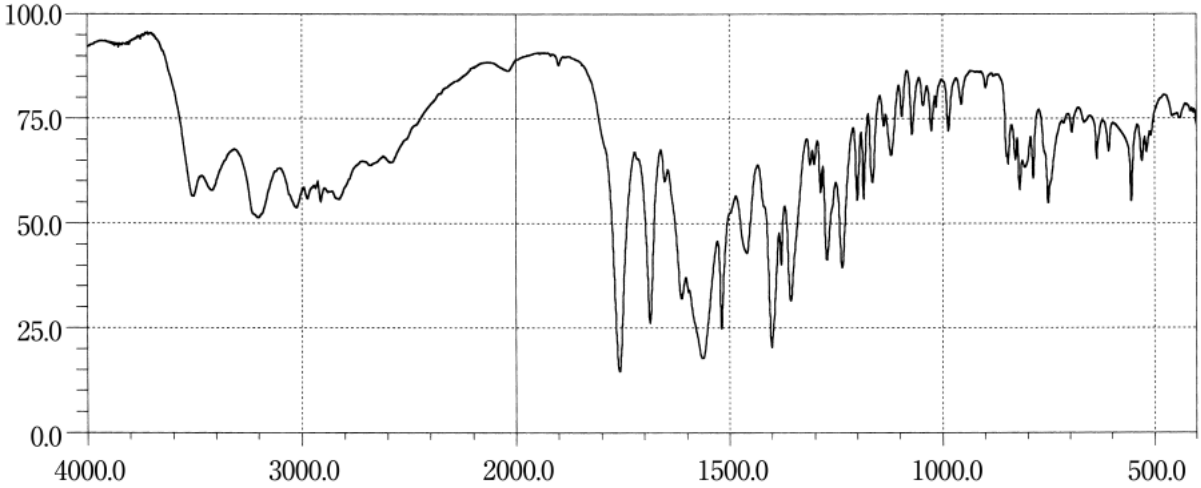
セファゾリンナトリウム水和物



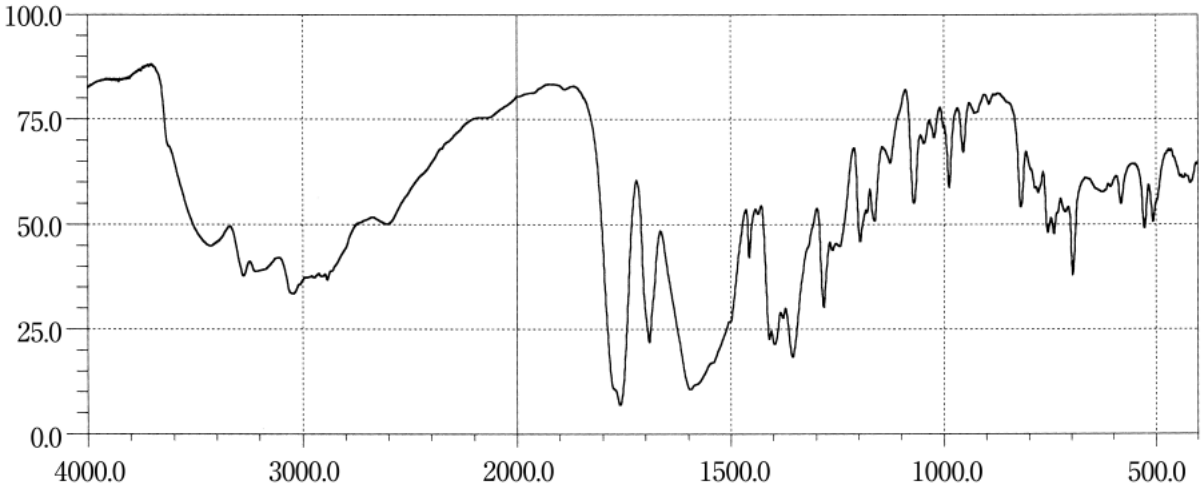
セファトリジンプロピレングリコール



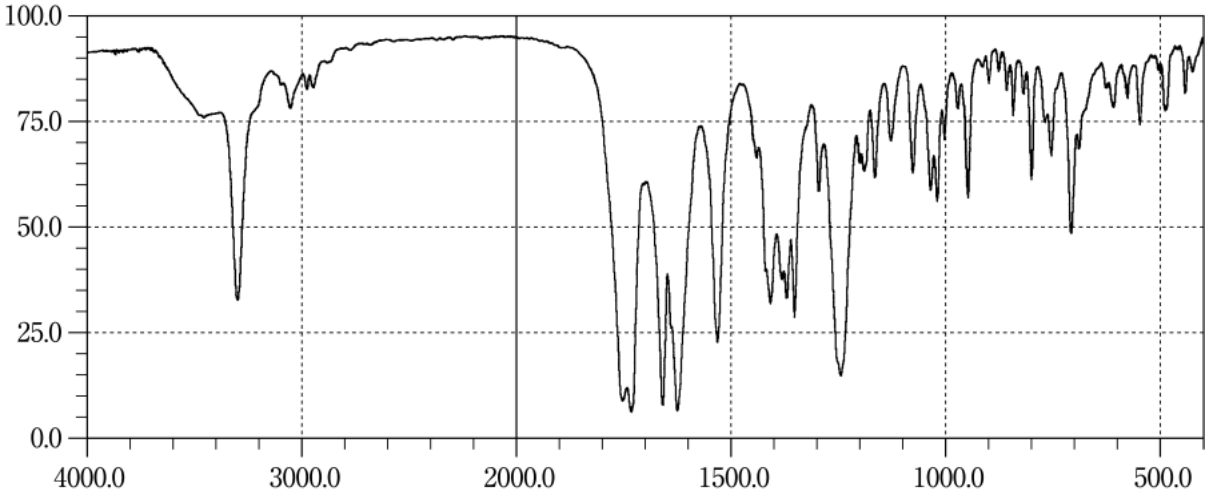
セファドロキシル



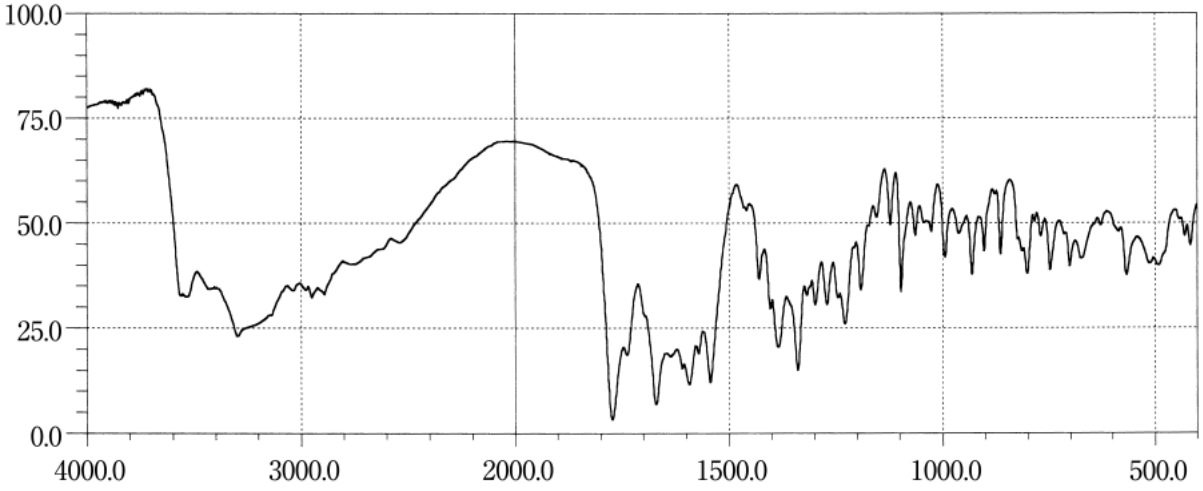
セファレキシン



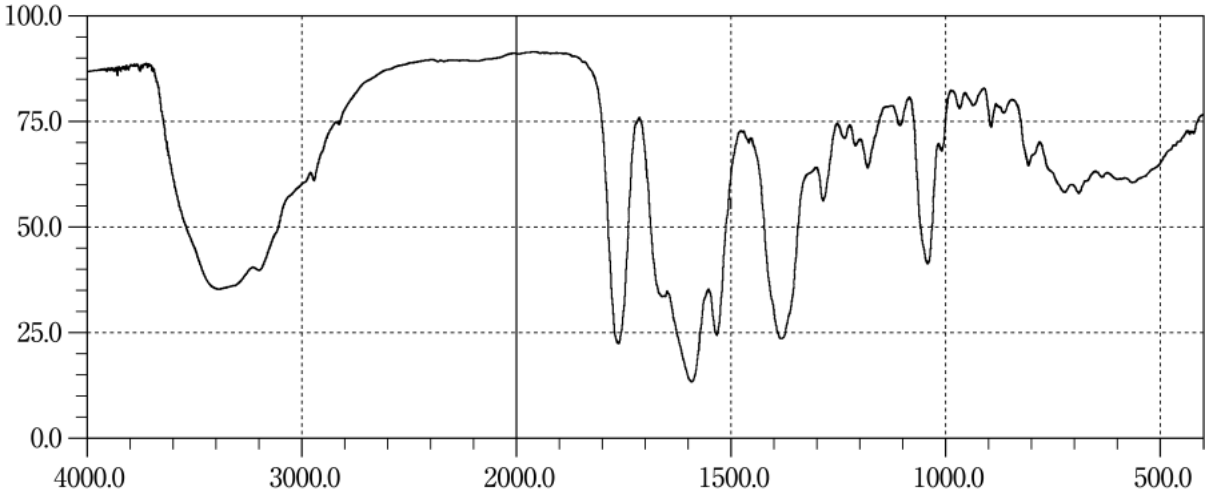
セファロチンナトリウム



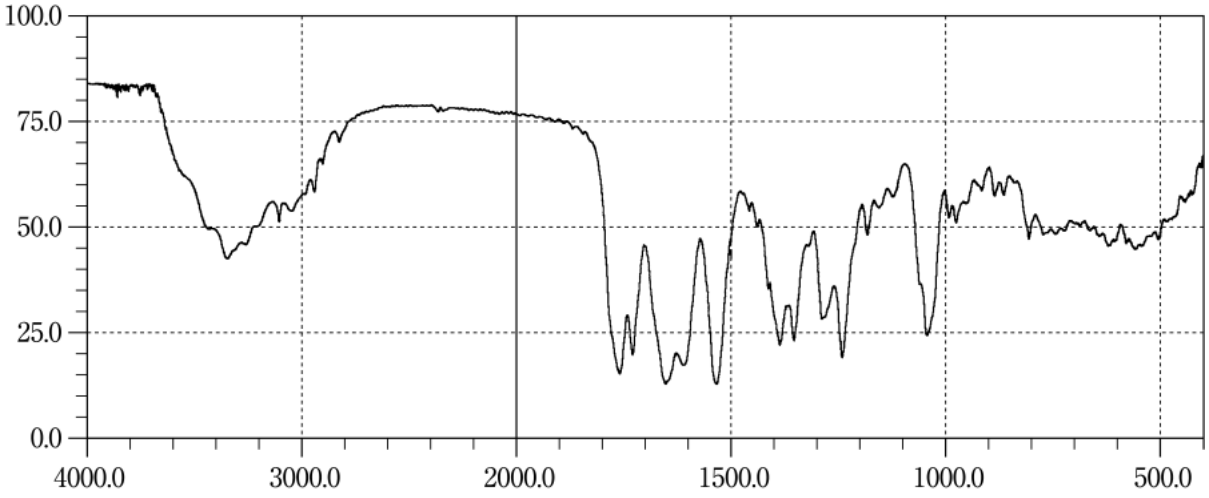
セフィキシム水和物



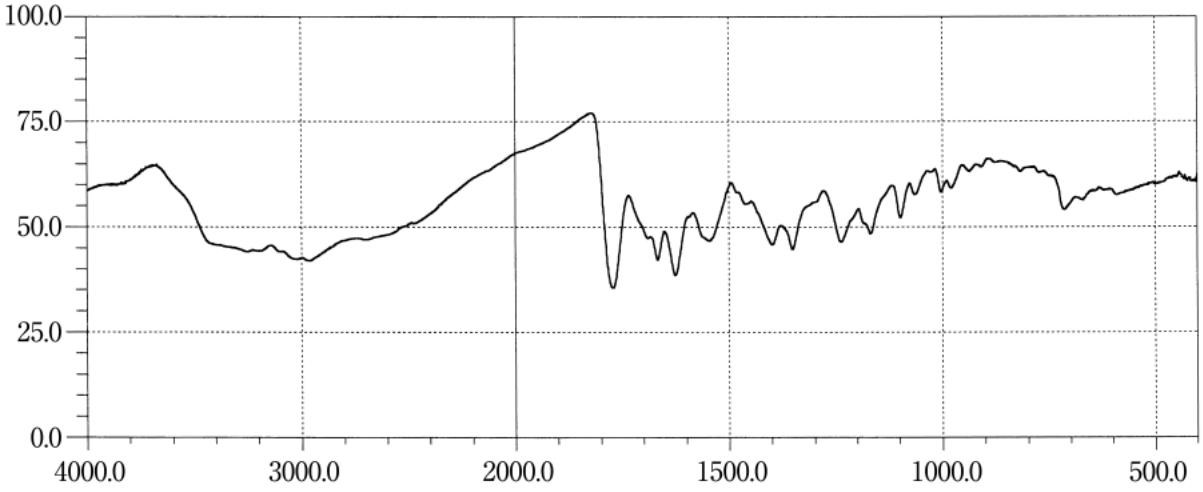
セフォジジムナトリウム



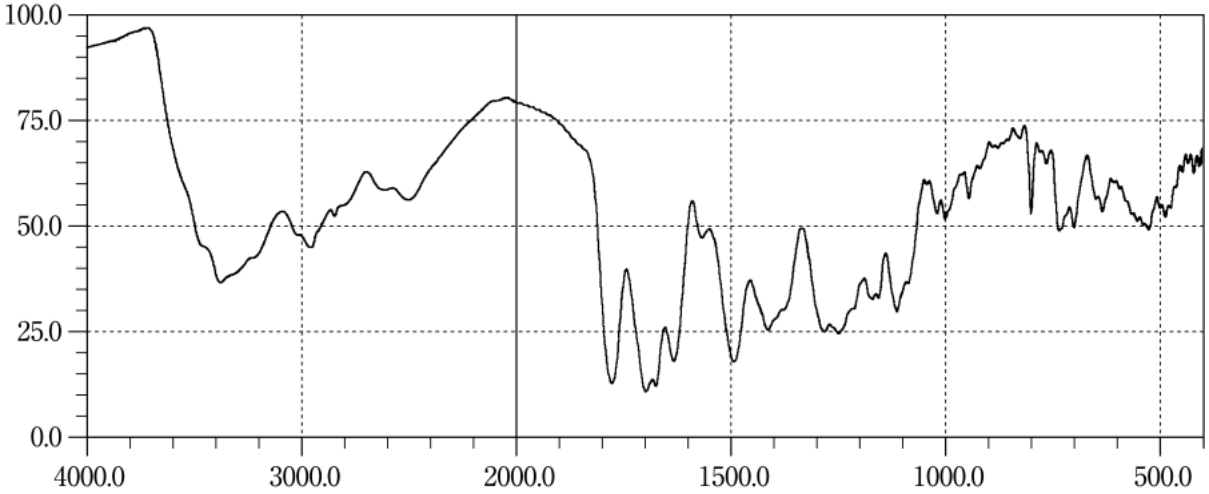
セフォタキシムナトリウム



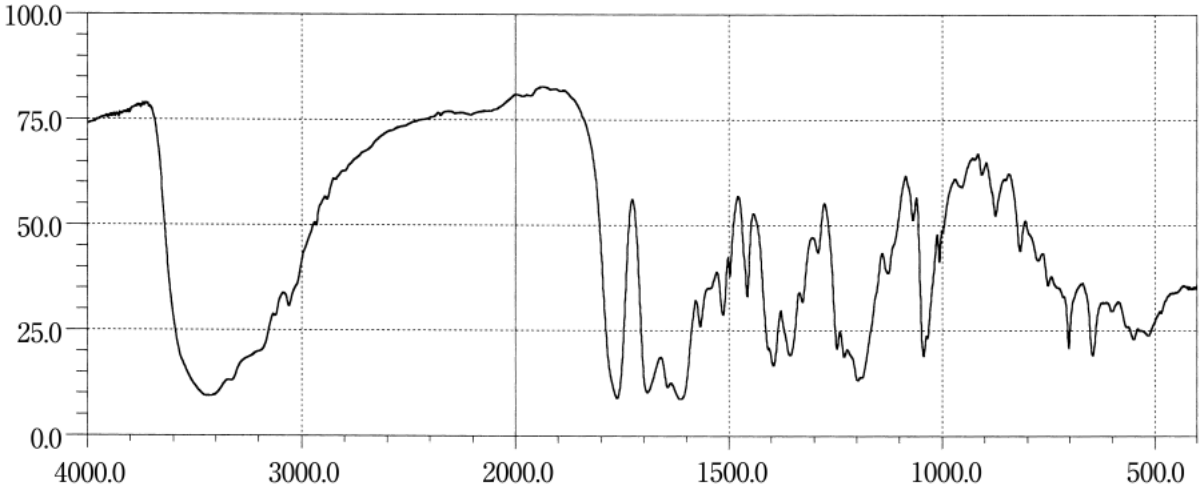
セフォチアム塩酸塩



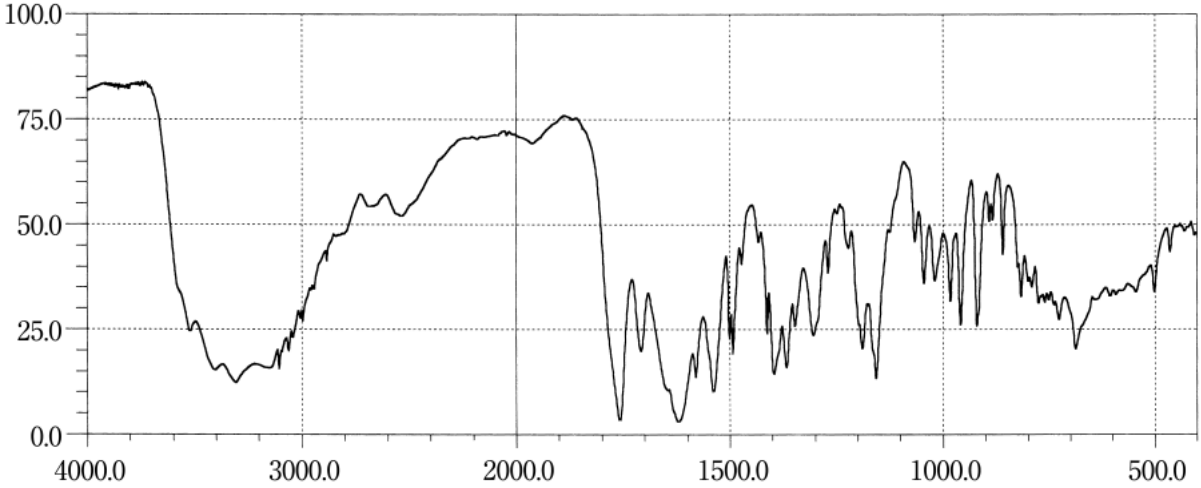
セフォテタン



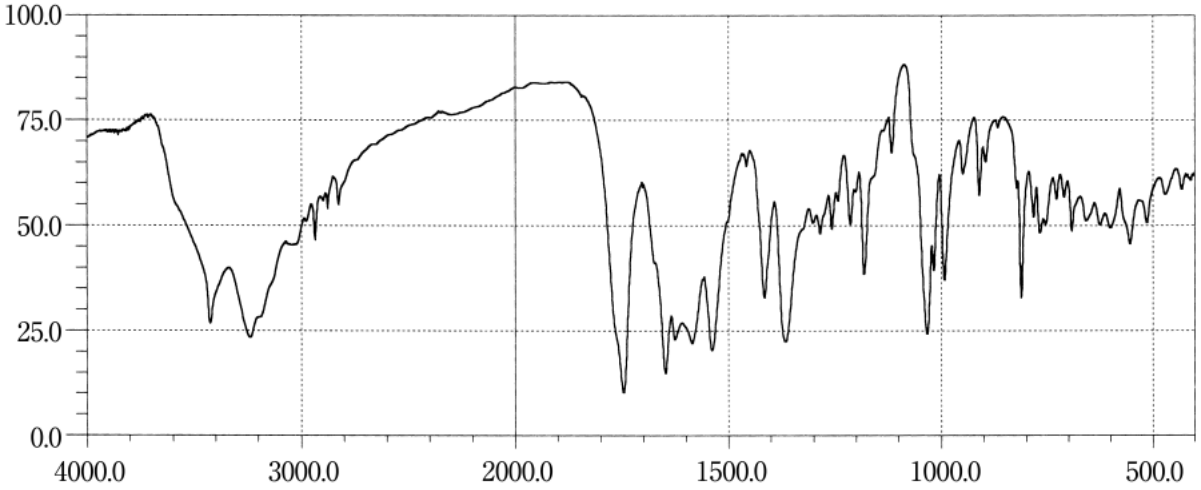
セフスロジンナトリウム



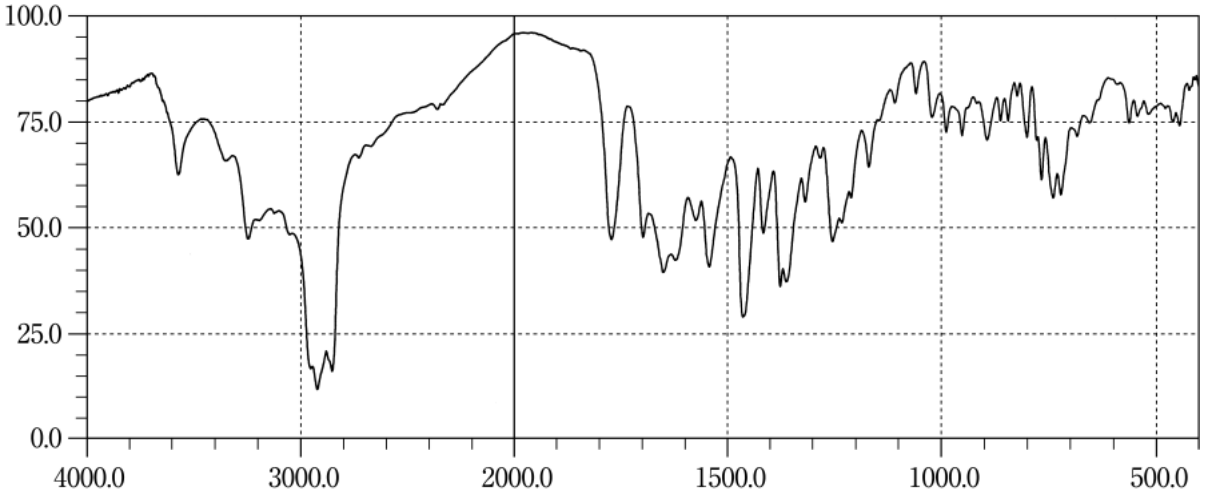
セフタジジム水和物



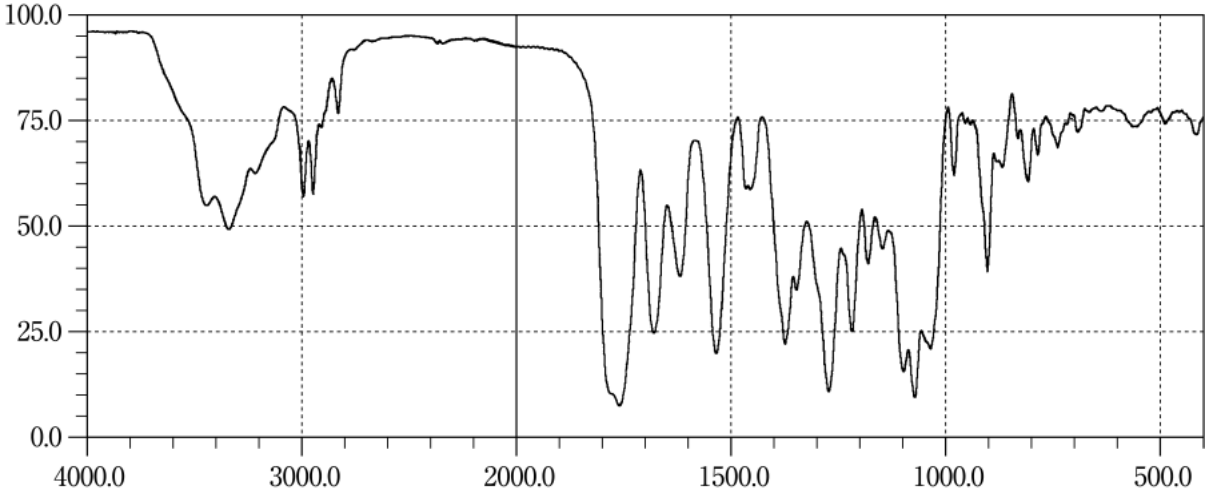
セフチゾキシムナトリウム



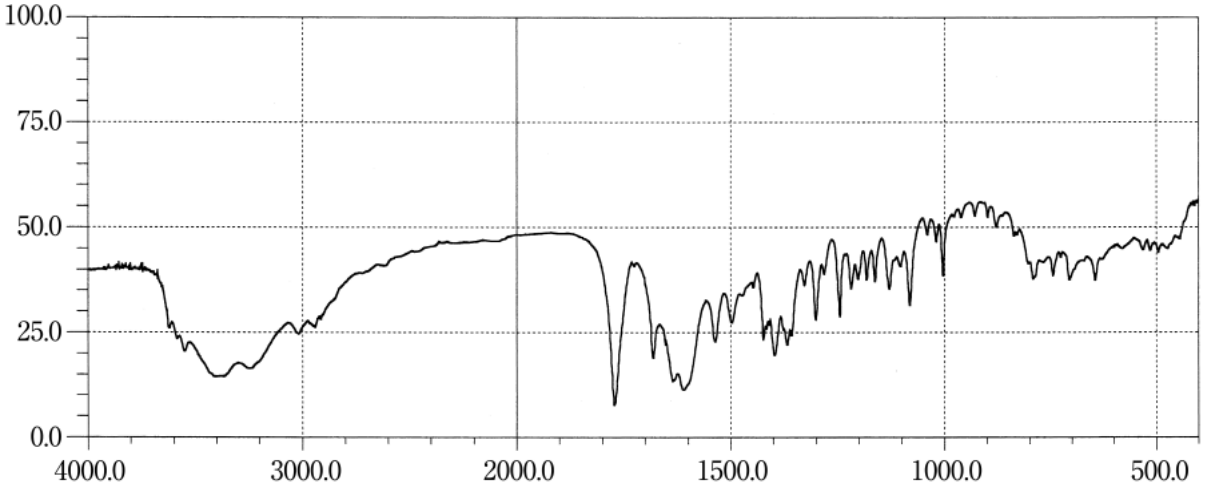
セフチブテン水和物



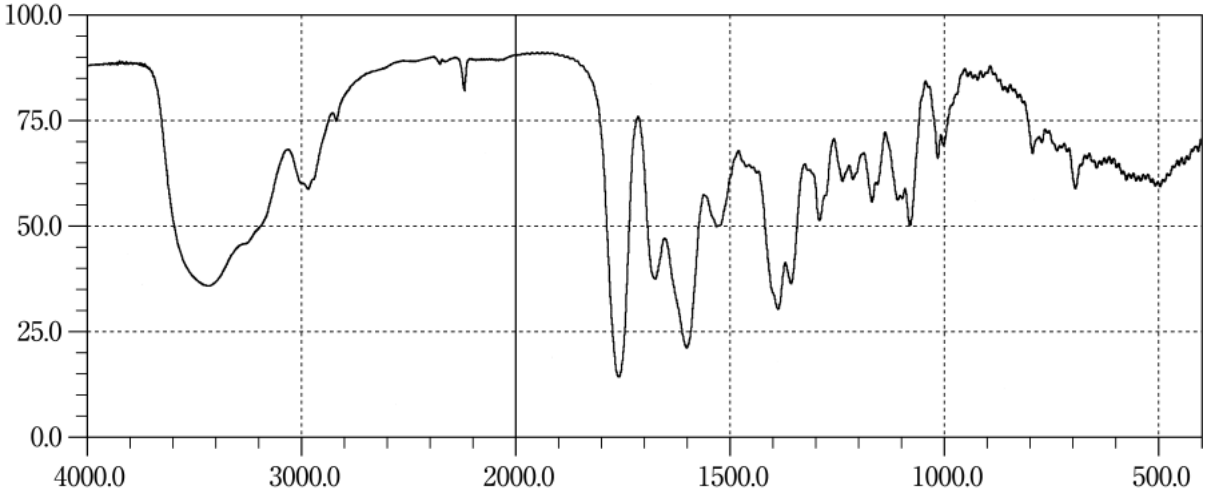
セフポドキシム　プロキセチル



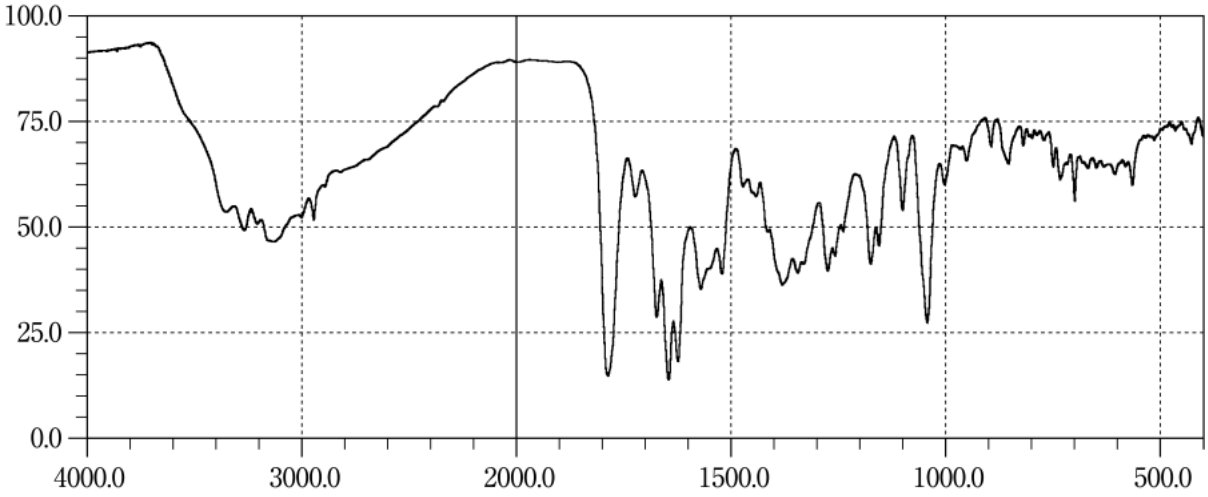
セフミノクスナトリウム水和物



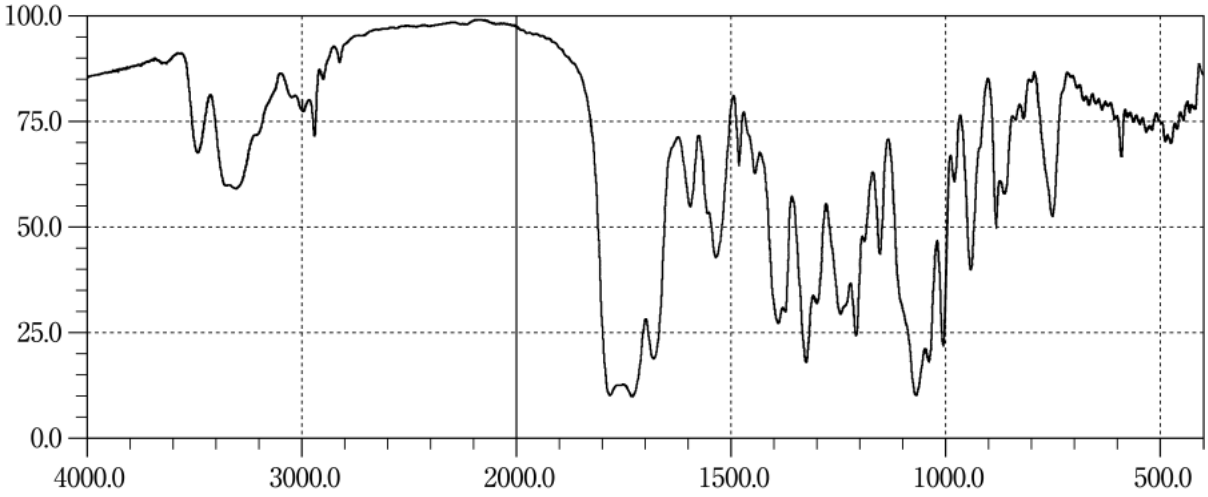
セフメタゾールナトリウム



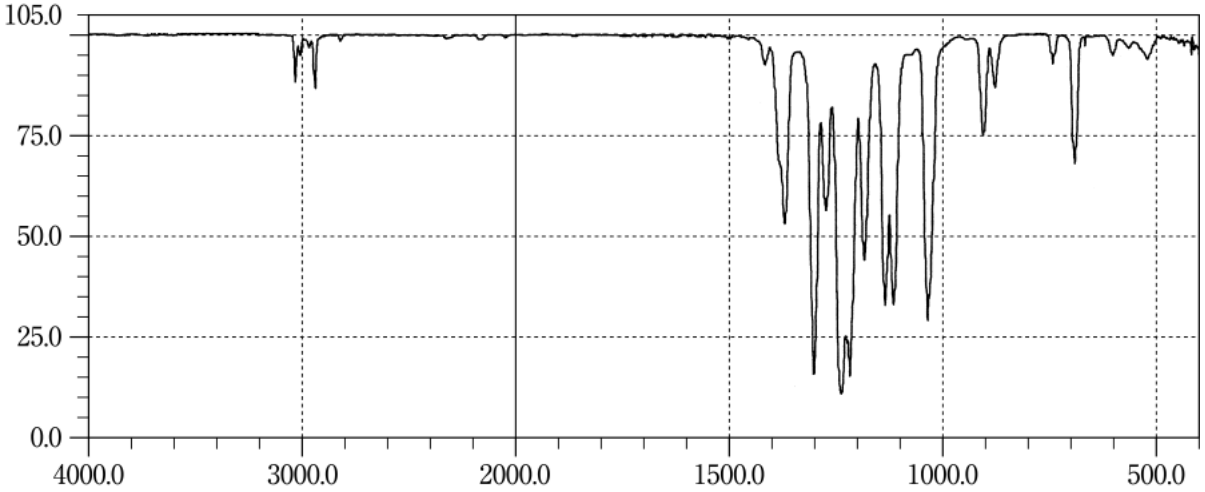
セフメノキシム塩酸塩



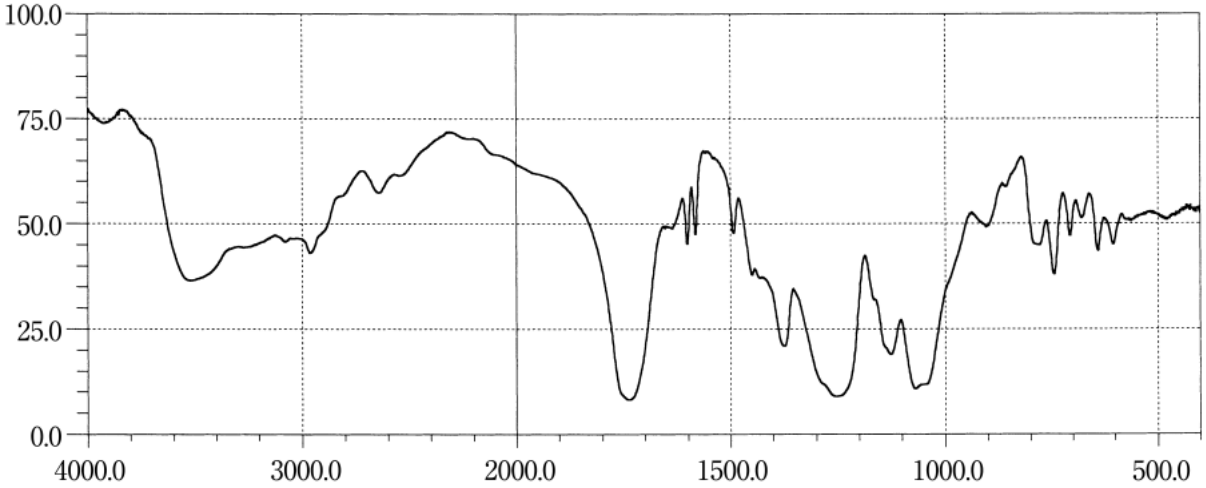
セフロキシム　アキセチル



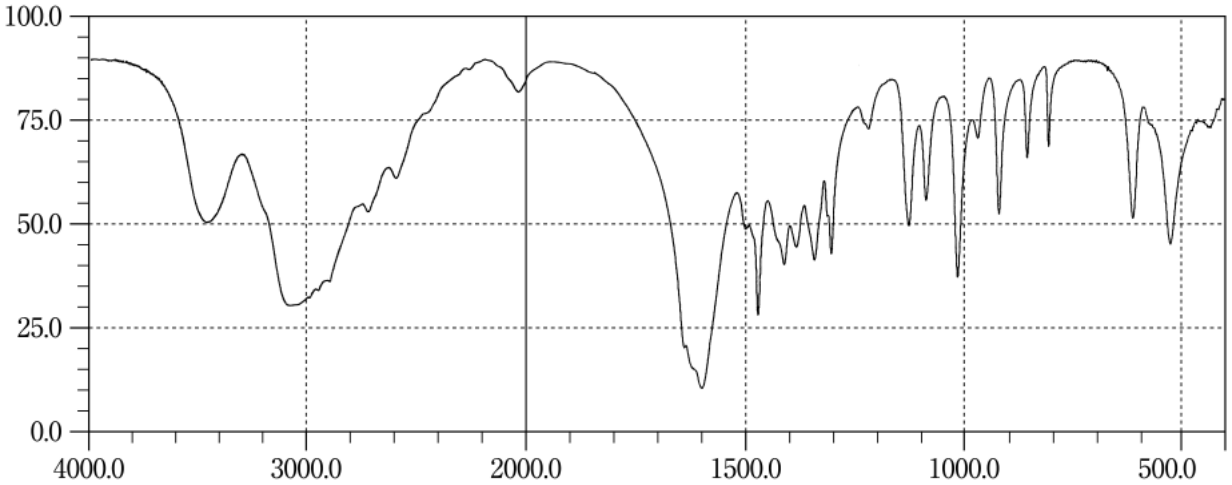
セボフルラン



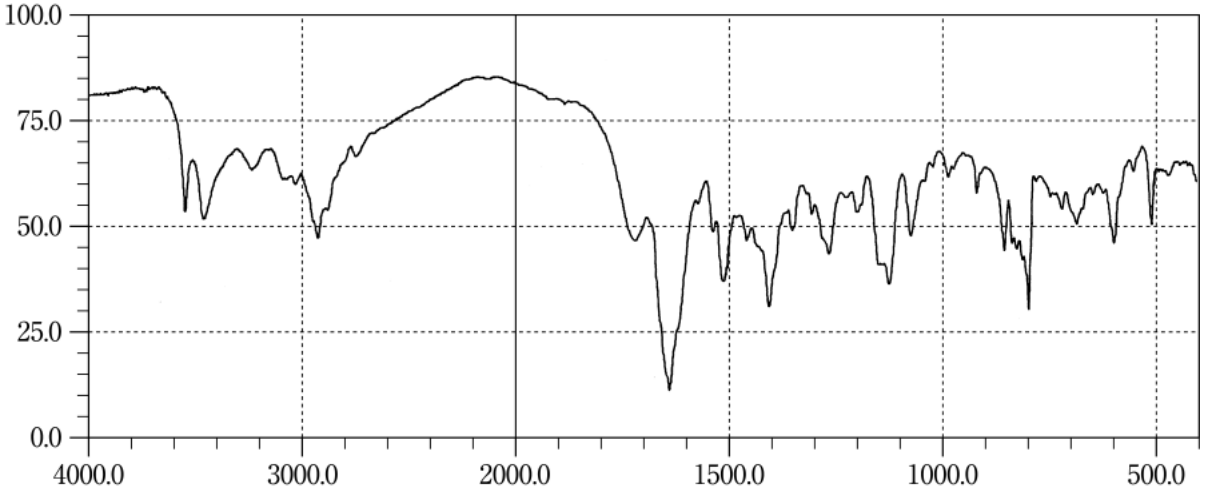
セラセフェート



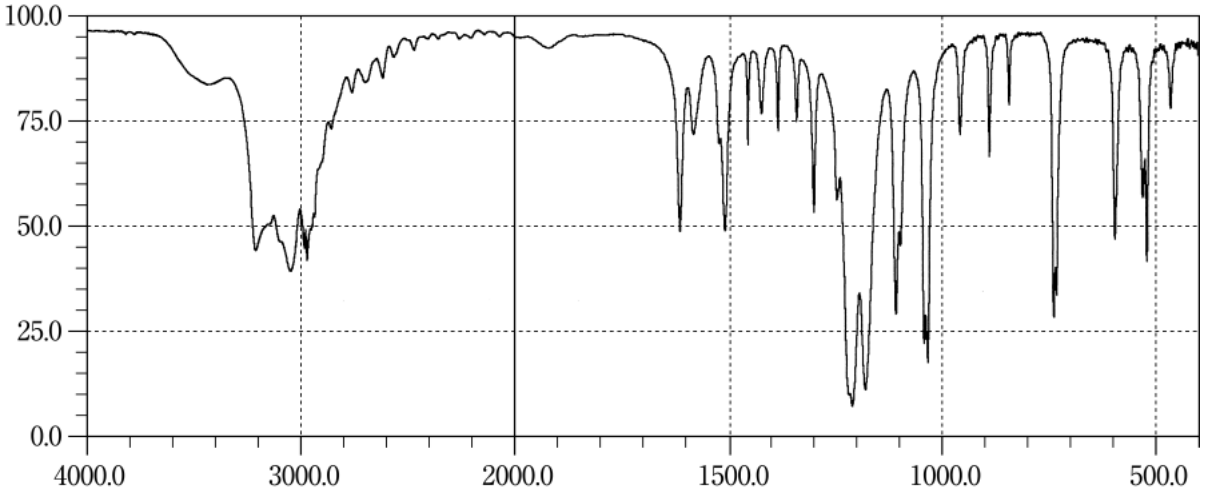
L－セリン



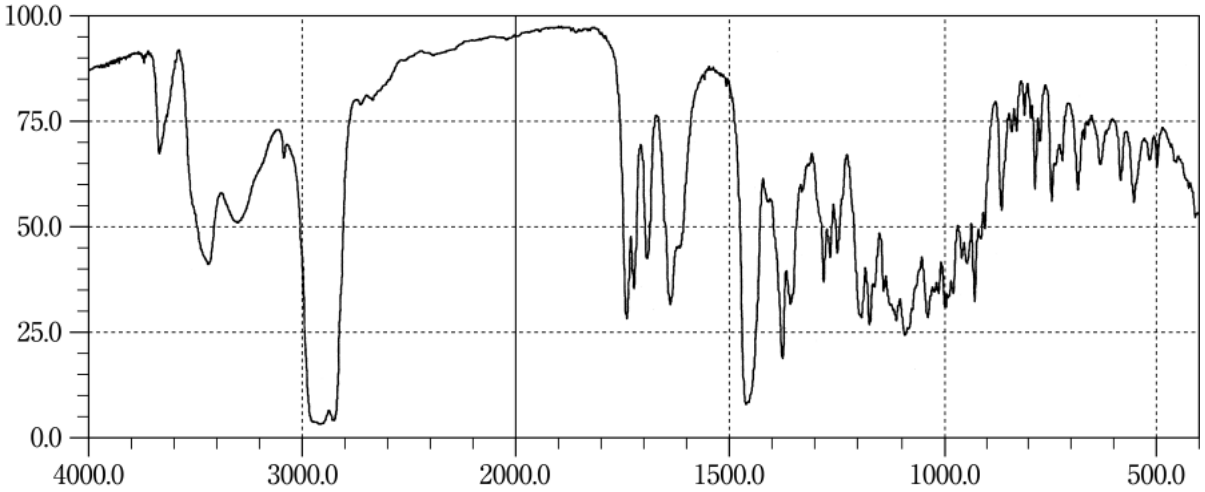
ゾルピデム酒石酸塩



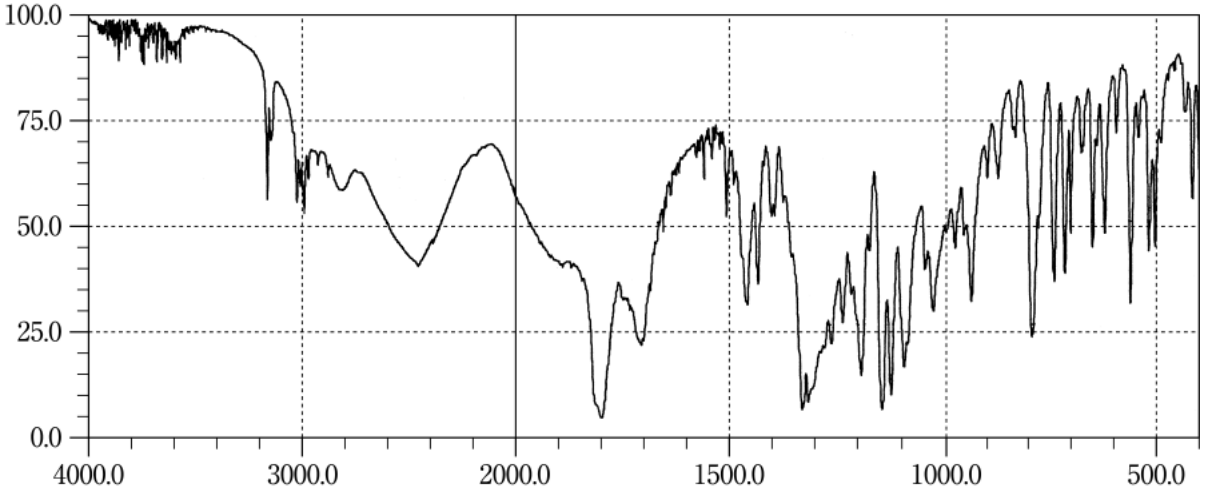
タウリン



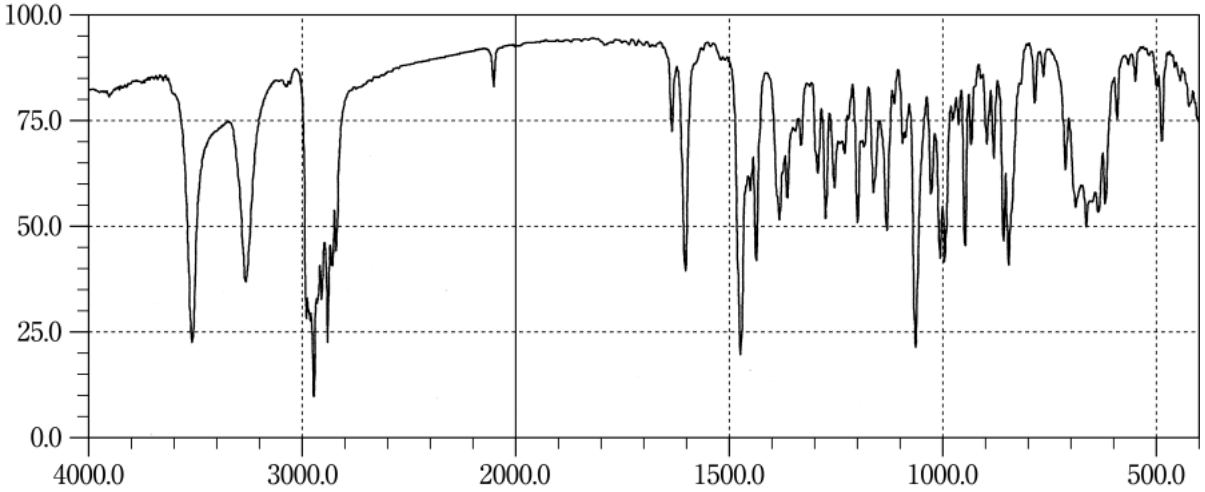
タクロリムス水和物



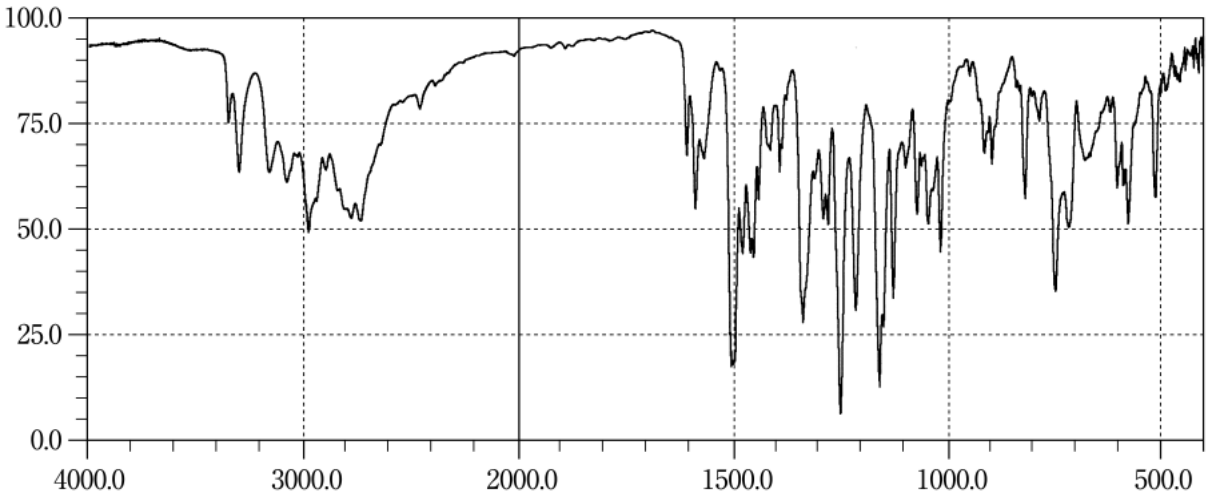
タゾバクタム



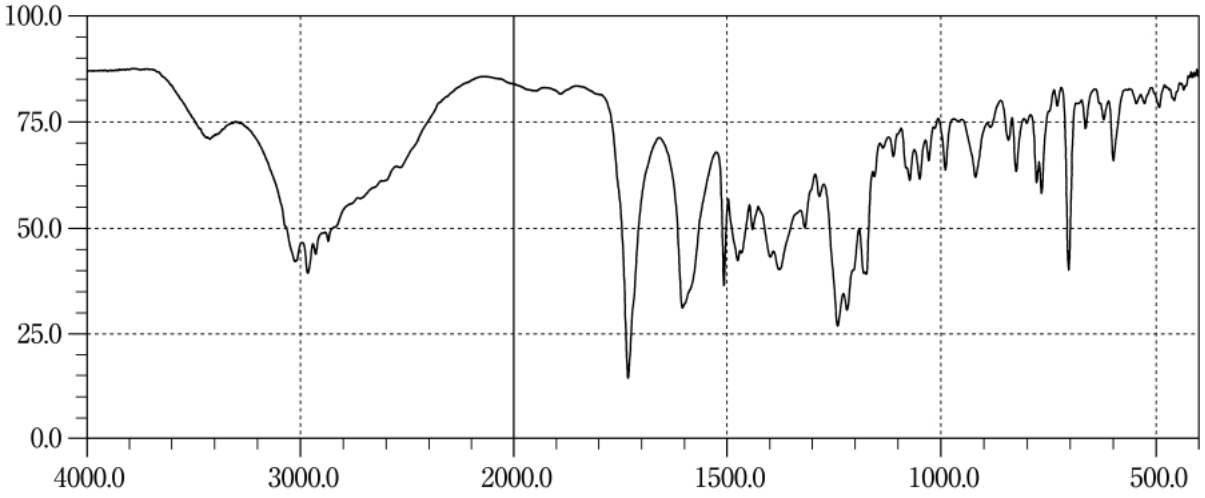
ダナゾール



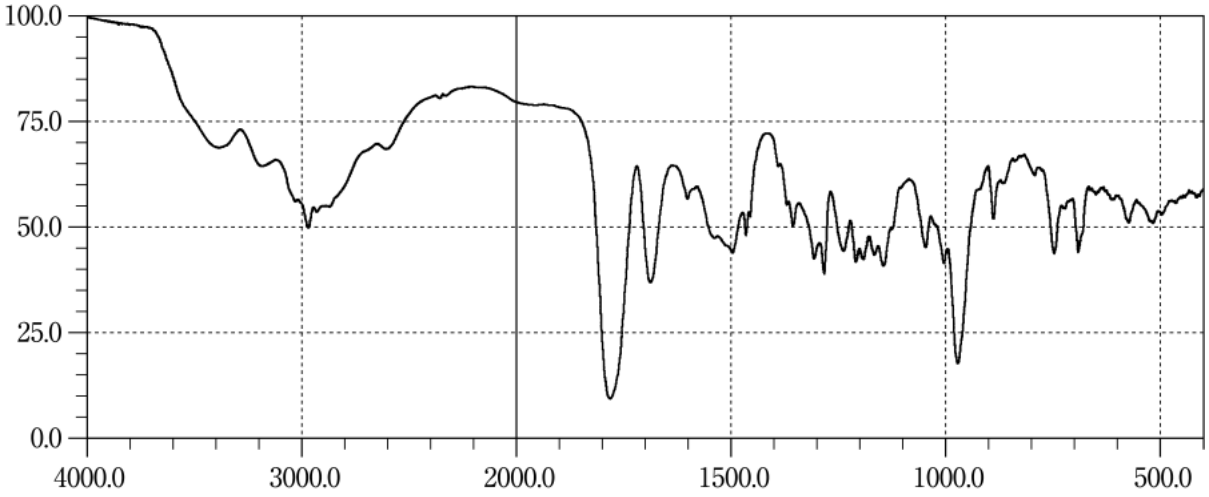
タムスロシン塩酸塩



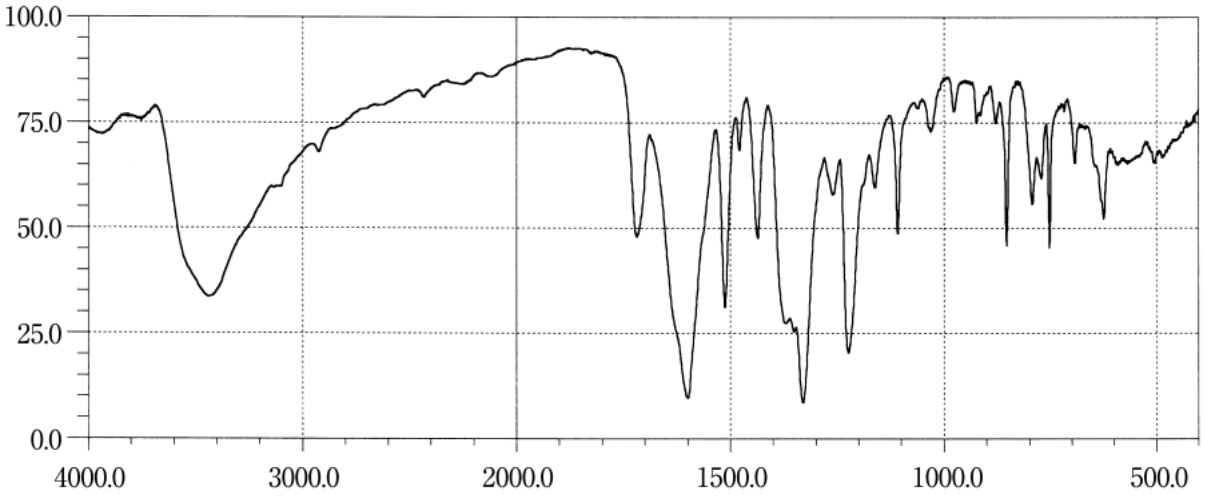
タモキシフェンクエン酸塩



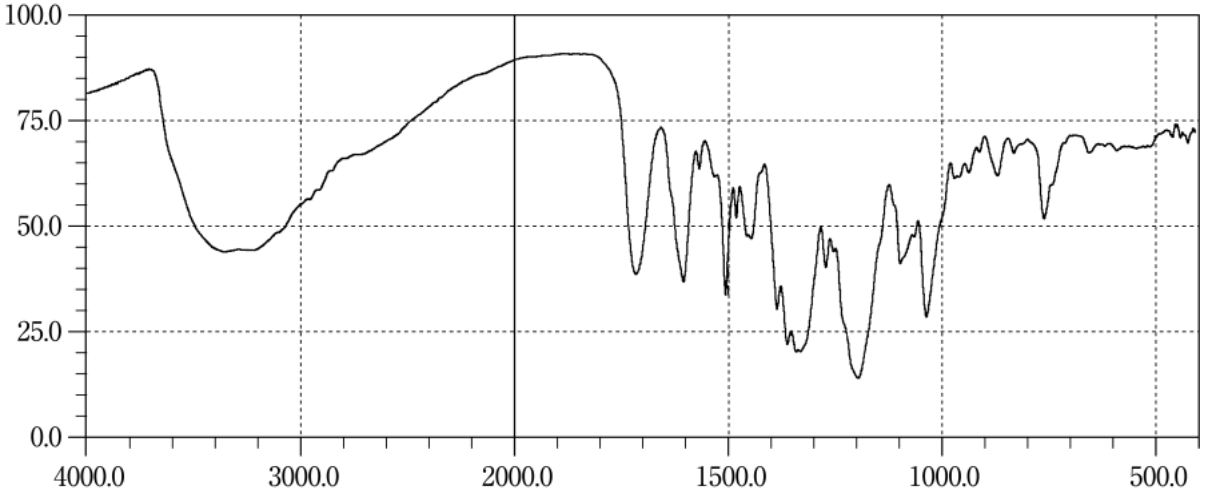
タランピシリン塩酸塩



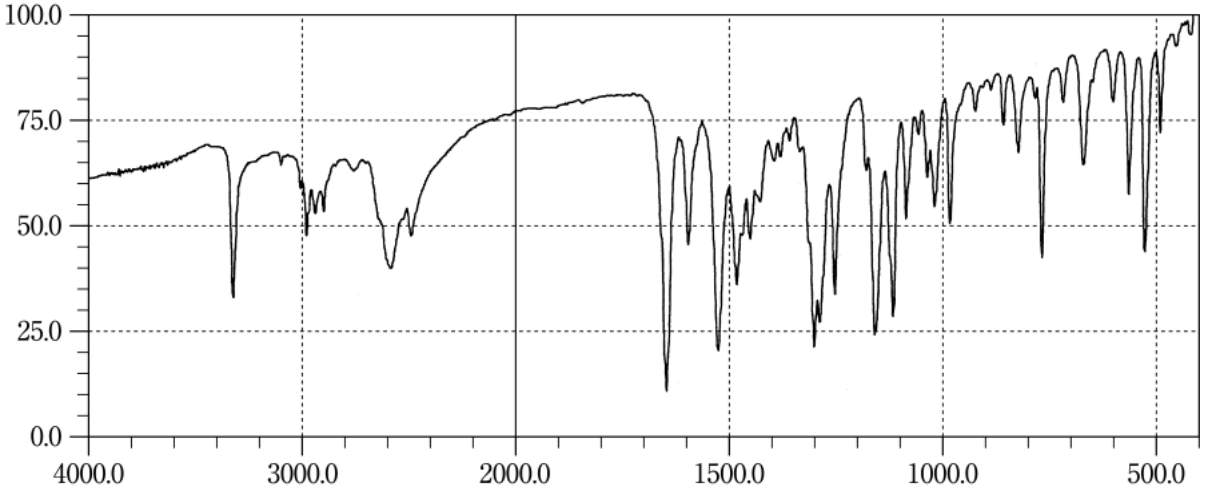
ダントロレンナトリウム水和物



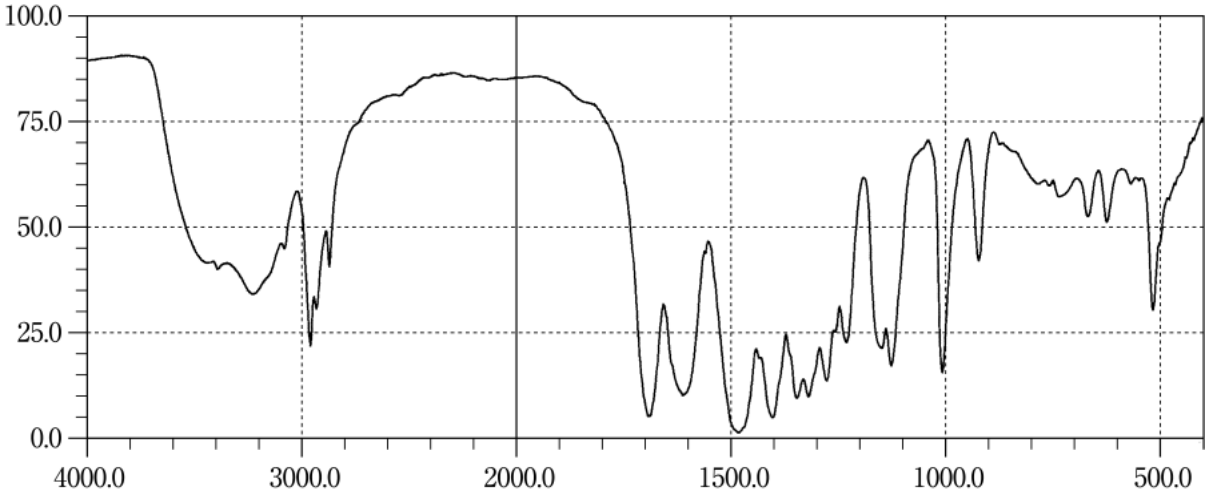
タンニン酸ベルベリン



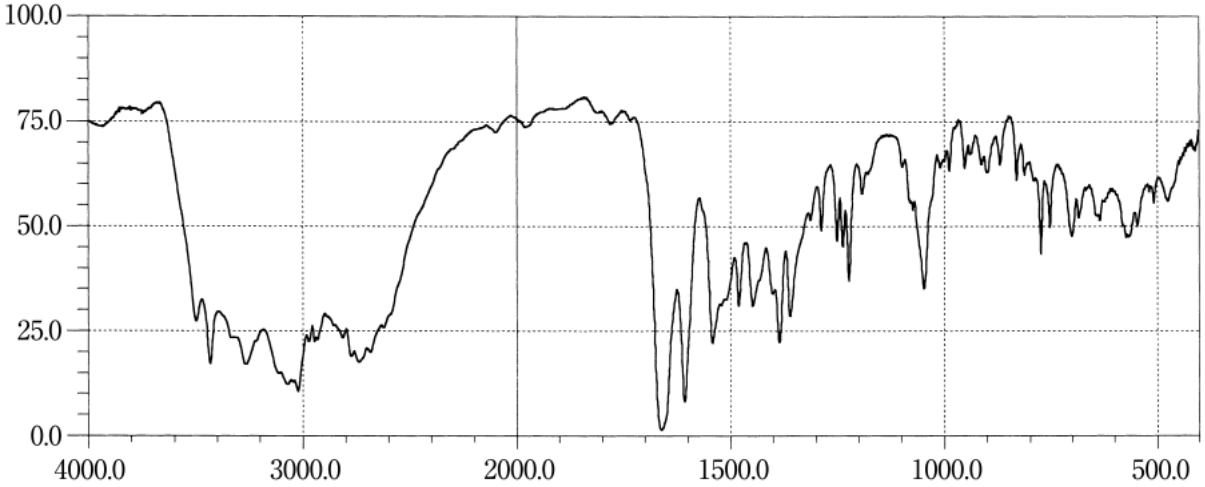
チアプリド塩酸塩



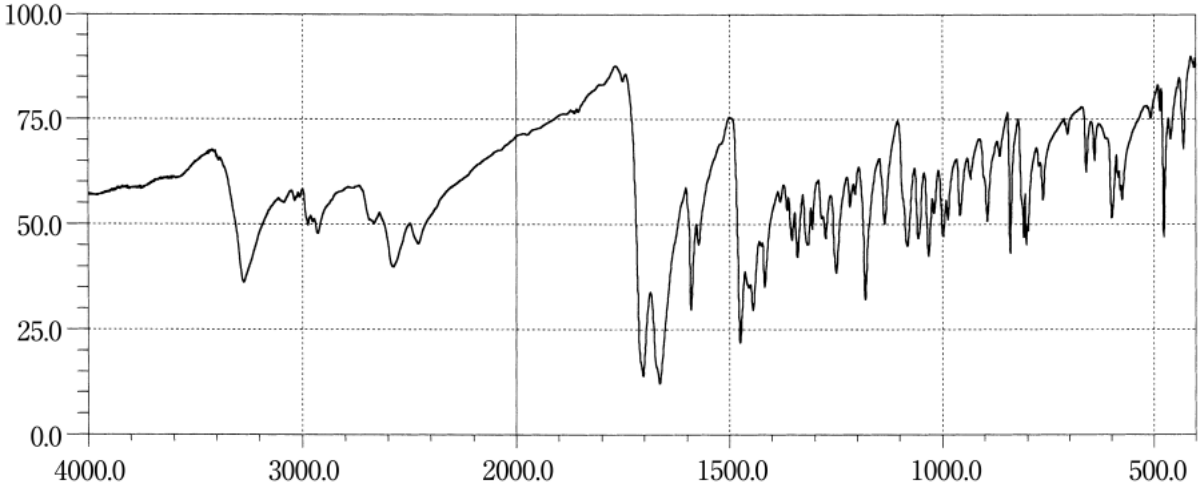
チアミラールナトリウム



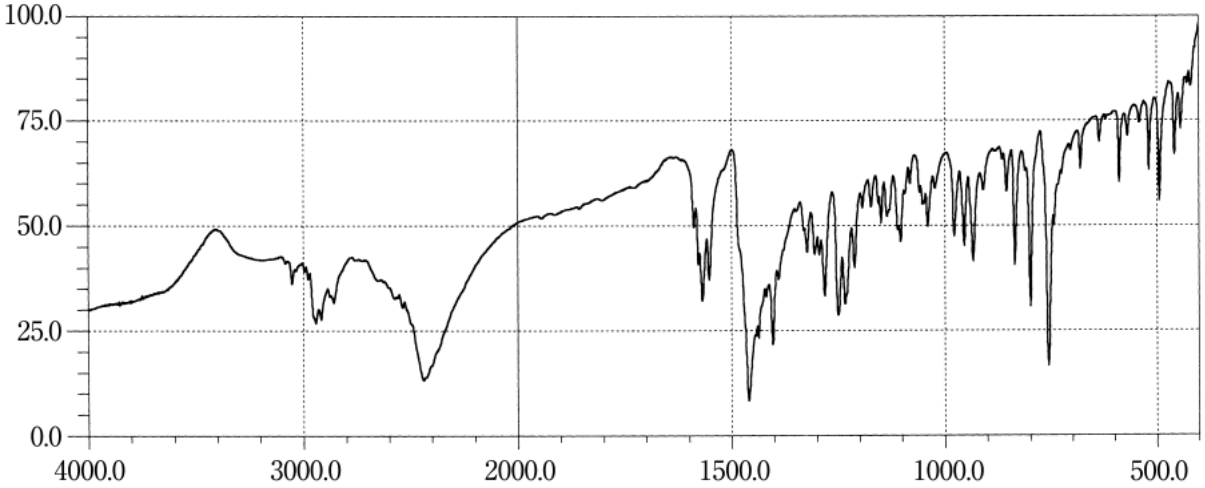
チアミン塩化物塩酸塩



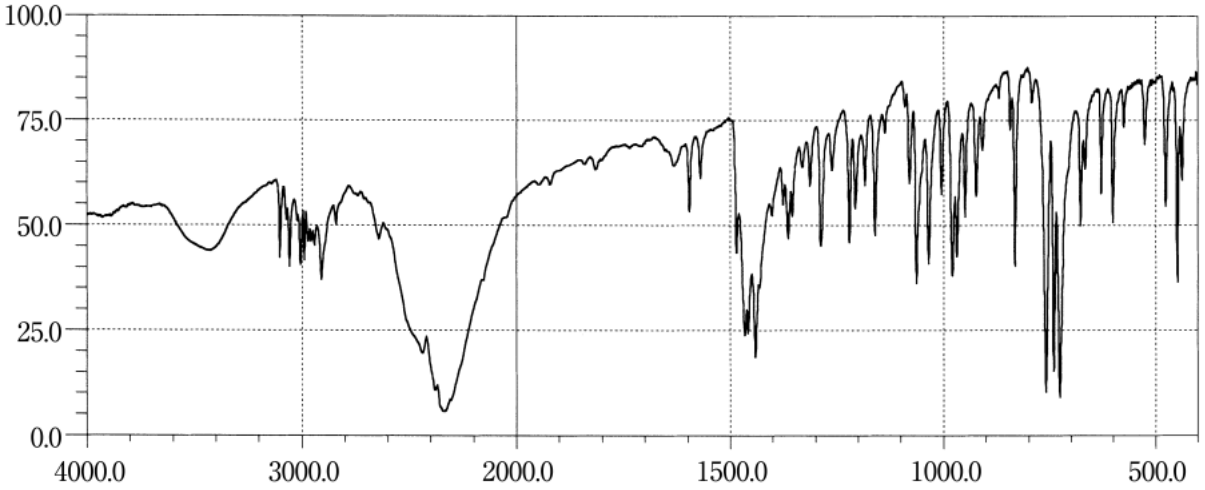
チアラミド塩酸塩



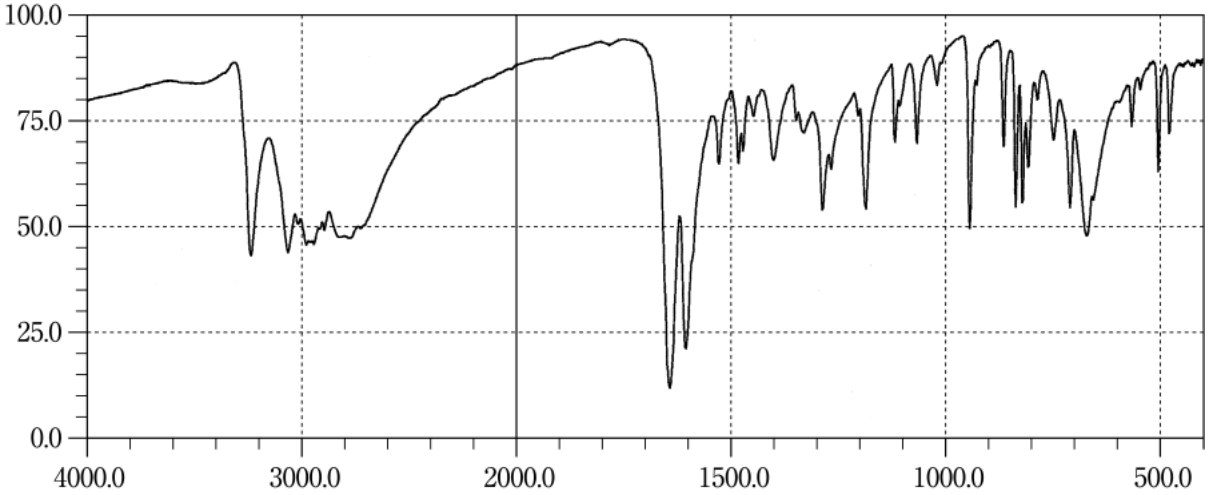
チオリダジン塩酸塩



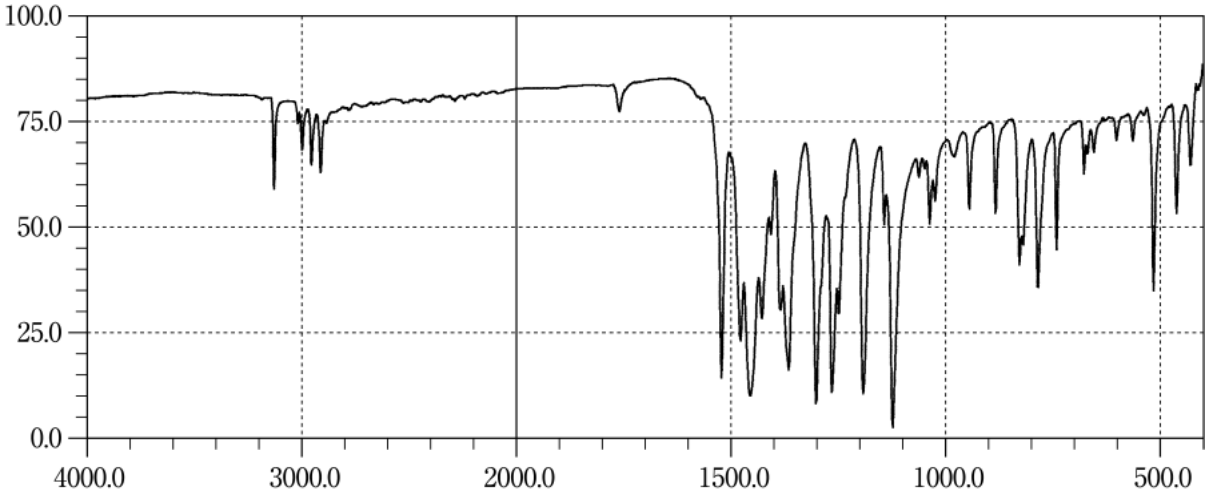
チクロピジン塩酸塩



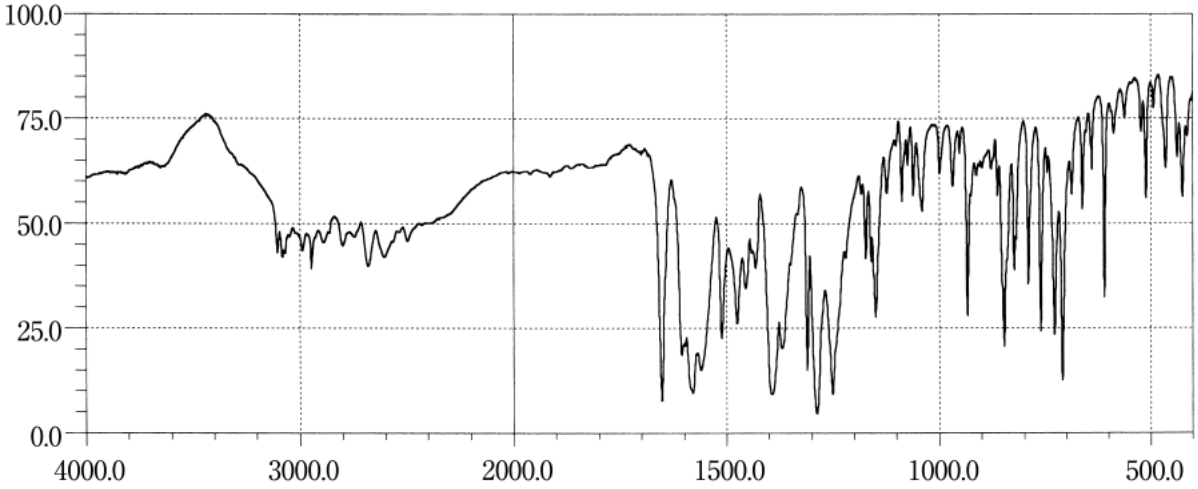
チザニジン塩酸塩



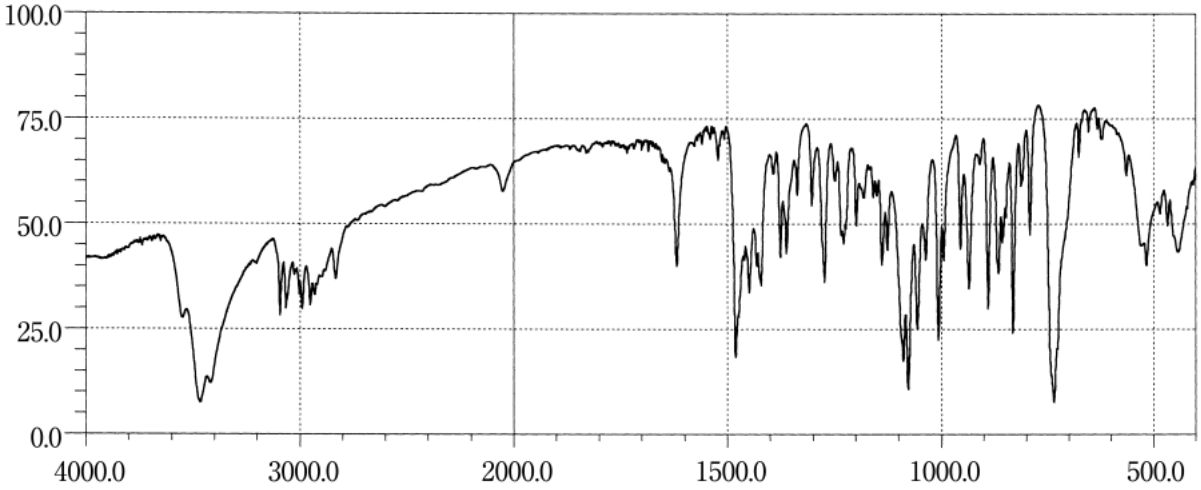
チニダゾール



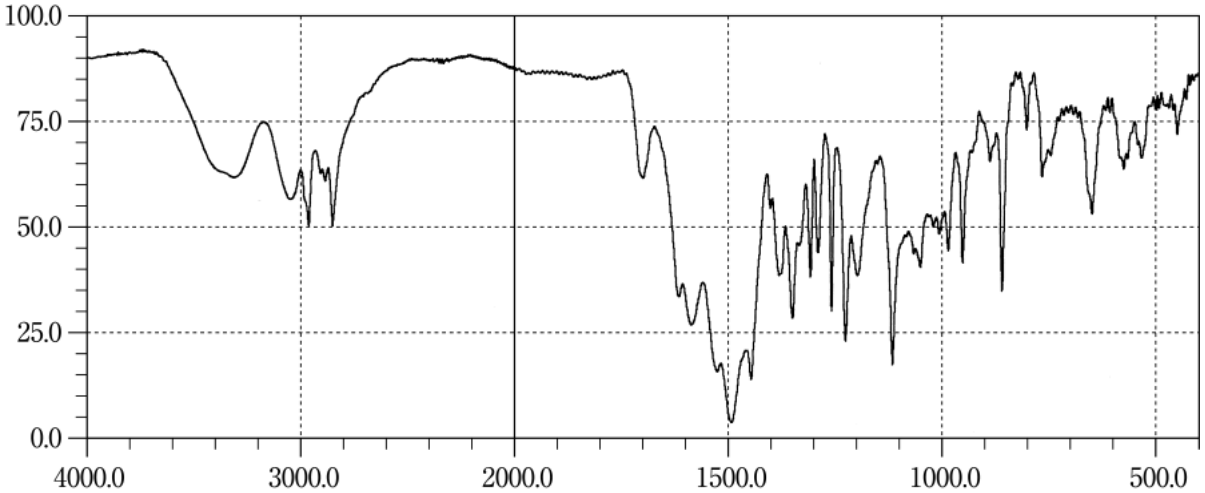
チペピジンヒベンズ酸塩



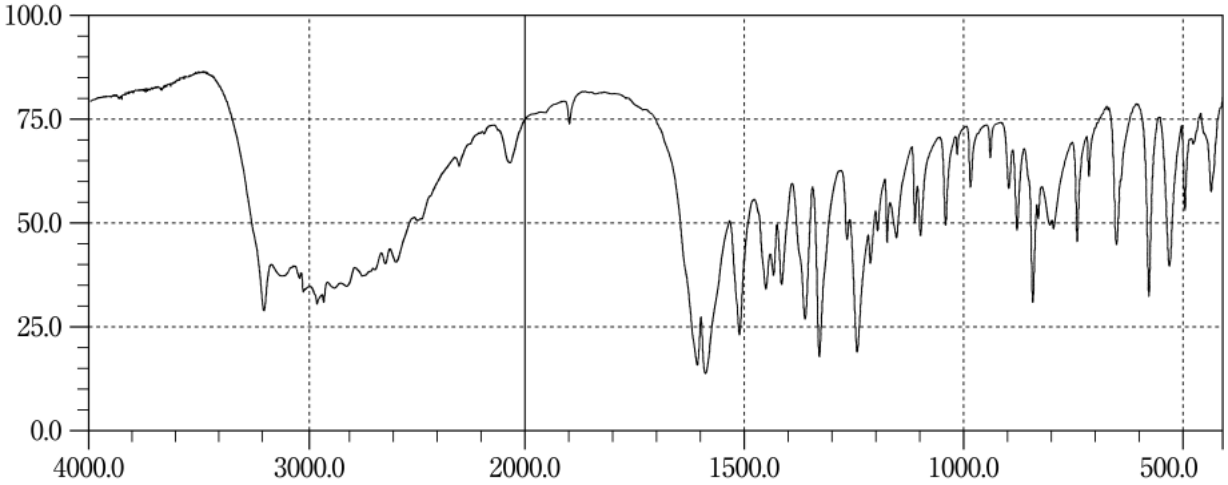
チメピジウム臭化物水和物



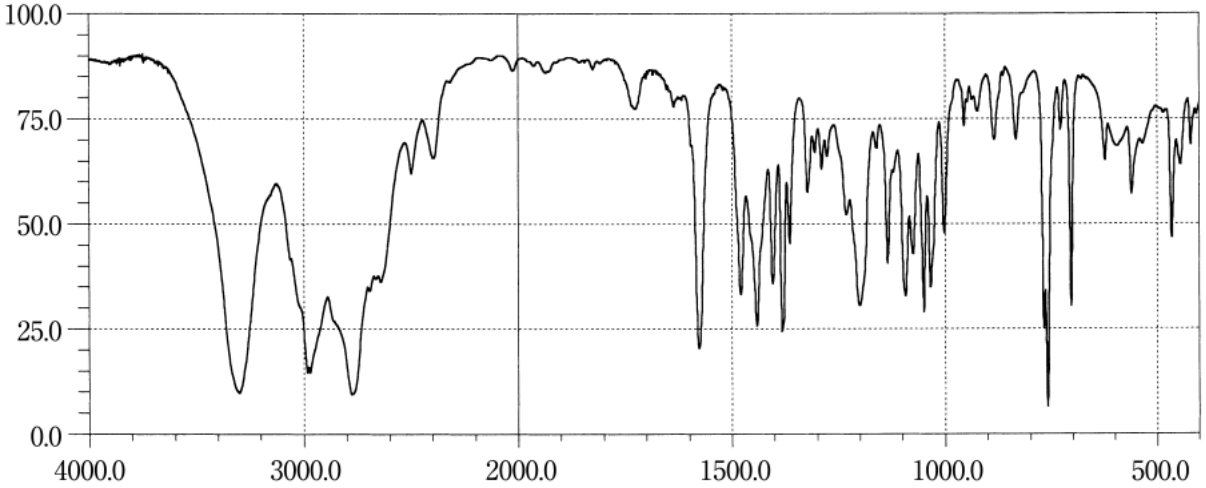
チモロールマレイン酸塩



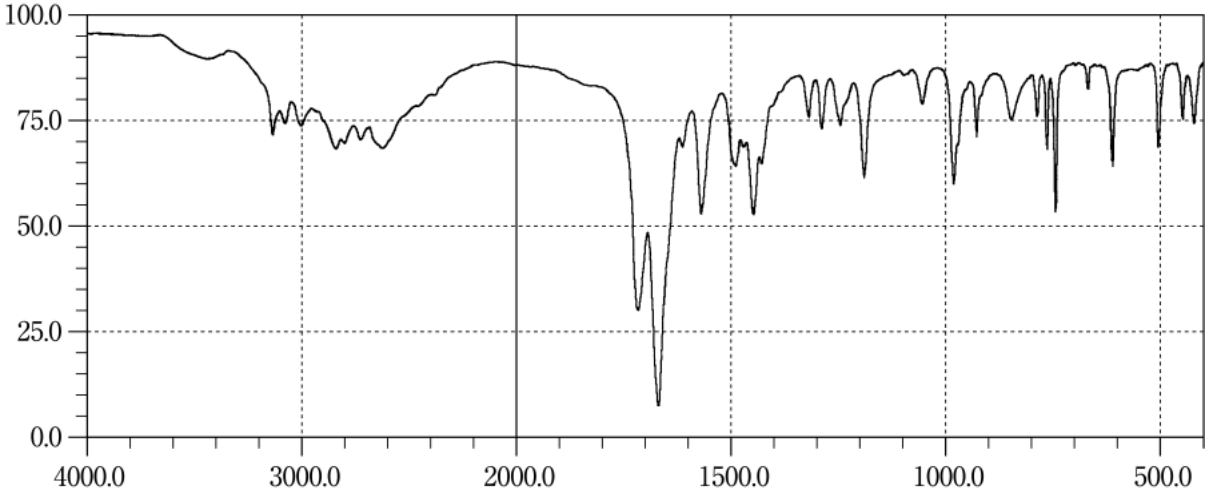
L－チロシン



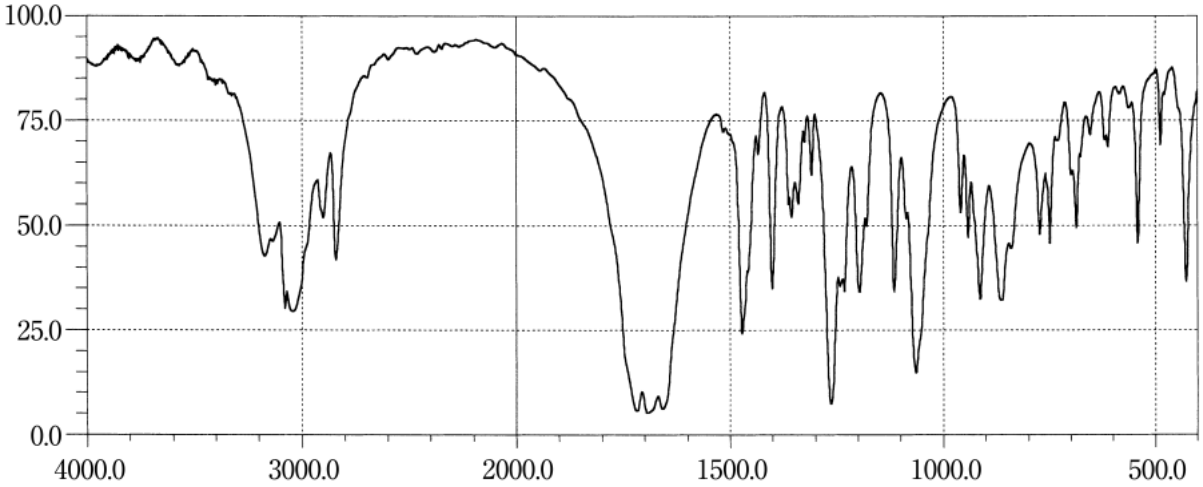
ツロブテロール塩酸塩



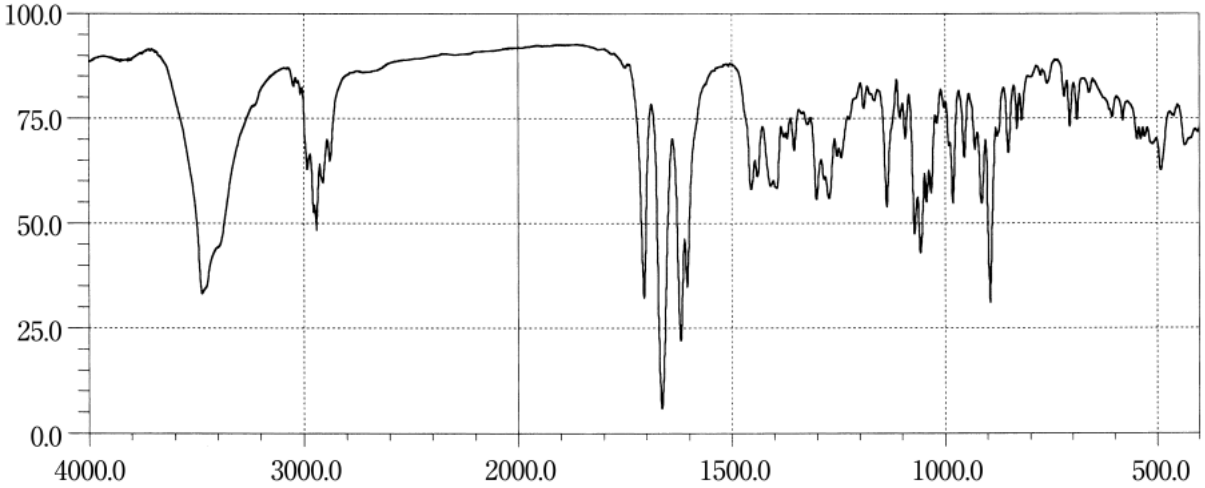
テオフィリン



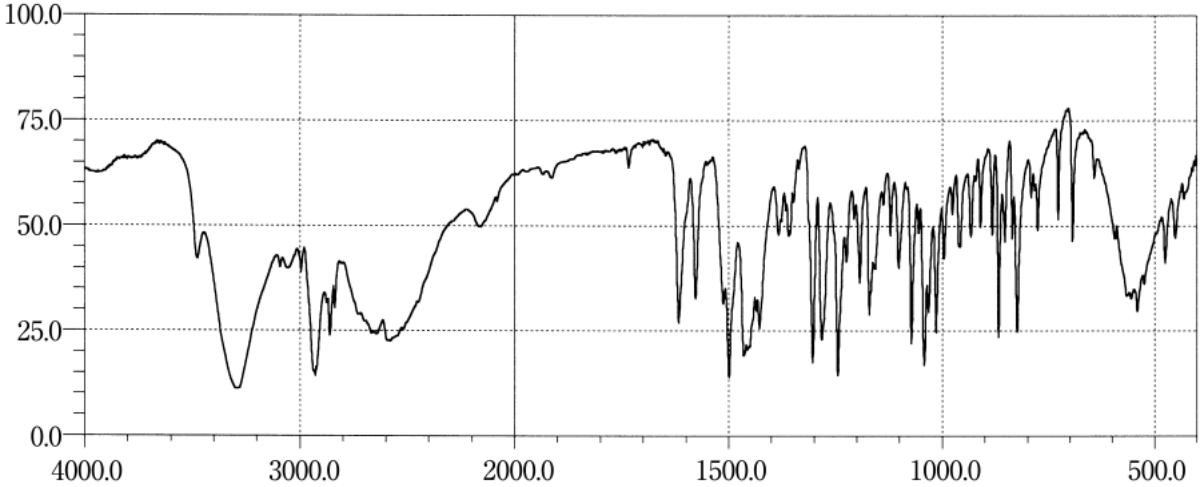
テガフール



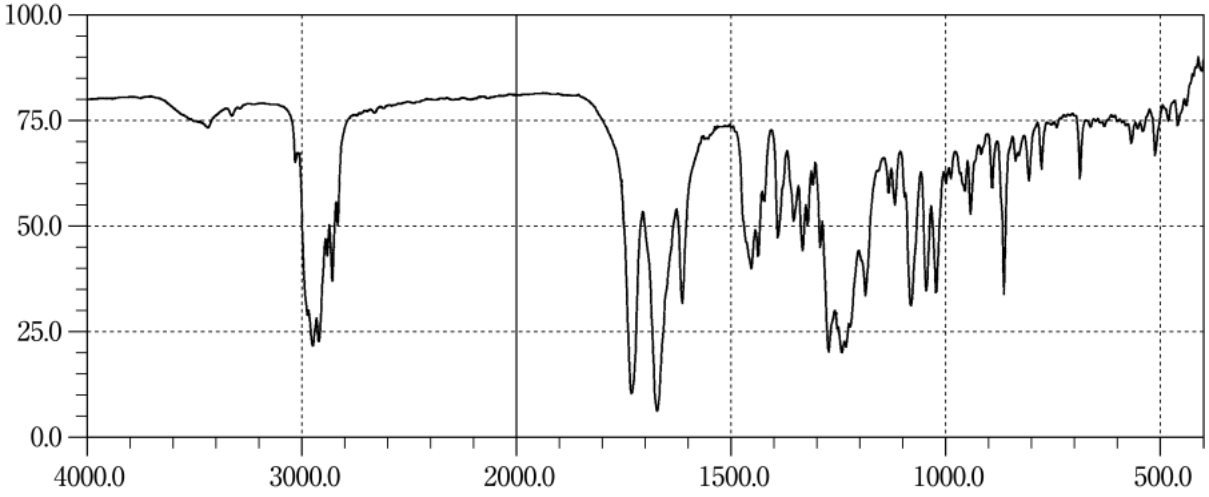
デキサメタゾン



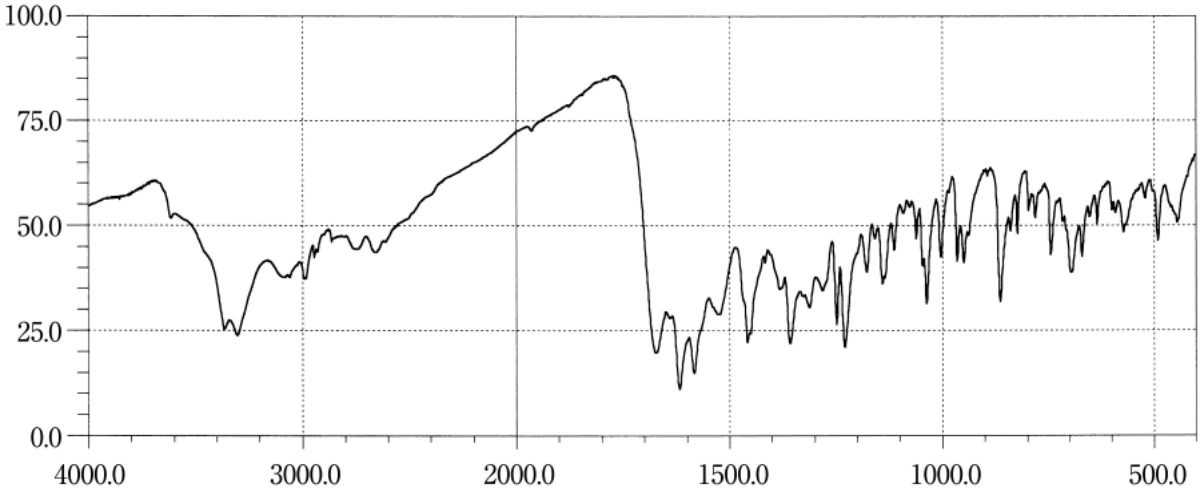
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物



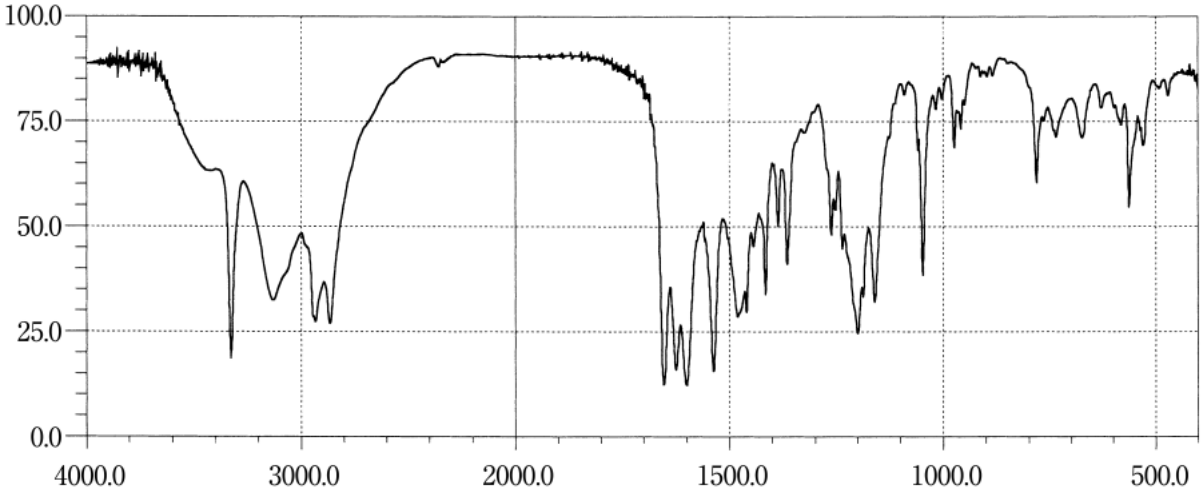
テストステロンプロピオン酸エステル



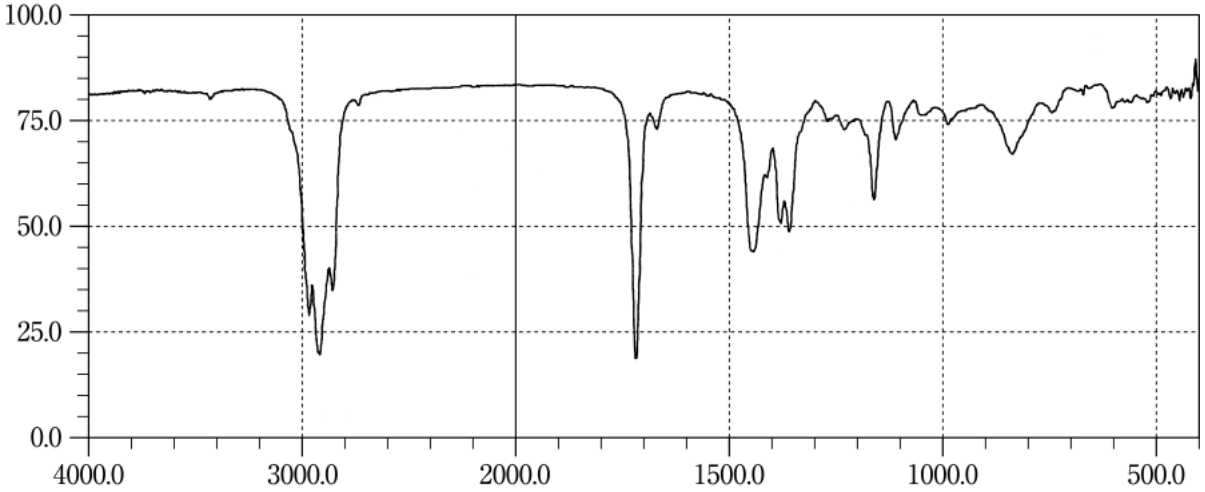
テトラサイクリン塩酸塩



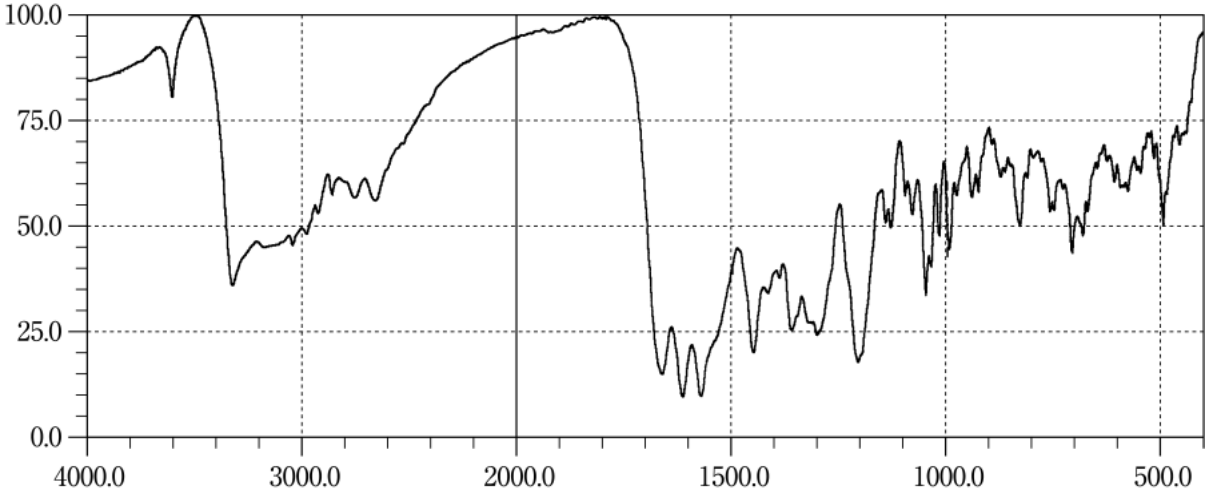
デフェロキサミンメシル酸塩



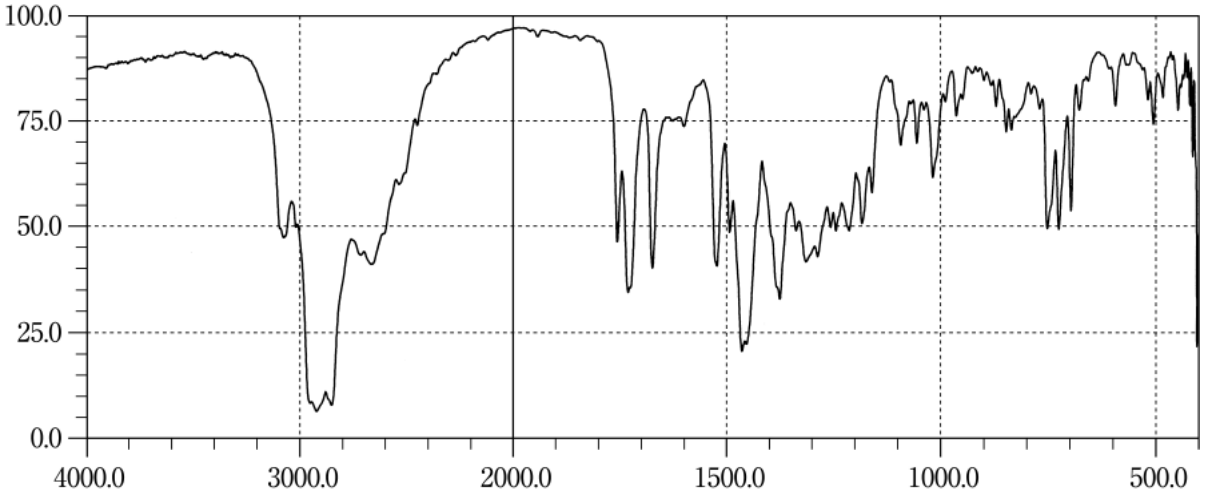
テプレノン



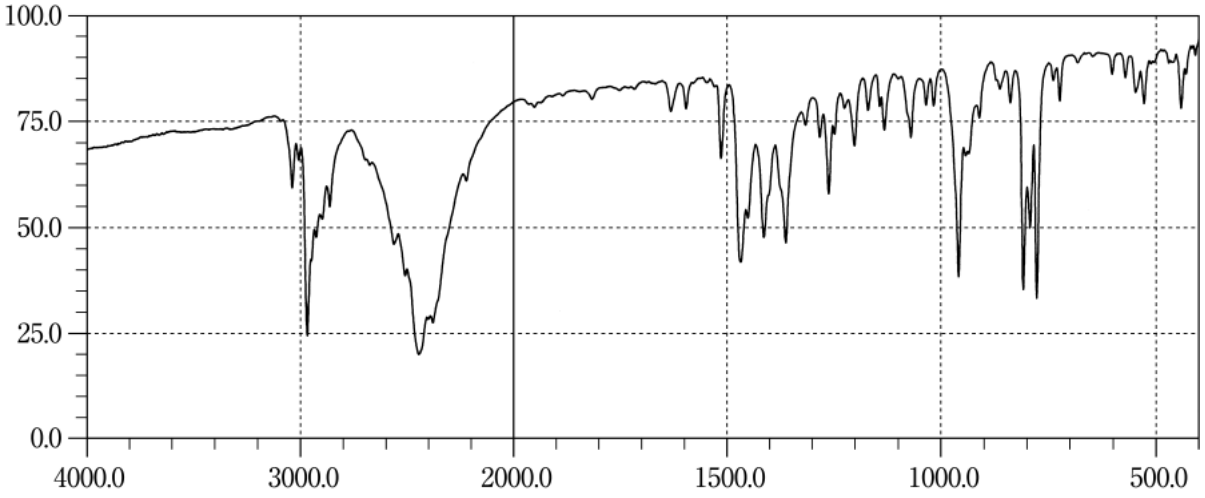
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩



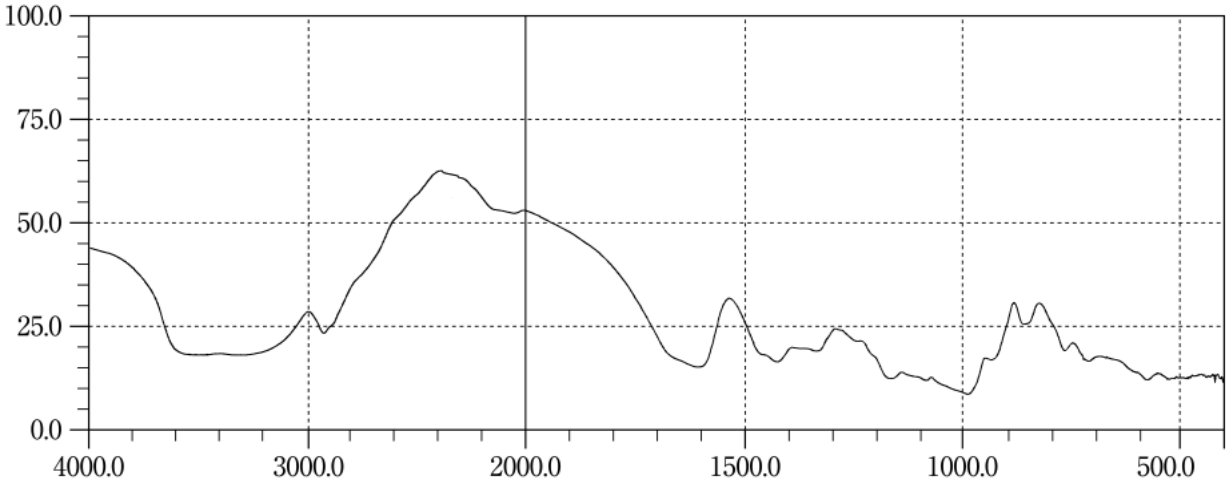
テモカプリル塩酸塩



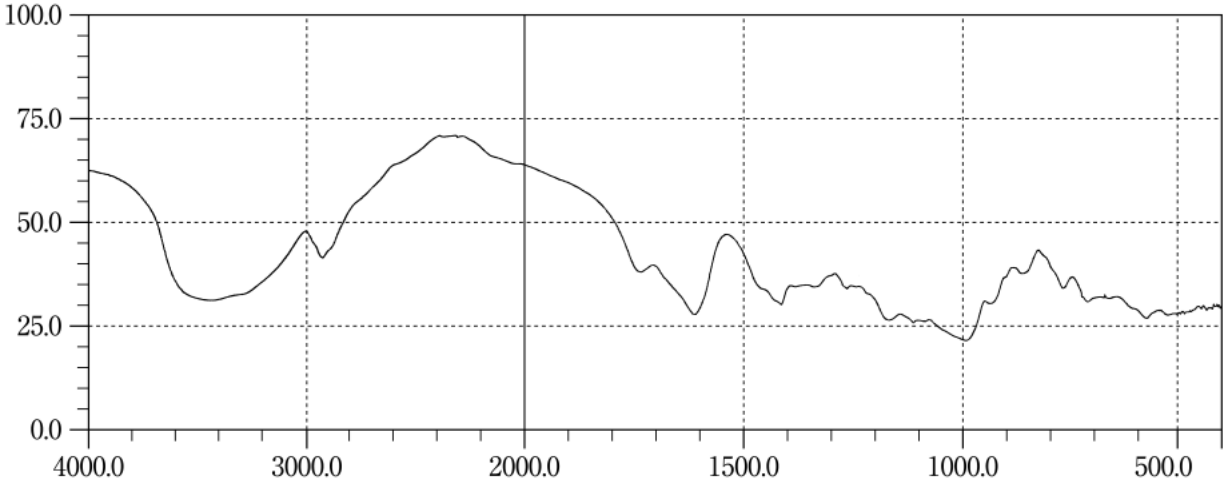
テルビナフィン塩酸塩



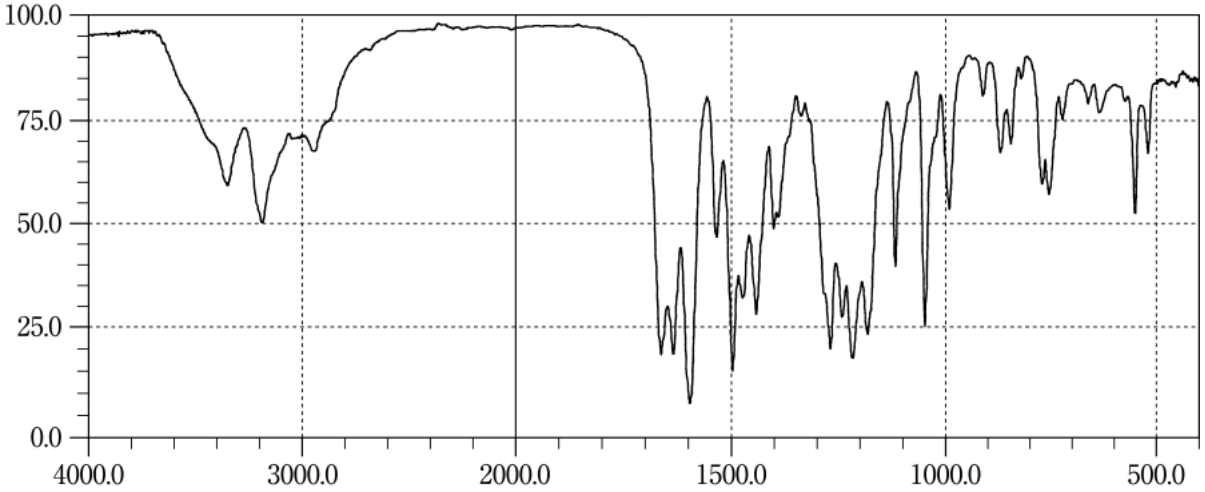
デンプングリコール酸ナトリウム　タイプA



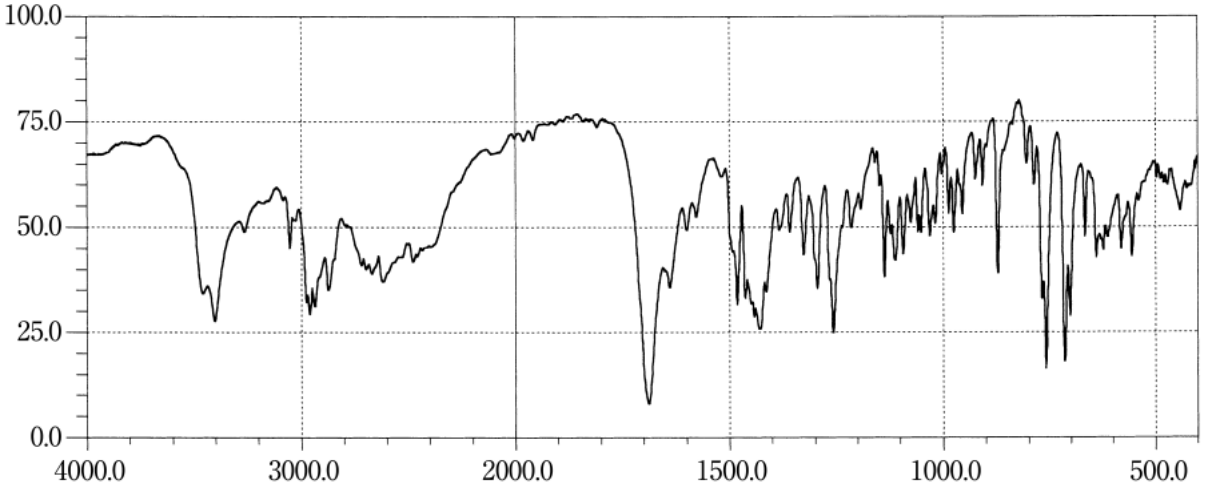
デンプングリコール酸ナトリウム　タイプB



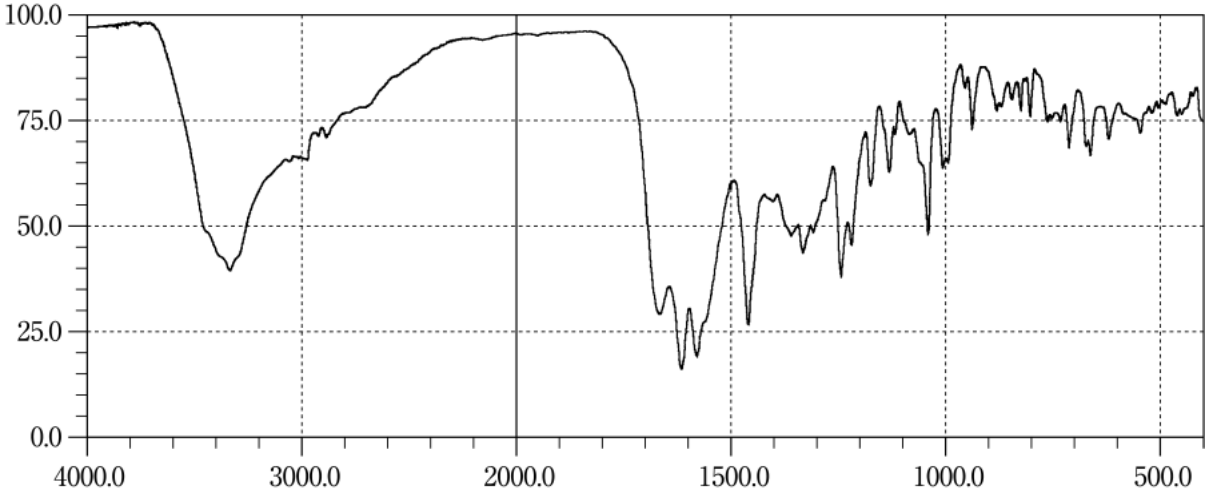
ドキサゾシンメシル酸塩



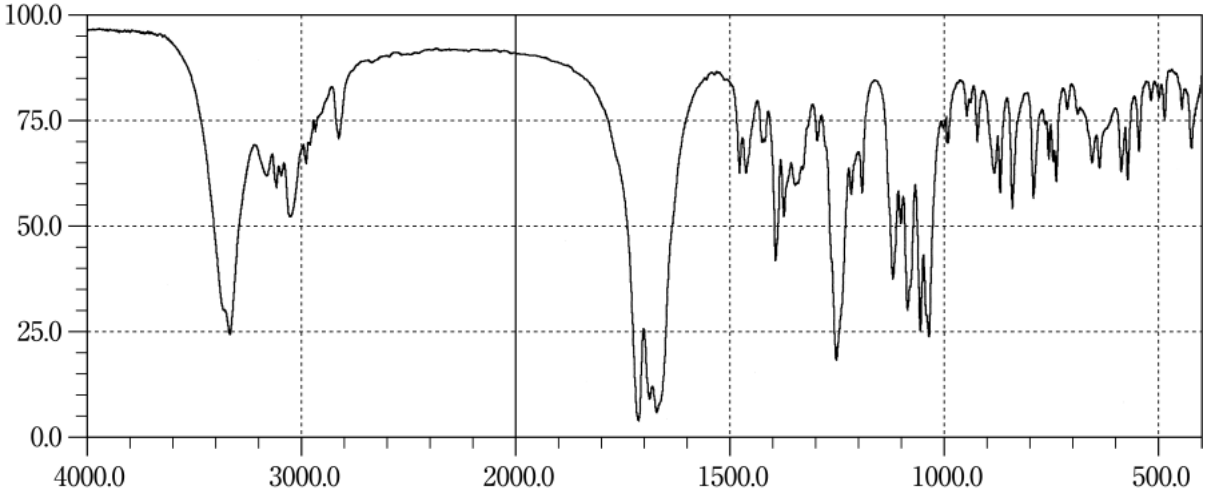
ドキサプラム塩酸塩水和物



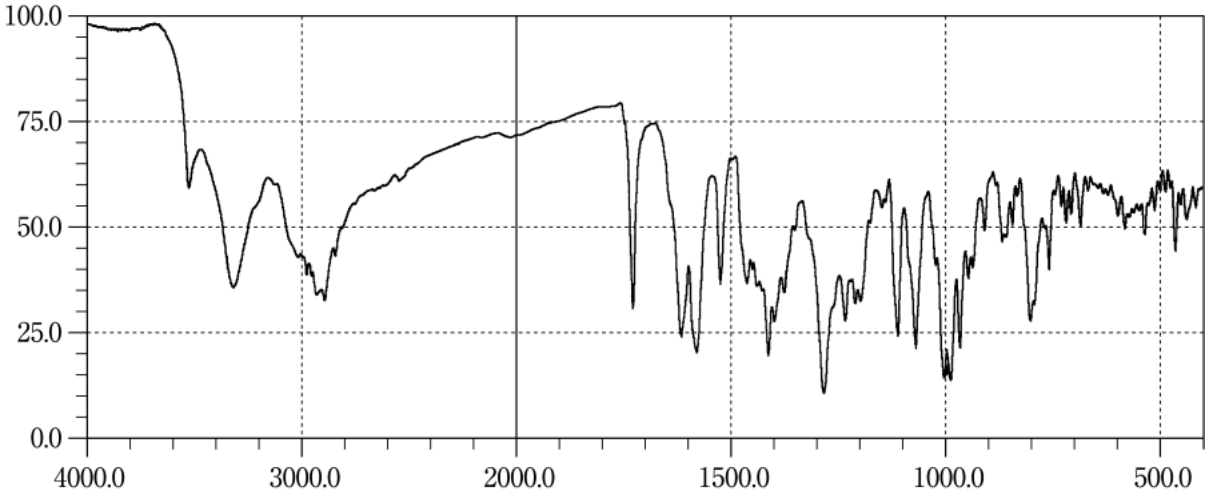
ドキシサイクリン塩酸塩水和物



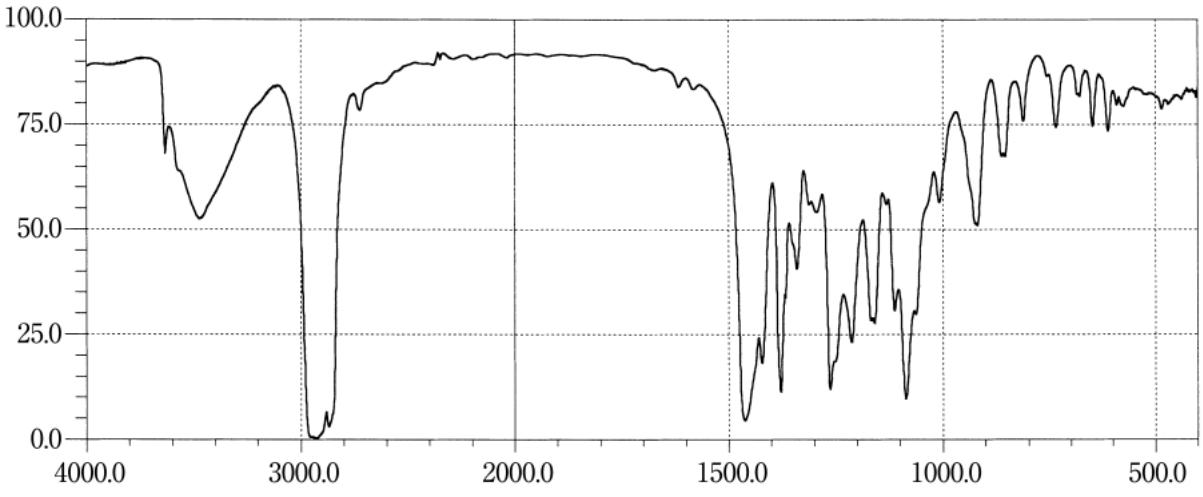
ドキシフルリジン



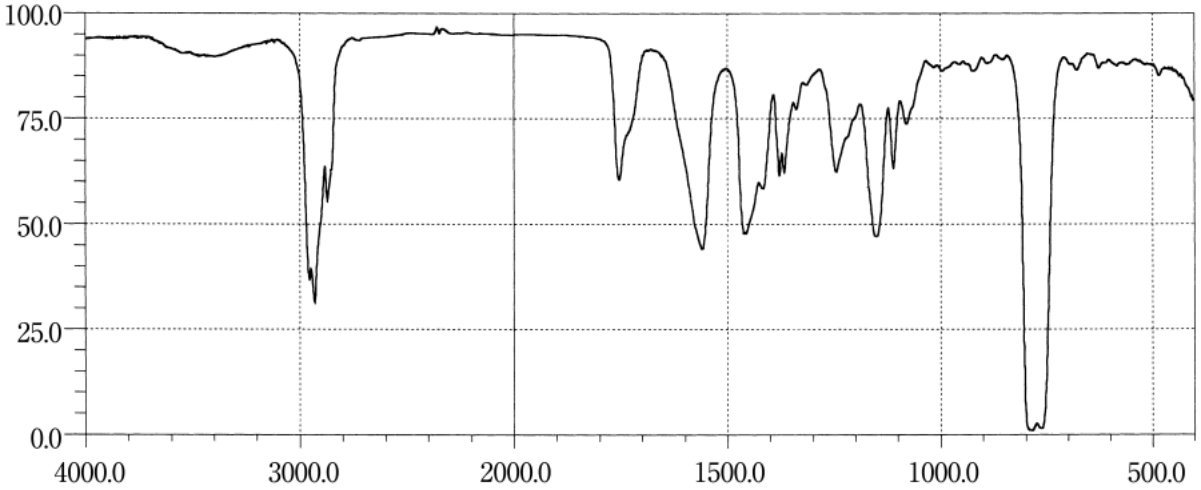
ドキソルビシン塩酸塩



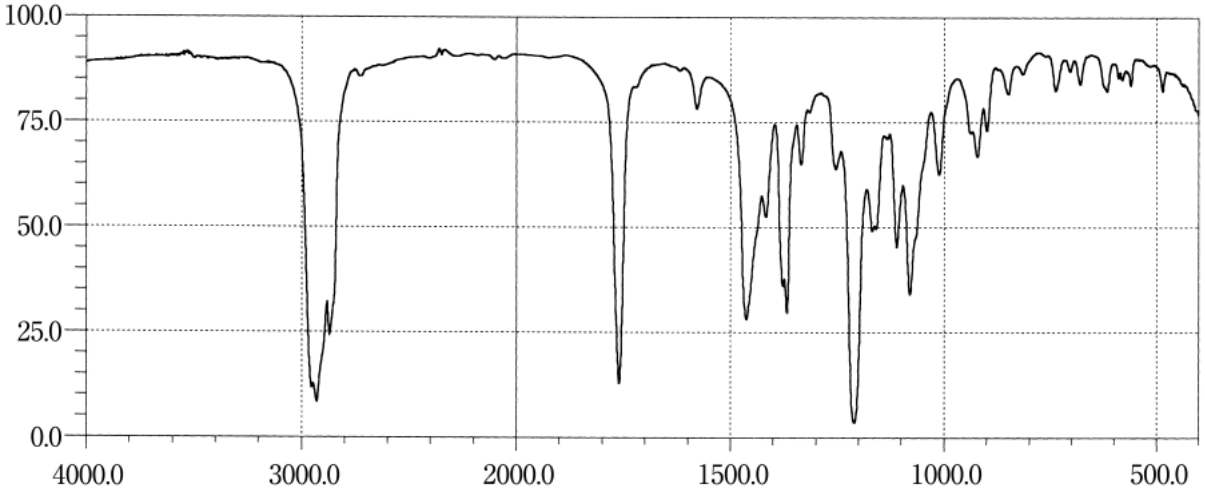
トコフェロール



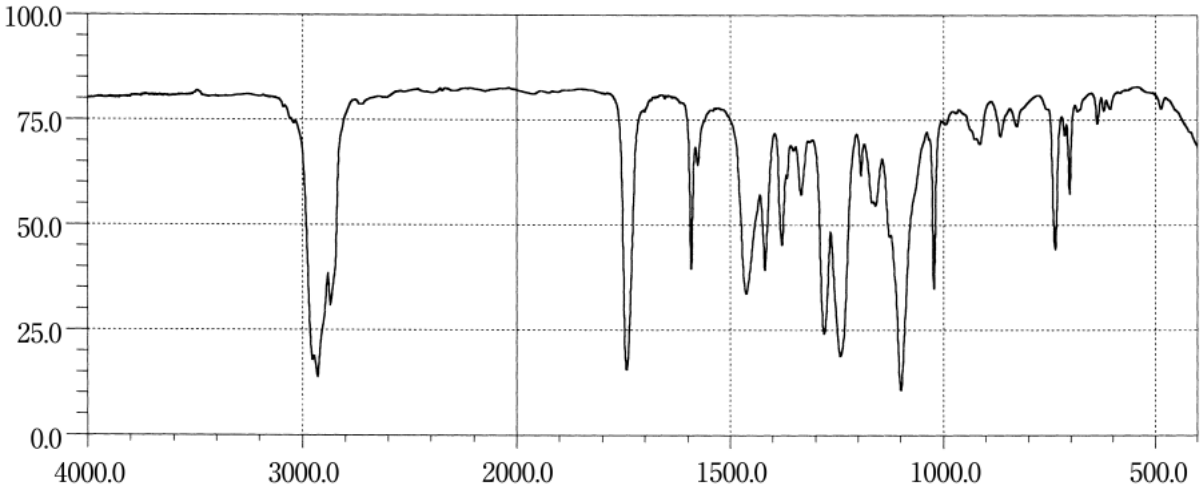
トコフェロールコハク酸エステルカルシウム



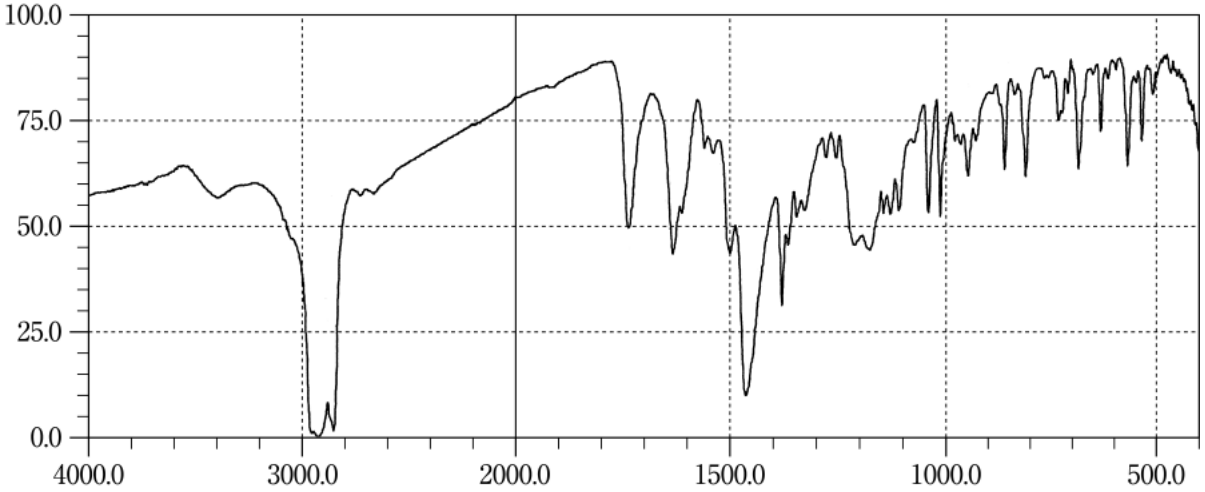
トコフェロール酢酸エステル



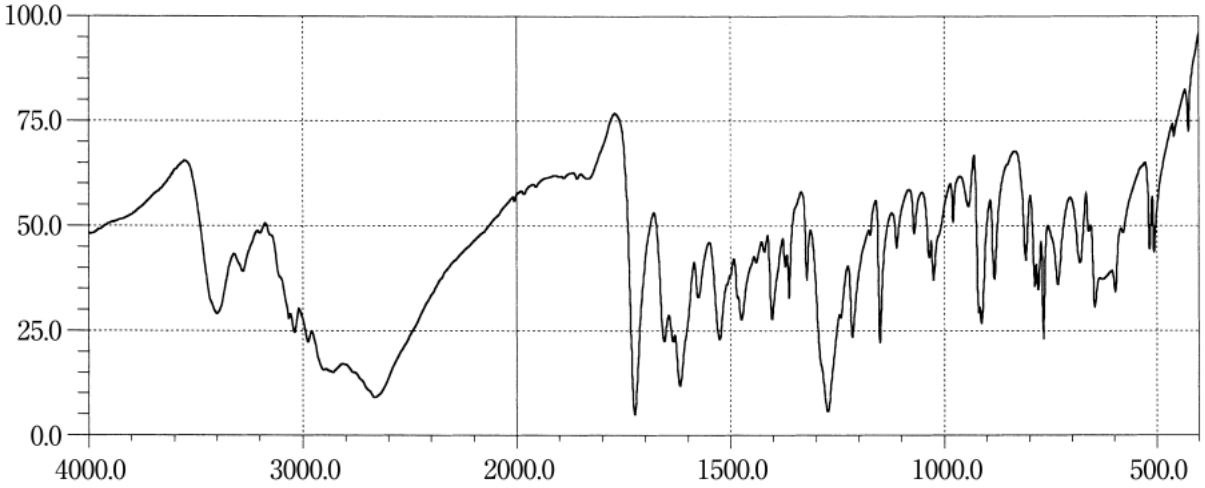
トコフェロールニコチン酸エステル



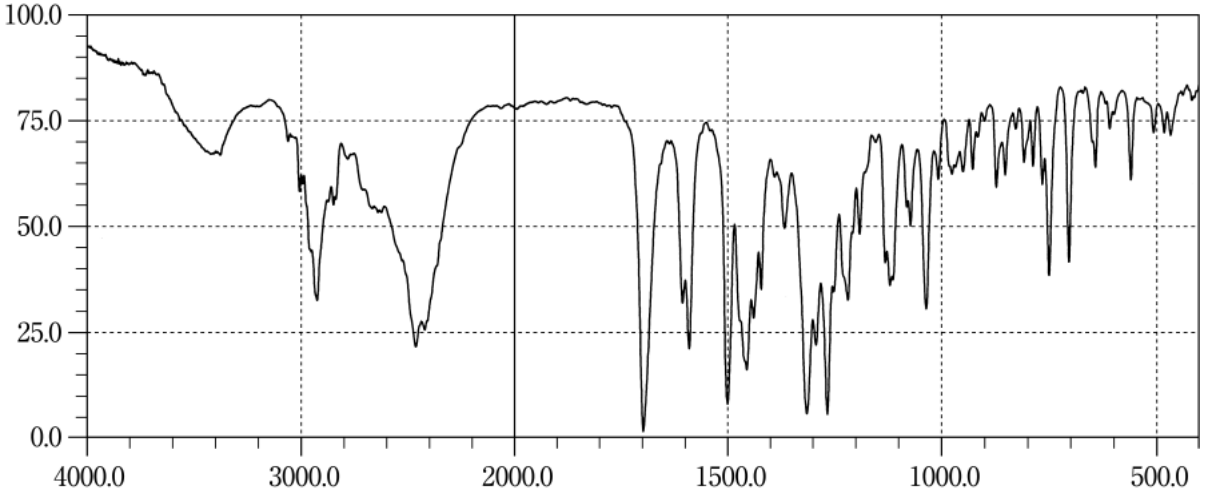
トスフロキサシントシル酸塩水和物



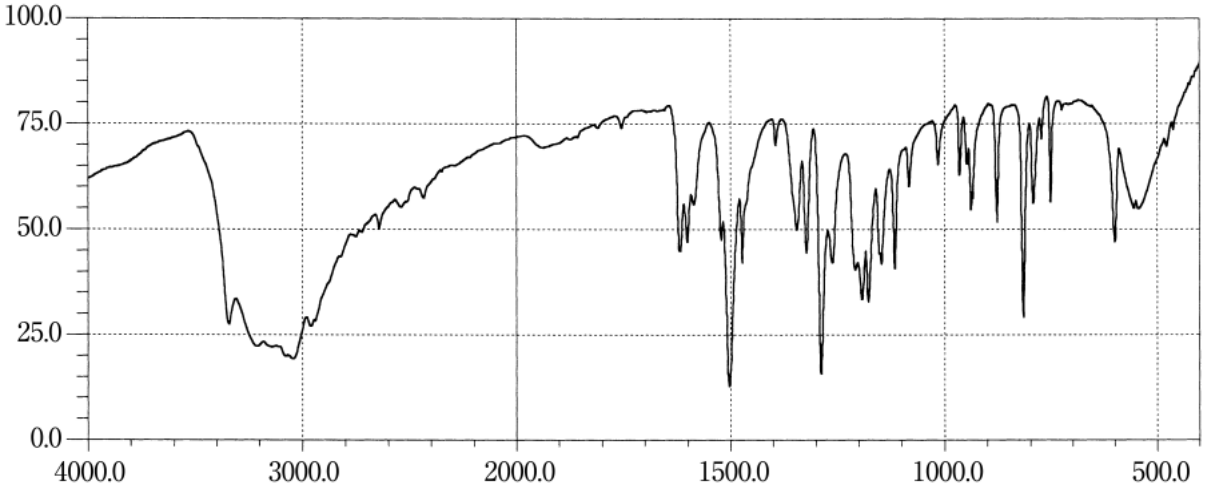
トドララジン塩酸塩水和物



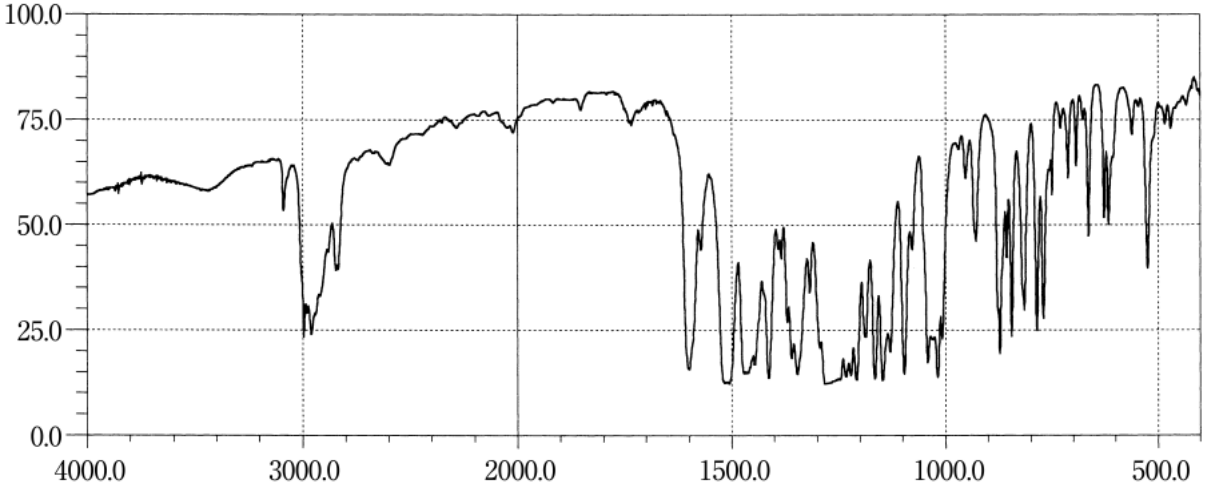
ドネペジル塩酸塩



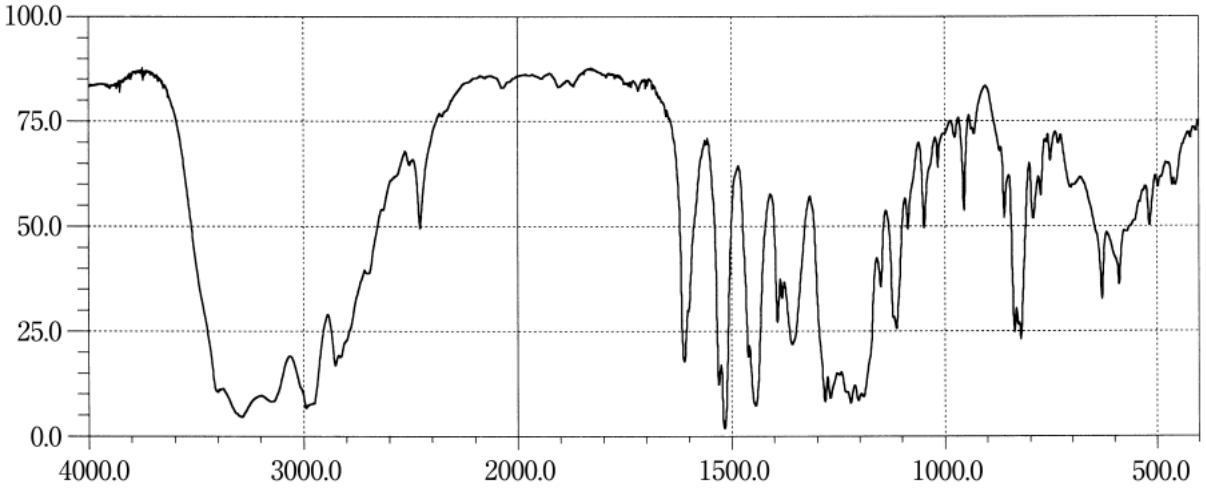
ドパミン塩酸塩



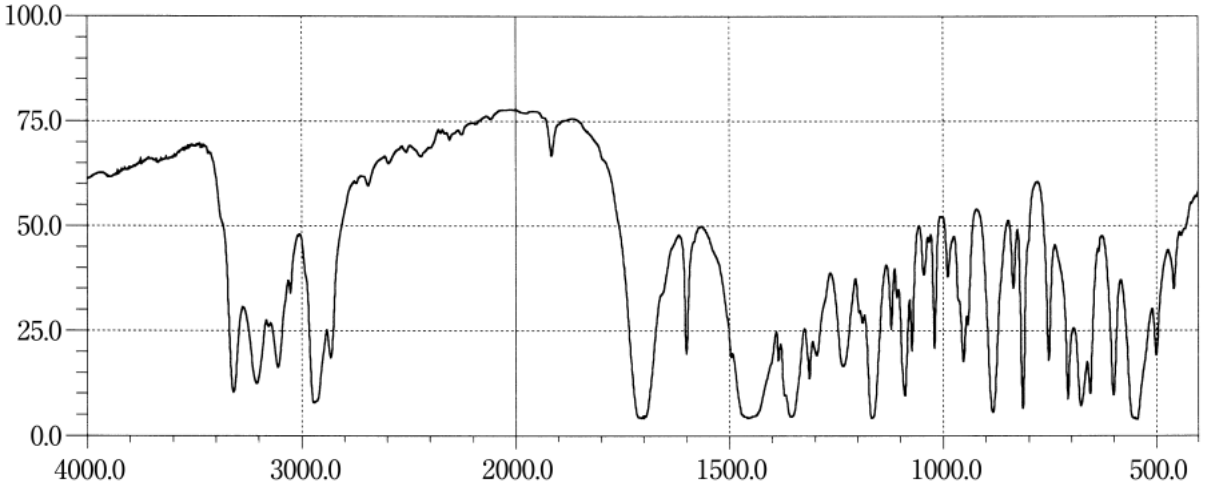
トフィソパム



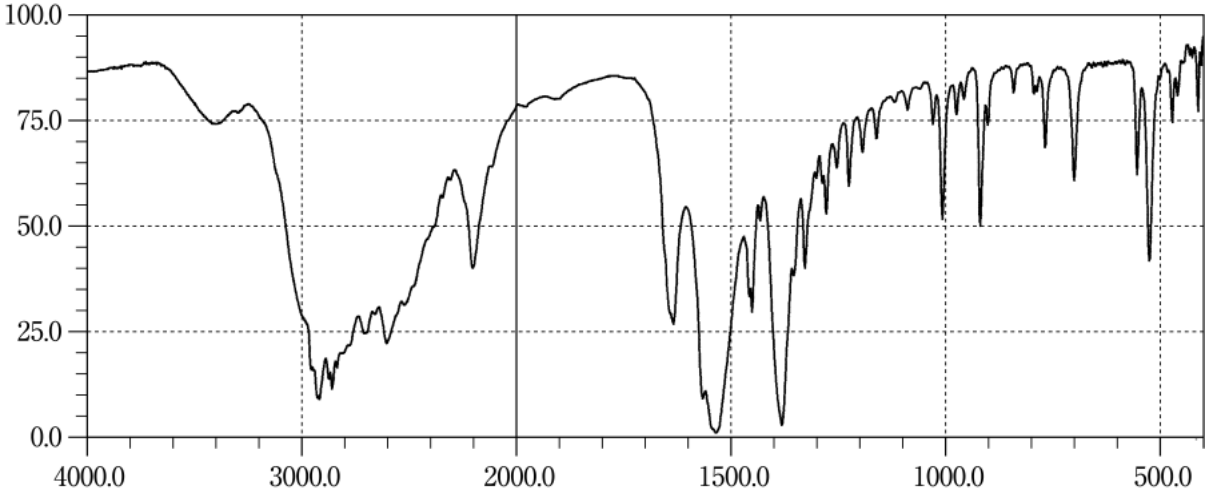
ドブタミン塩酸塩



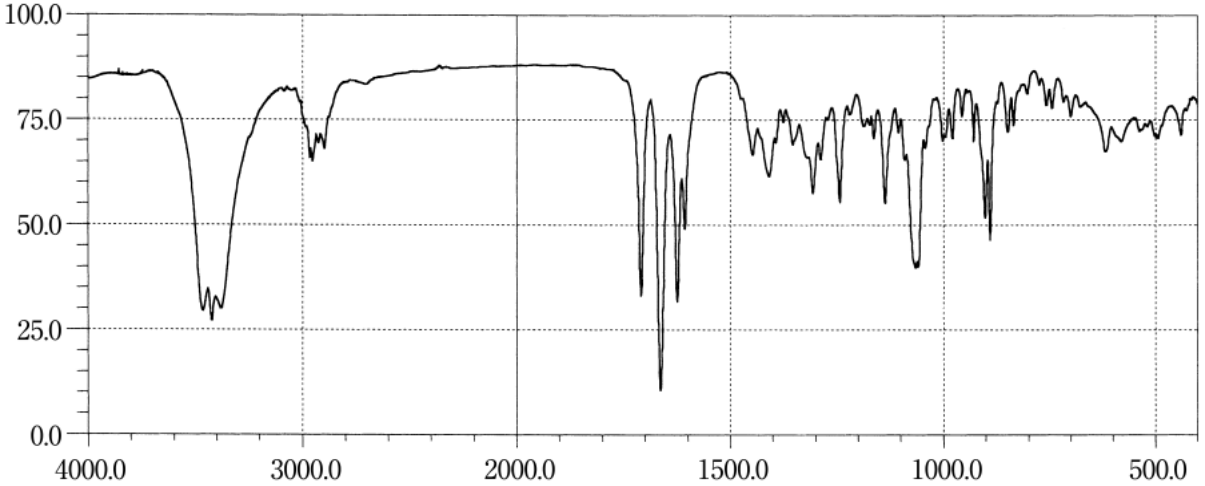
トラザミド



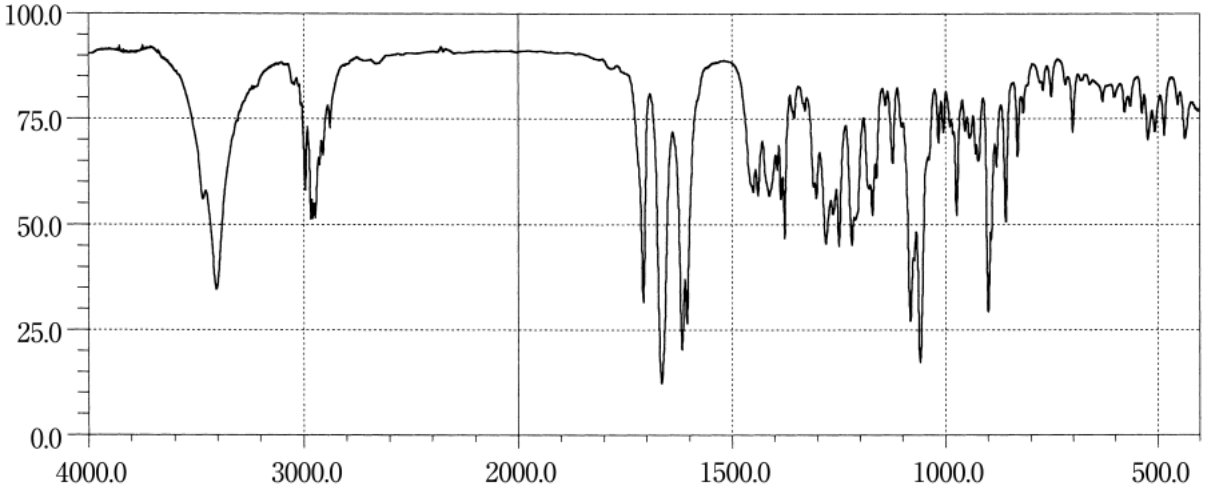
トラネキサム酸



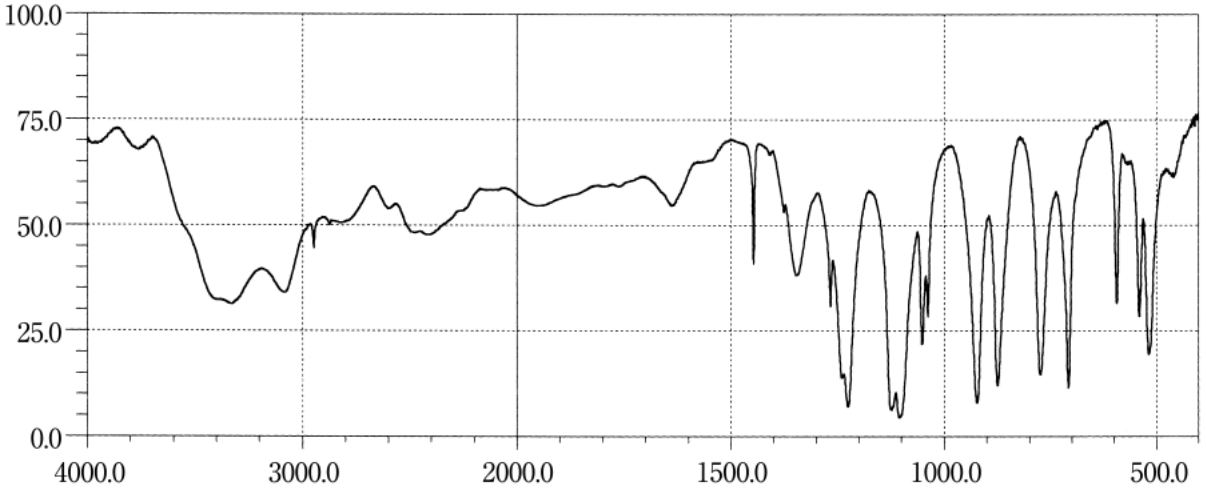
トリアムシノロン



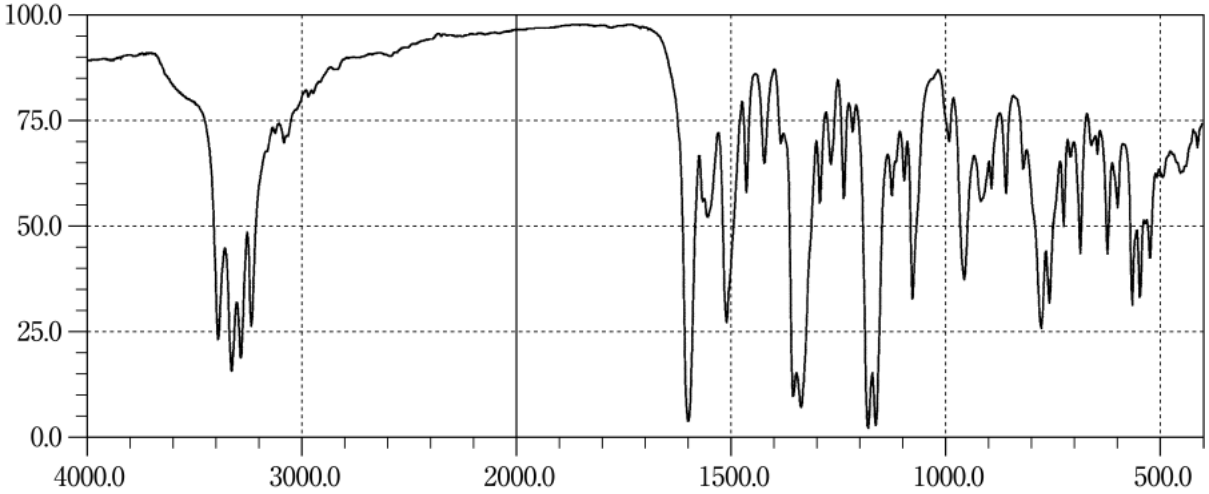
トリアムシノロンアセトニド



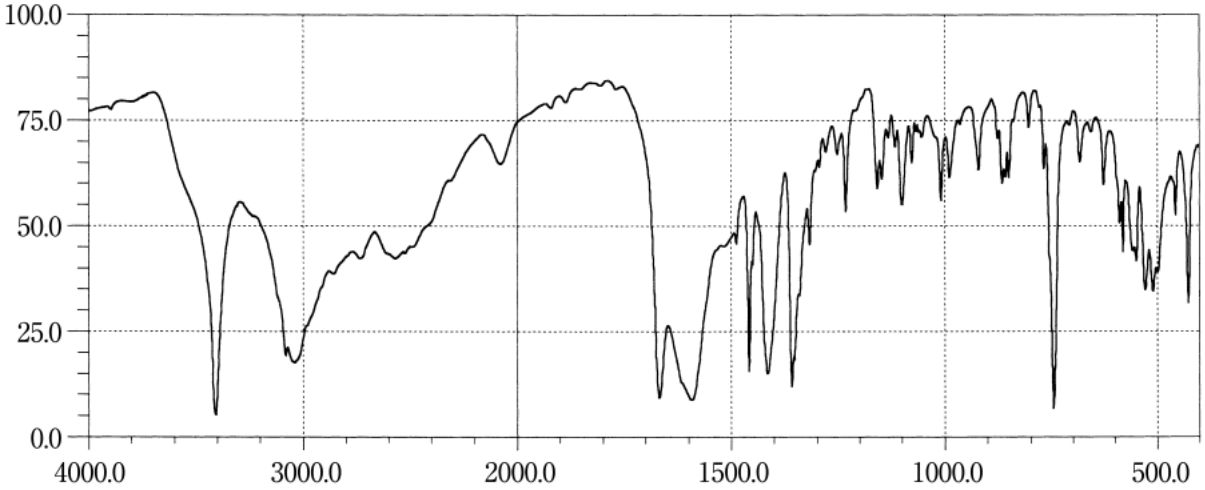
トリクロホスナトリウム



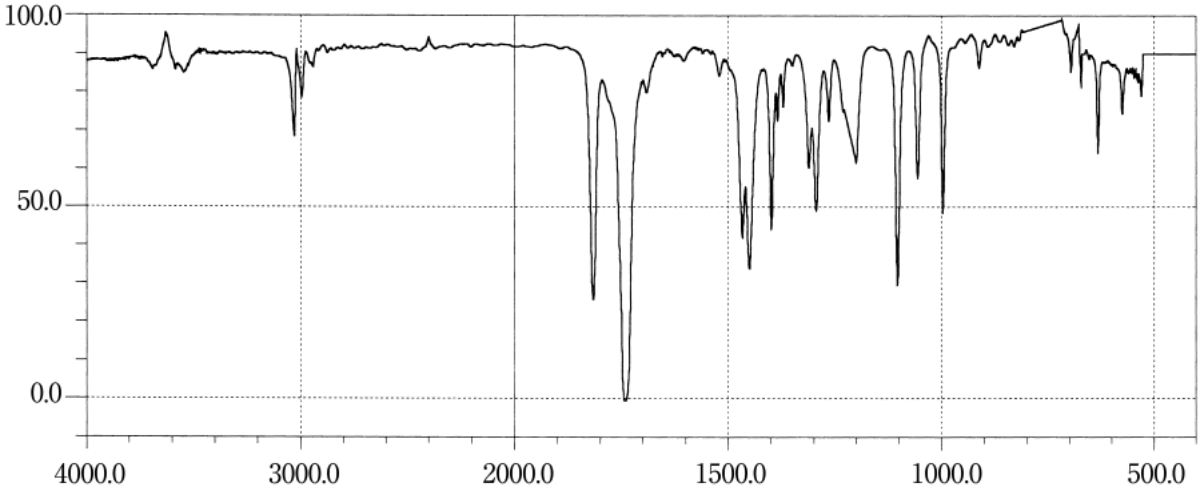
トリクロルメチアジド



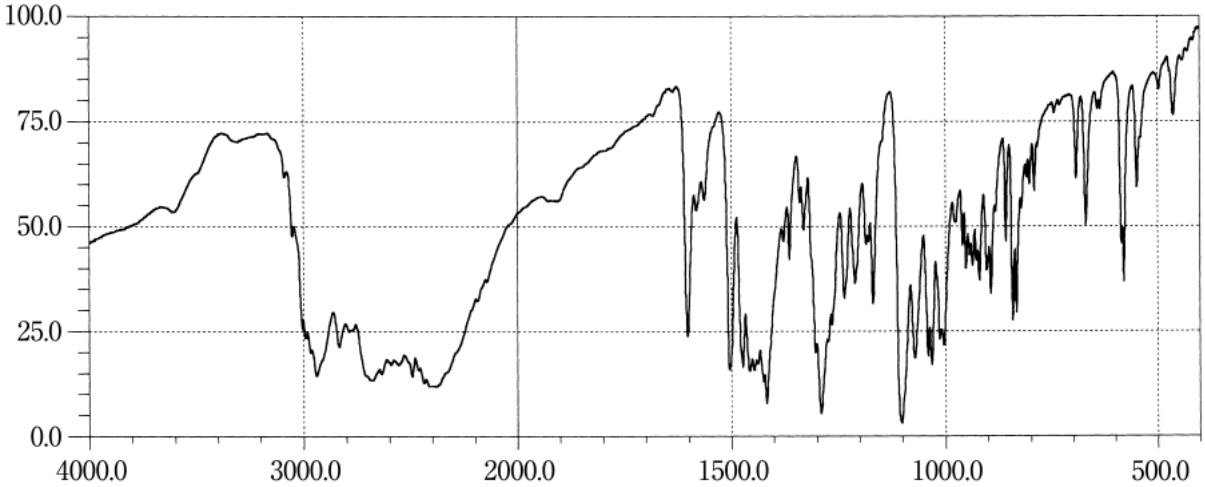
L－トリプトファン



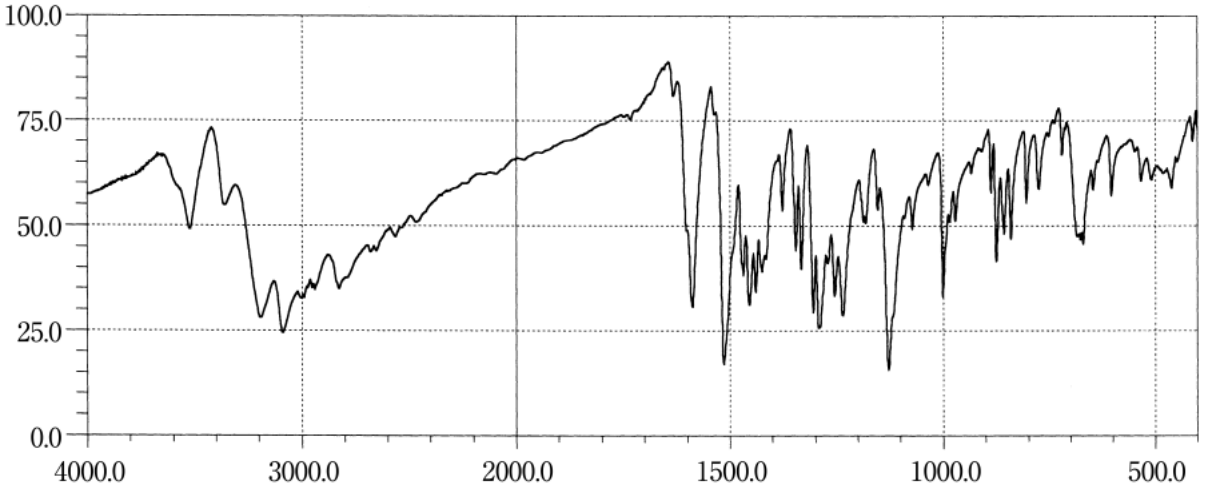
トリメタジオン



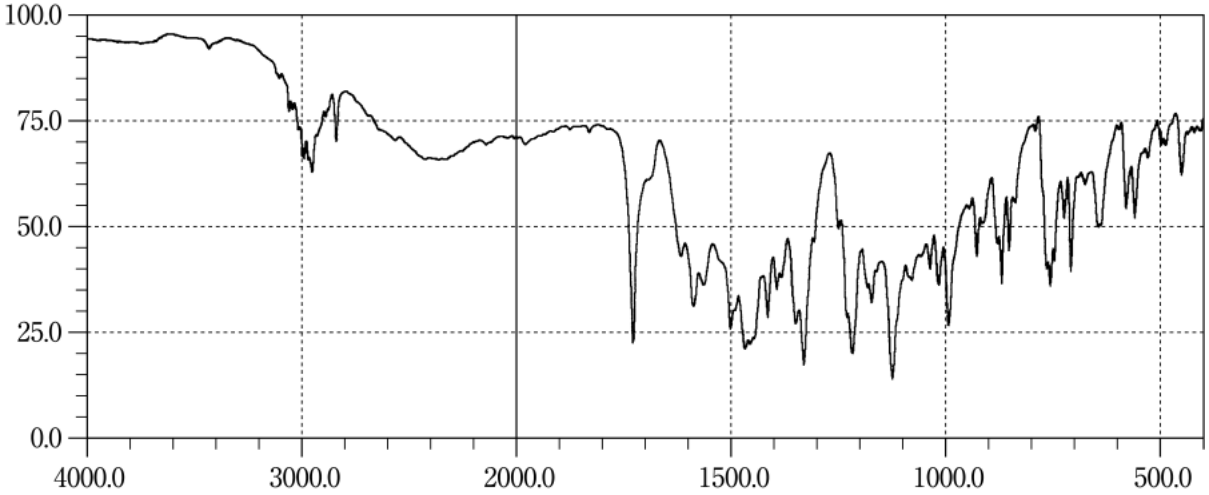
トリメタジジン塩酸塩



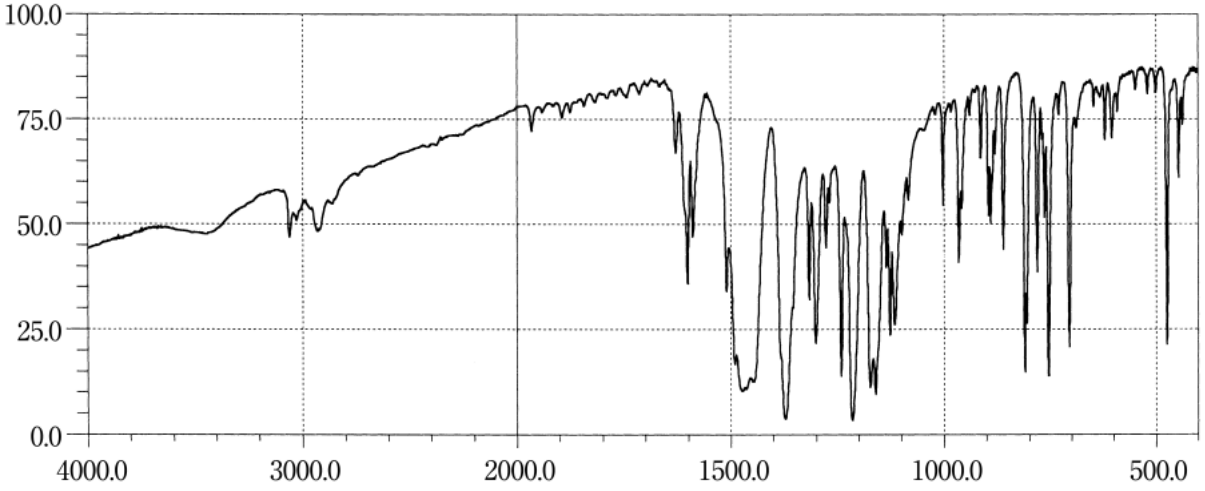
トリメトキノール塩酸塩水和物



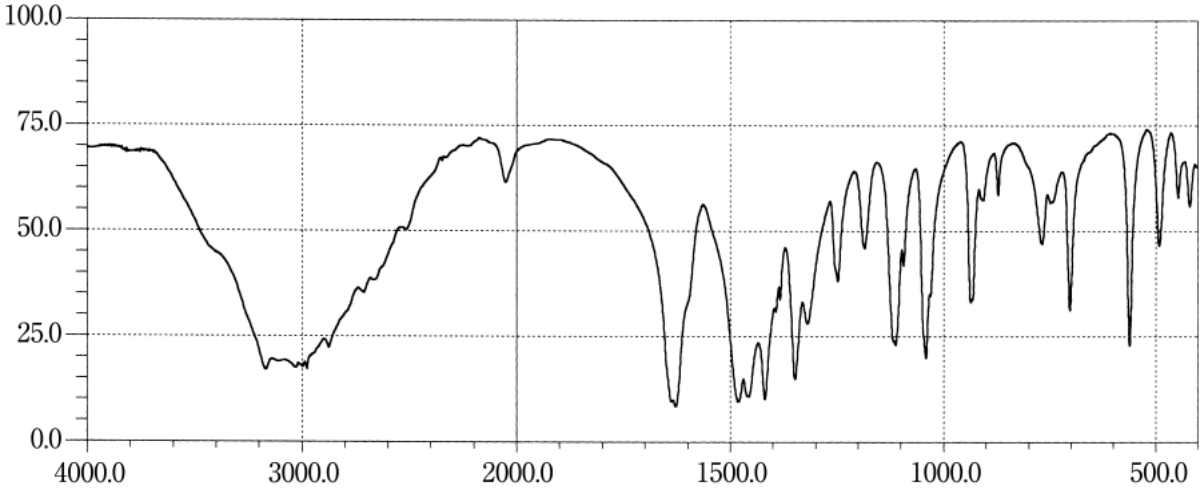
トリメブチンマレイン酸塩



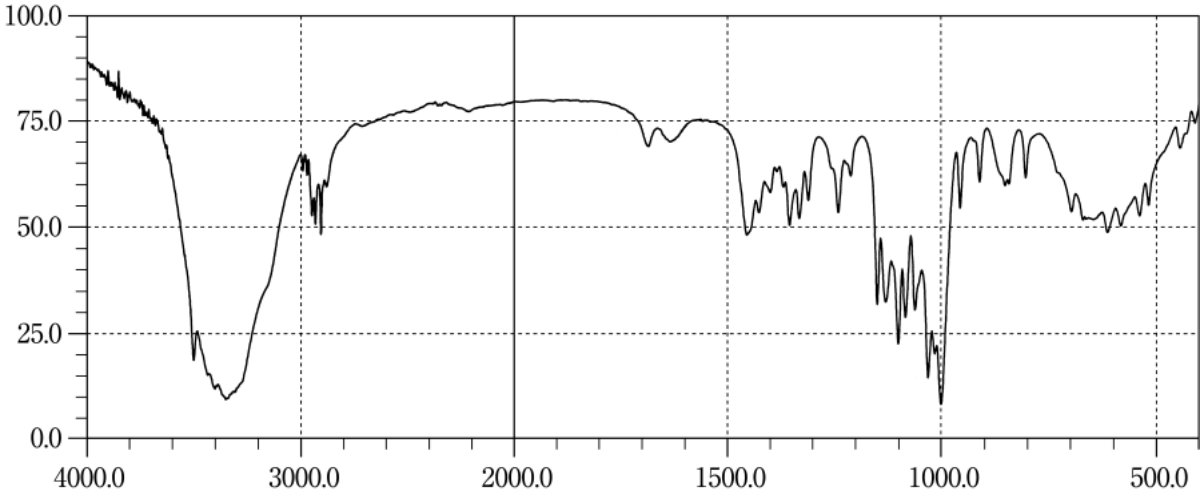
トルナフタート



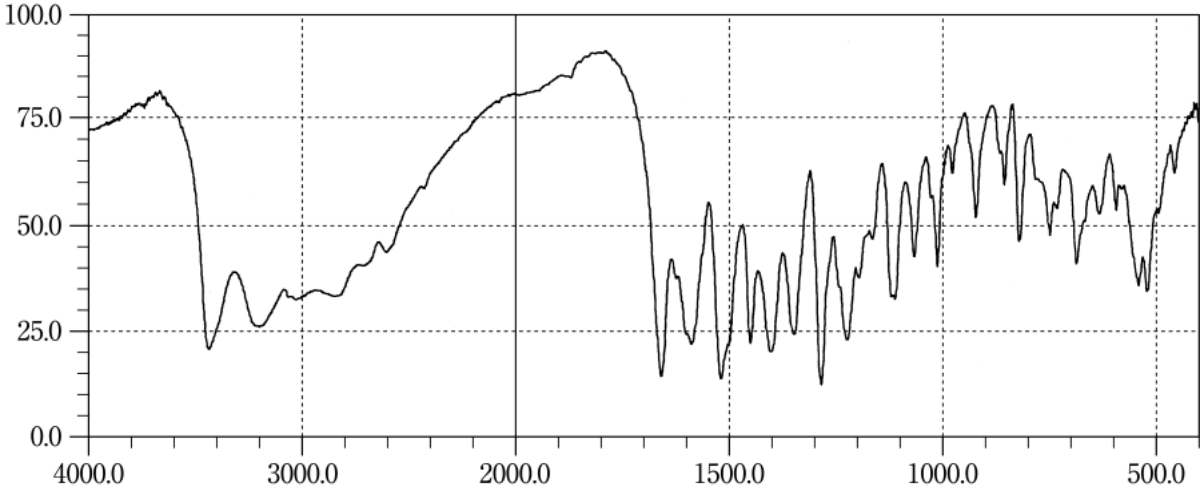
L－トレオニン



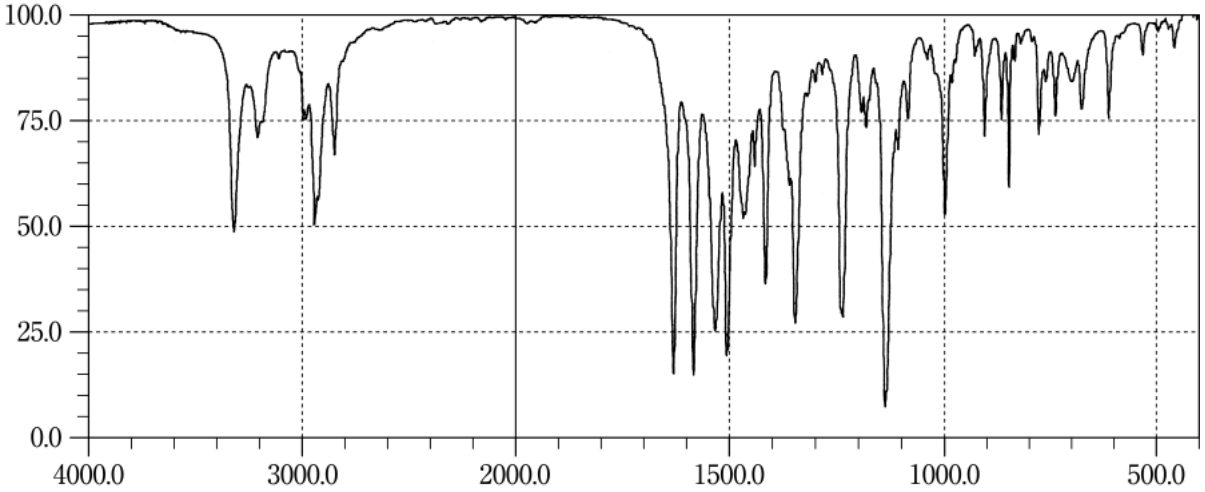
トレハロース水和物



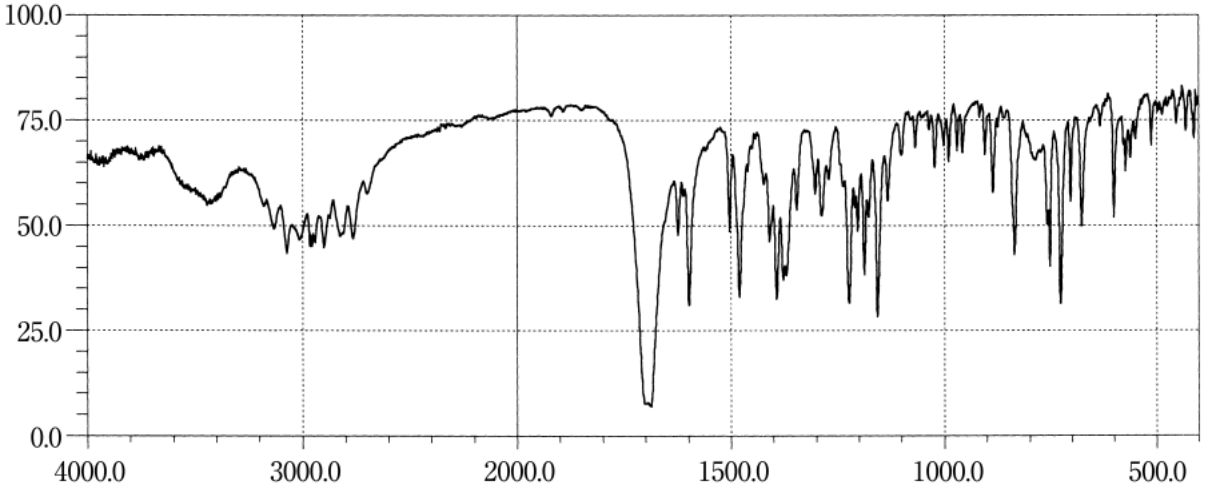
ドロキシドパ



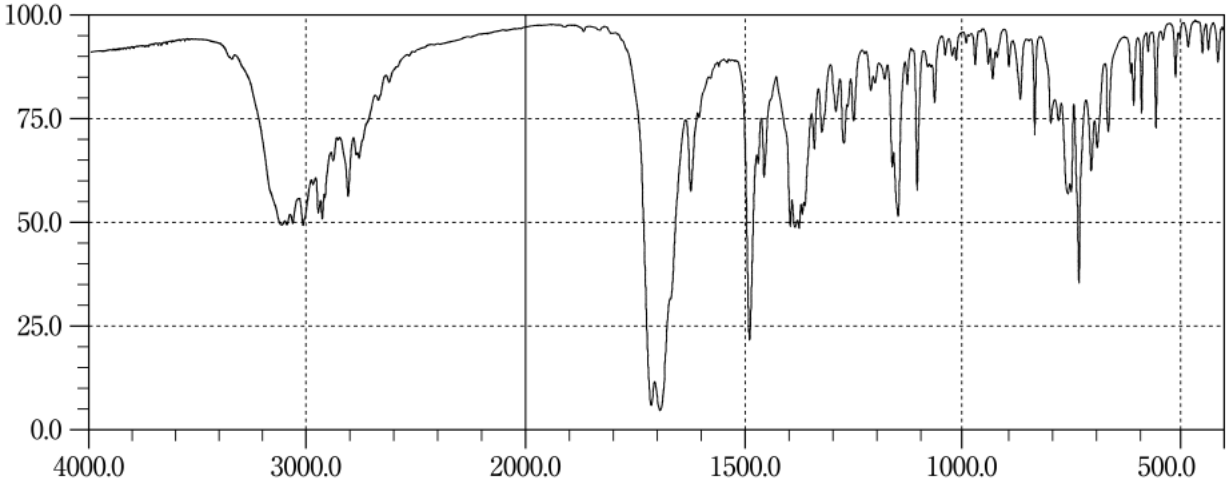
トロキシピド



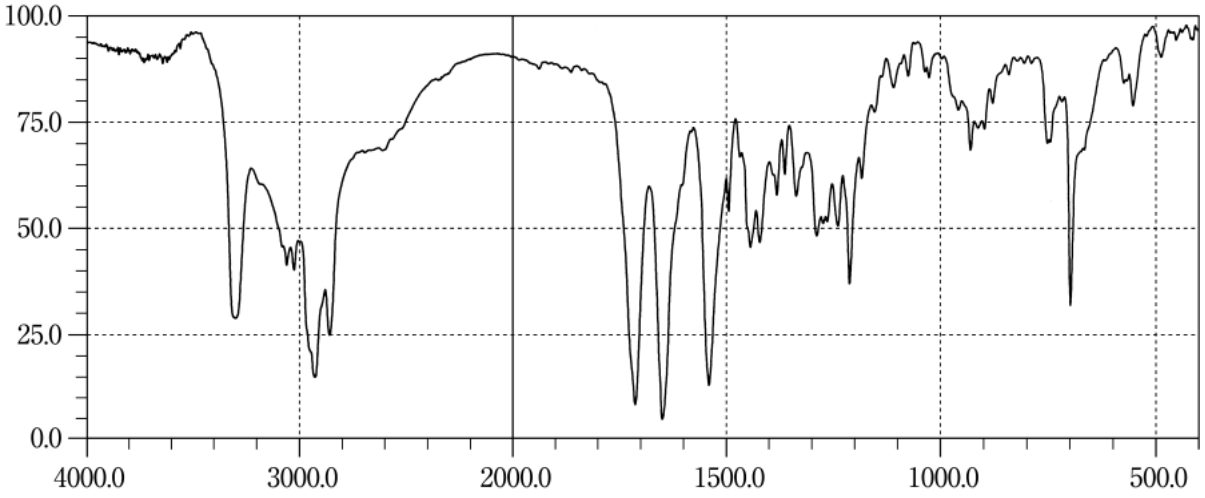
ドロペリドール



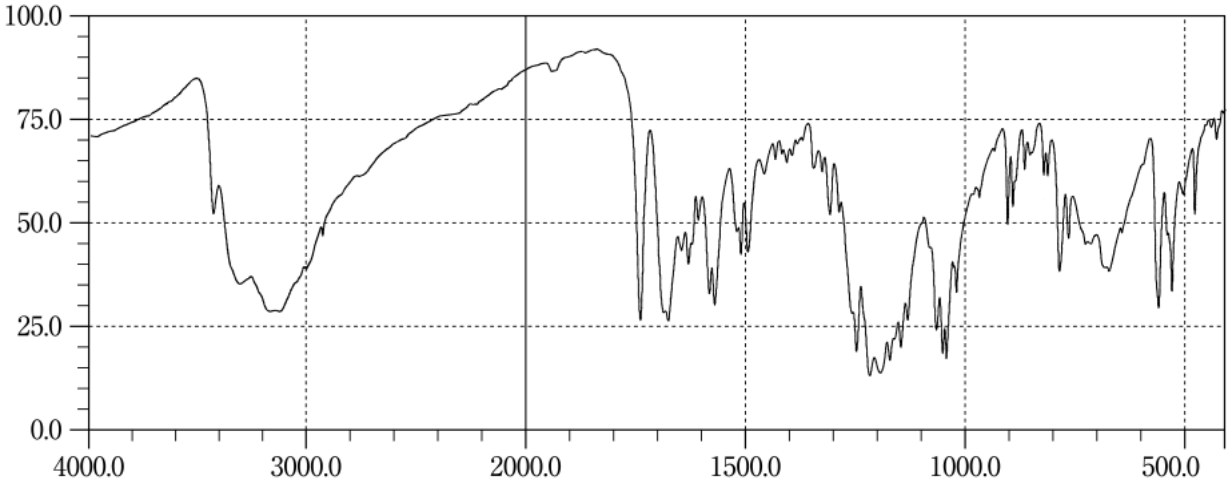
ドンペリドン



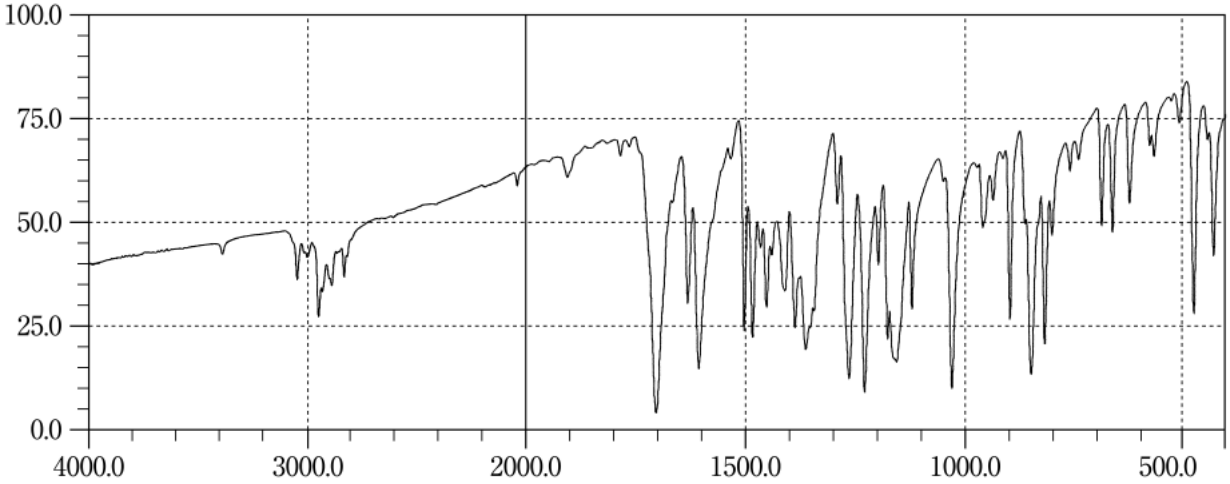
ナテグリニド



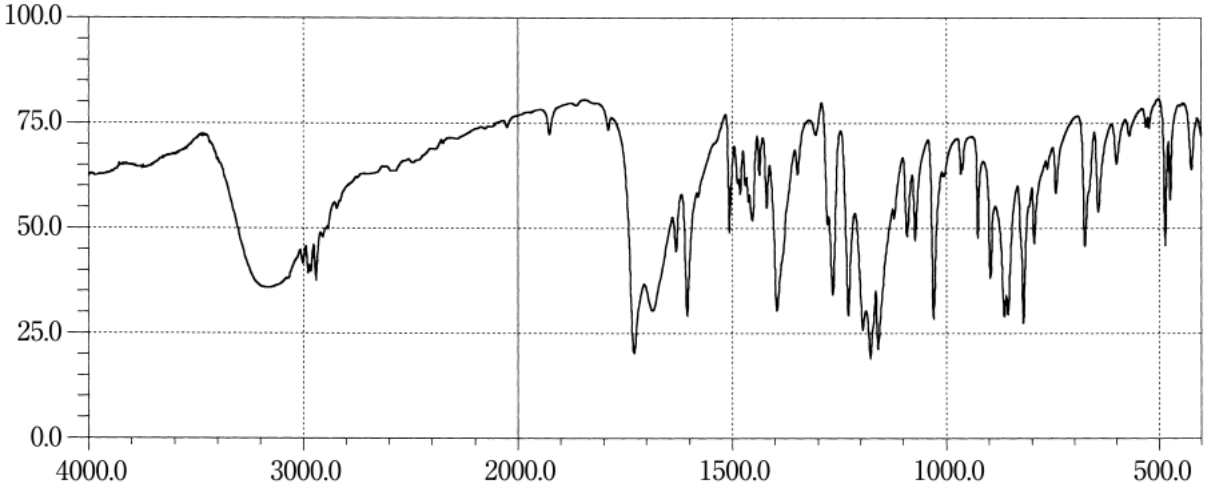
ナファモスタットメシル酸塩



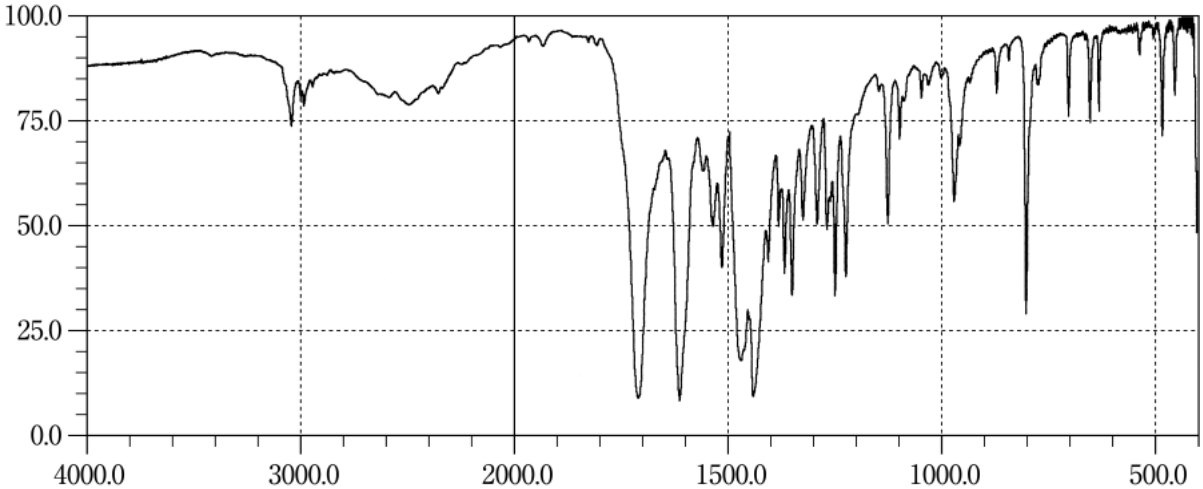
ナブメトン



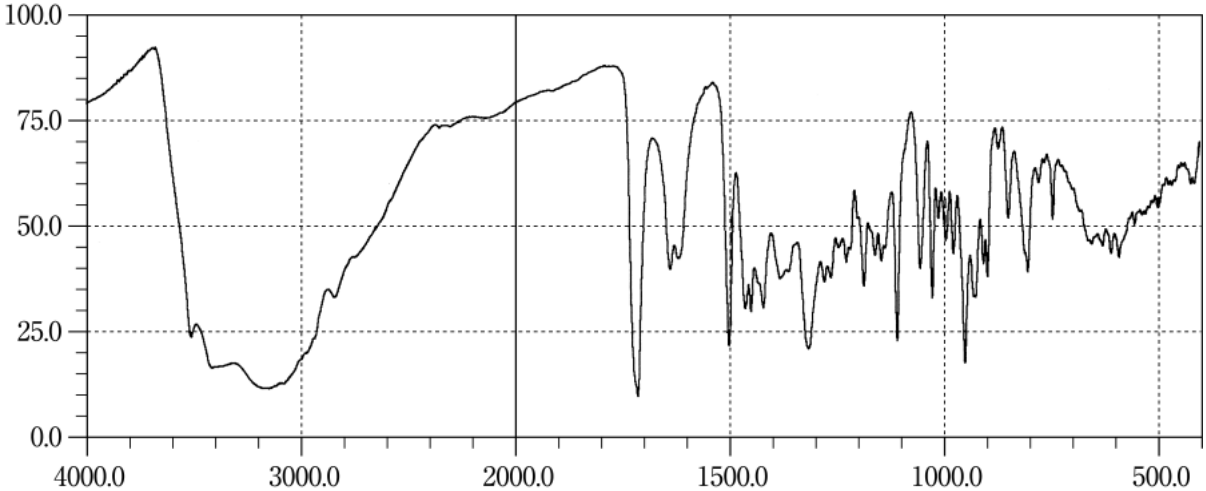
ナプロキセン



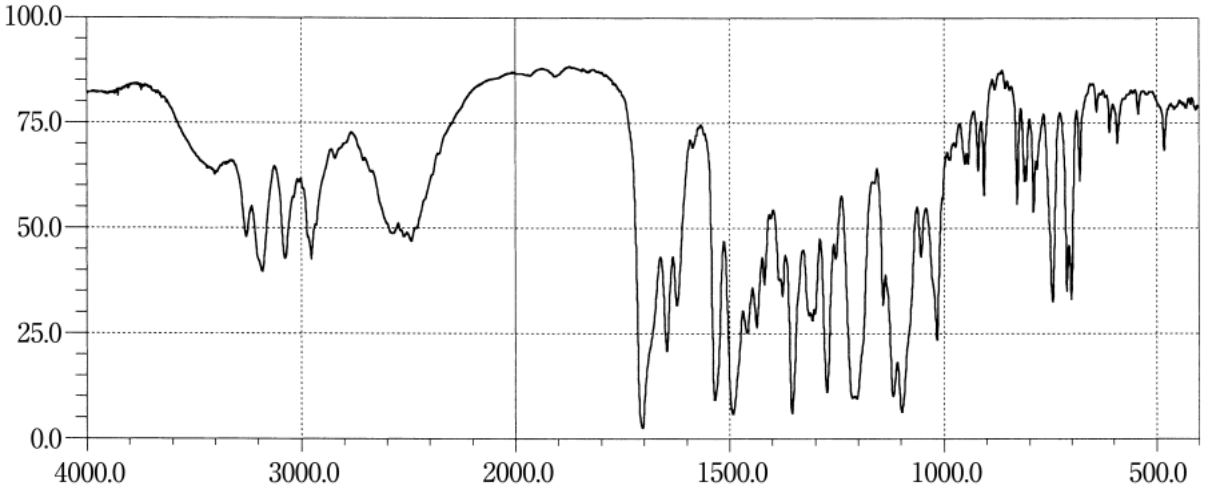
ナリジクス酸



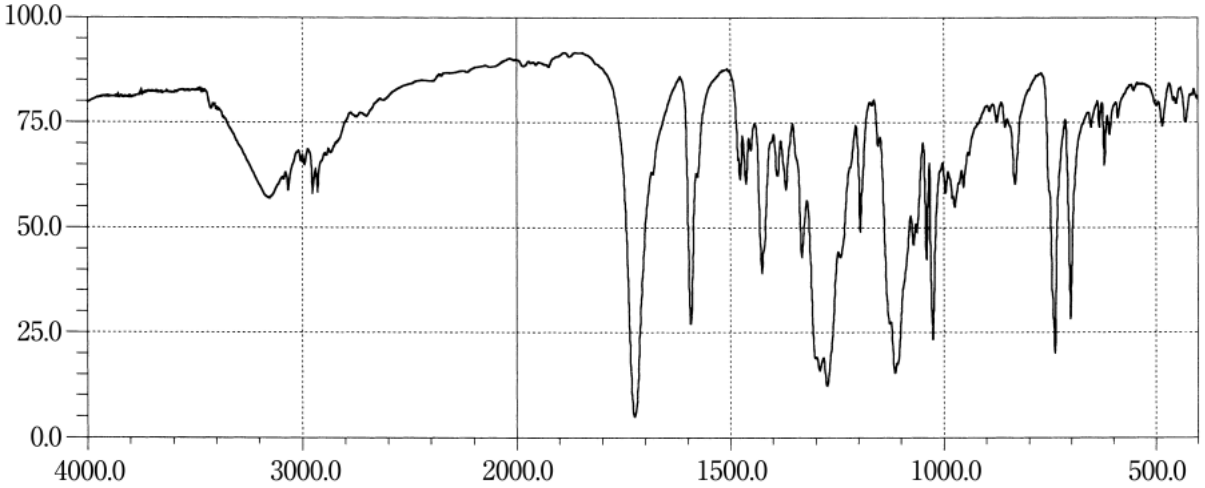
ナロキソン塩酸塩



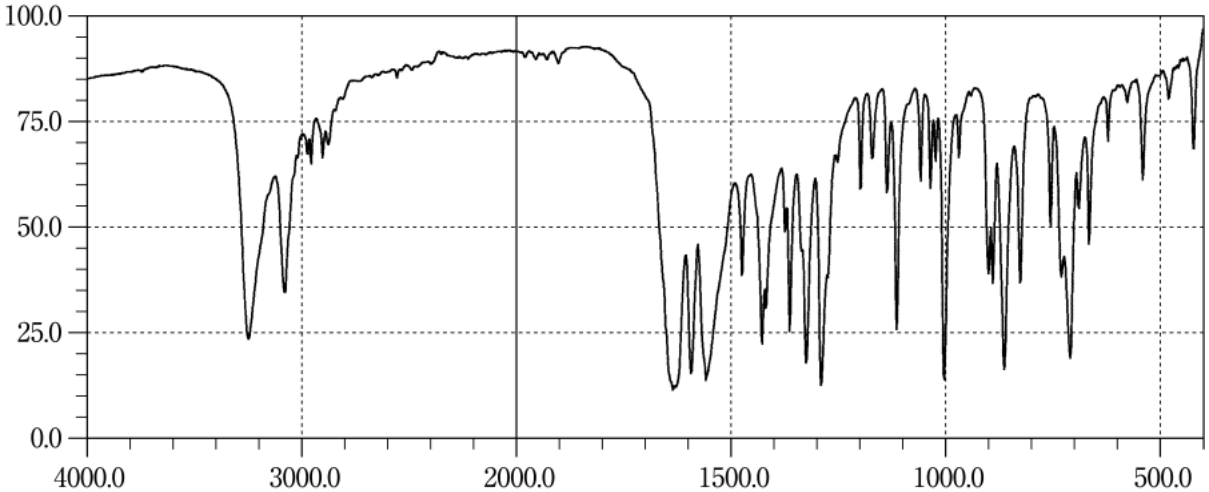
ニカルジピン塩酸塩



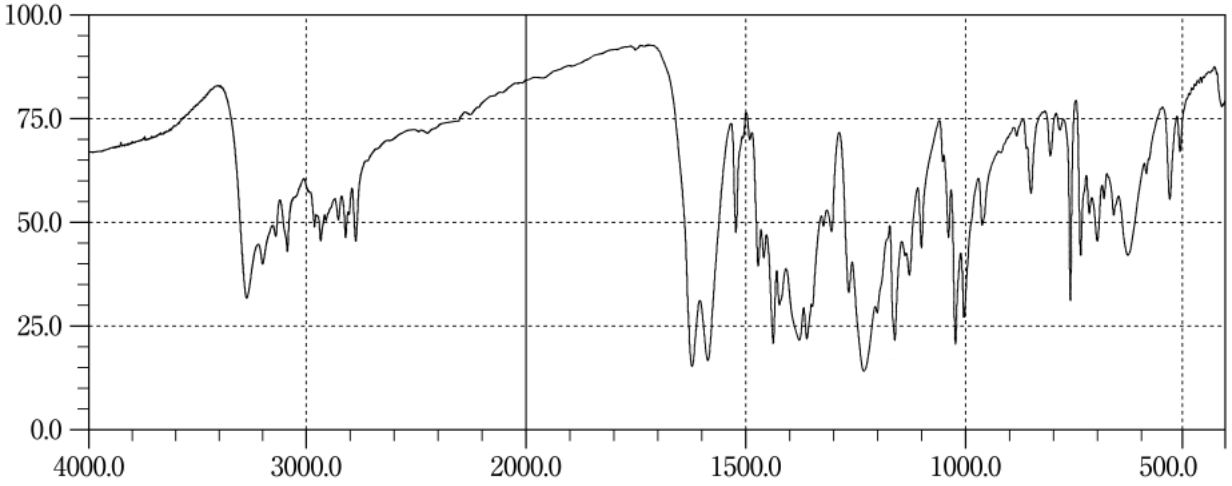
ニコモール



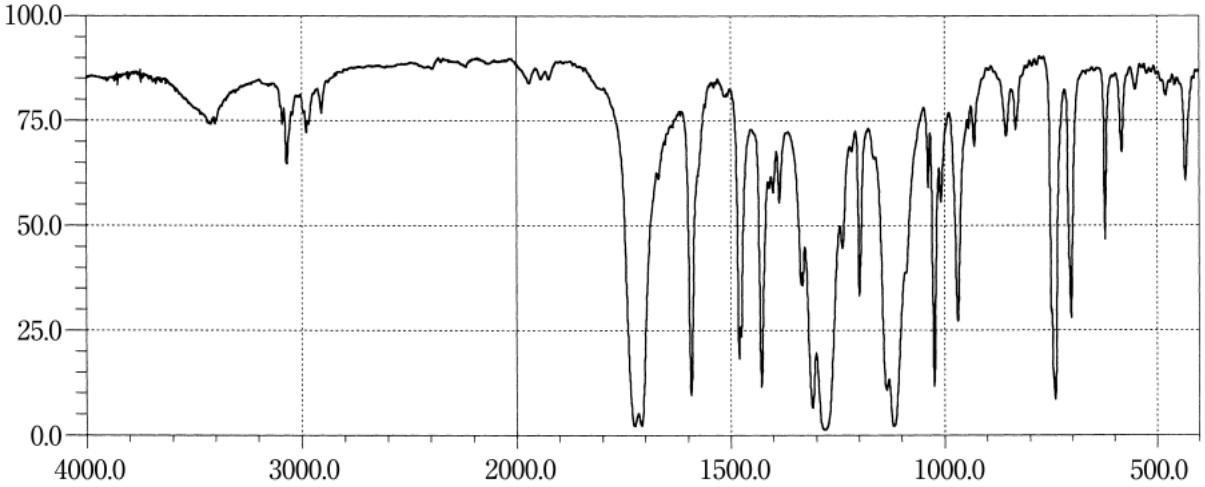
ニコランジル



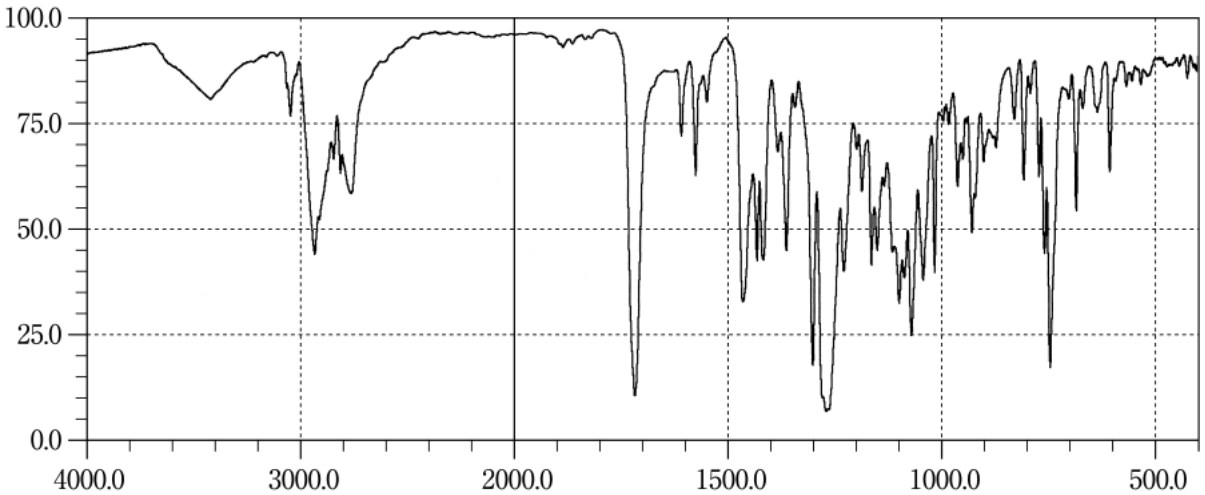
ニザチジン



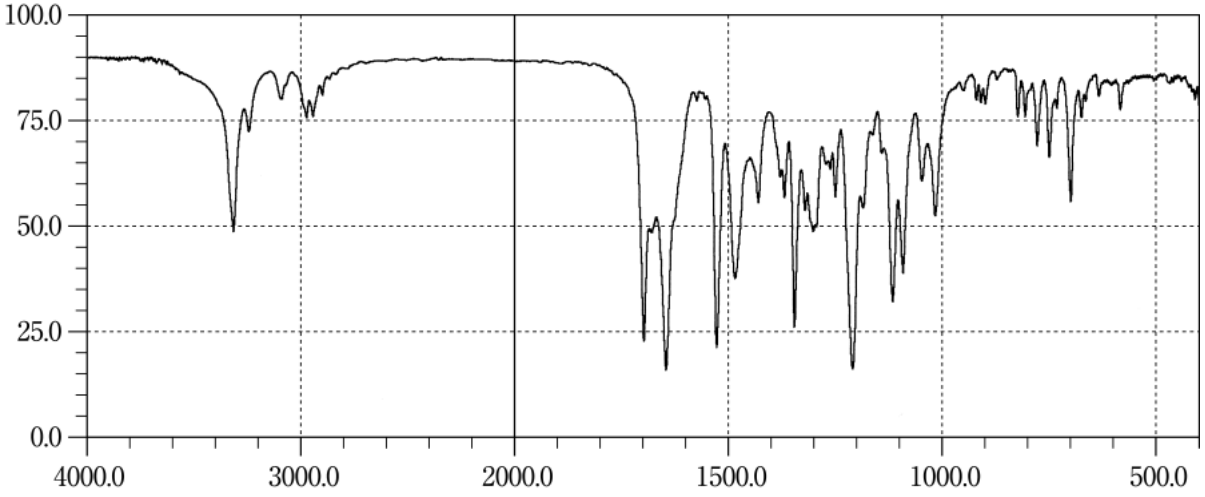
ニセリトロール



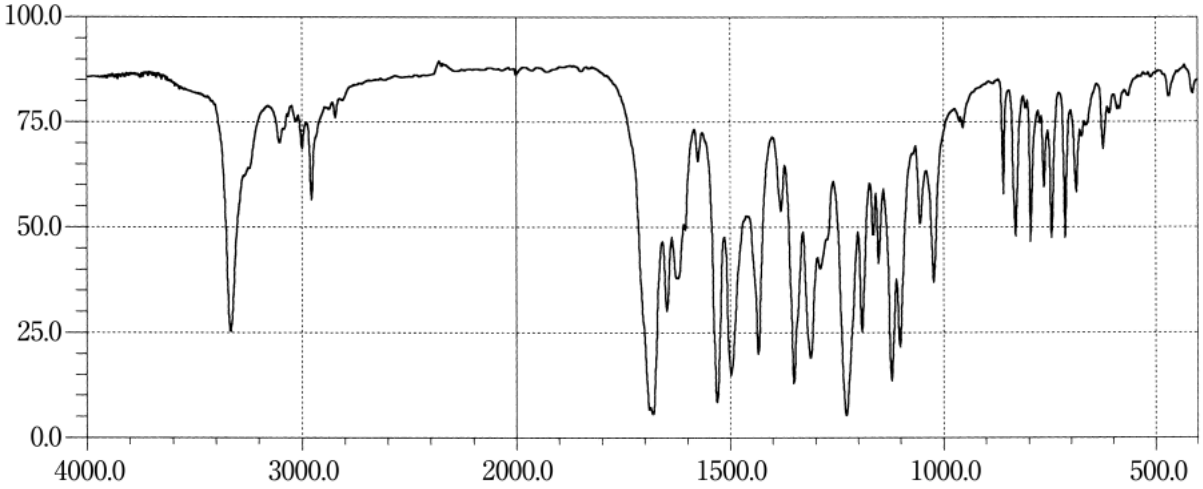
ニセルゴリン



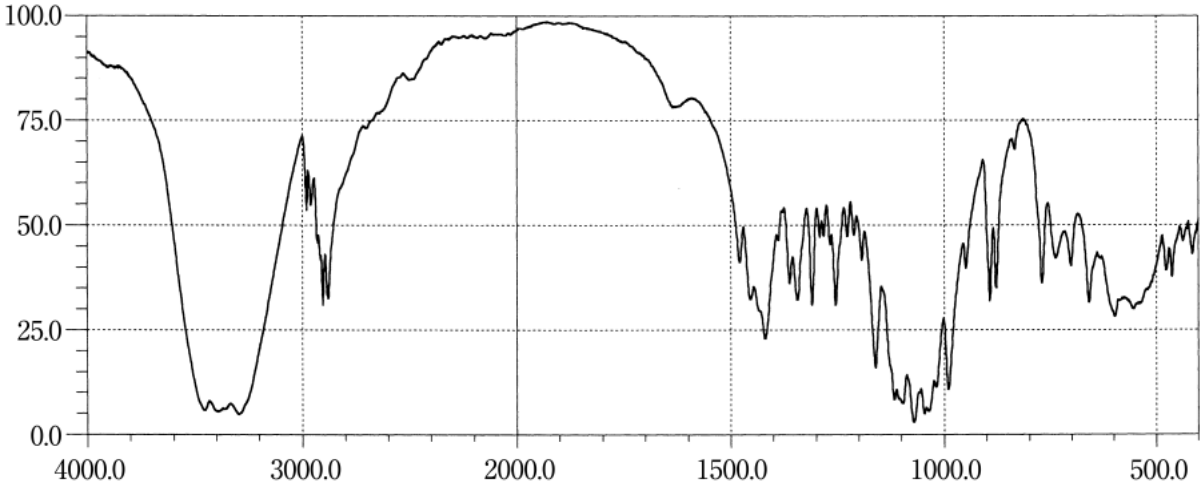
ニトレンジピン



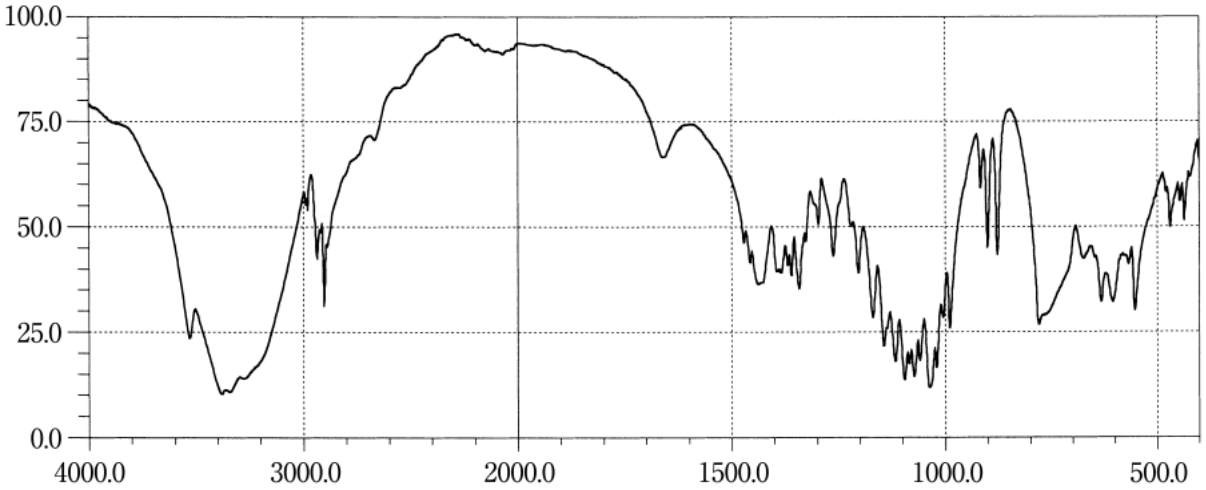
ニフェジピン



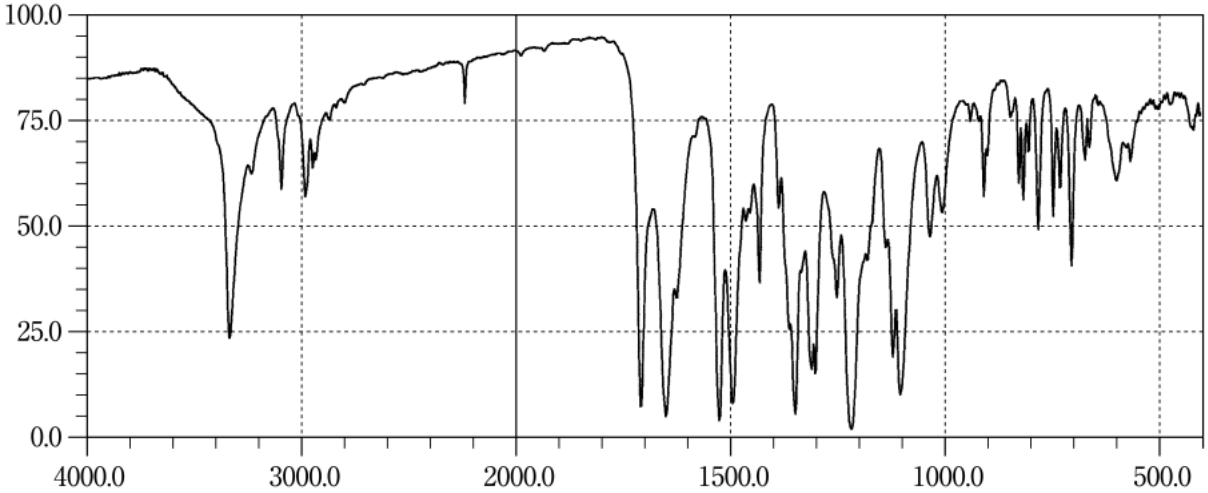
無水乳糖



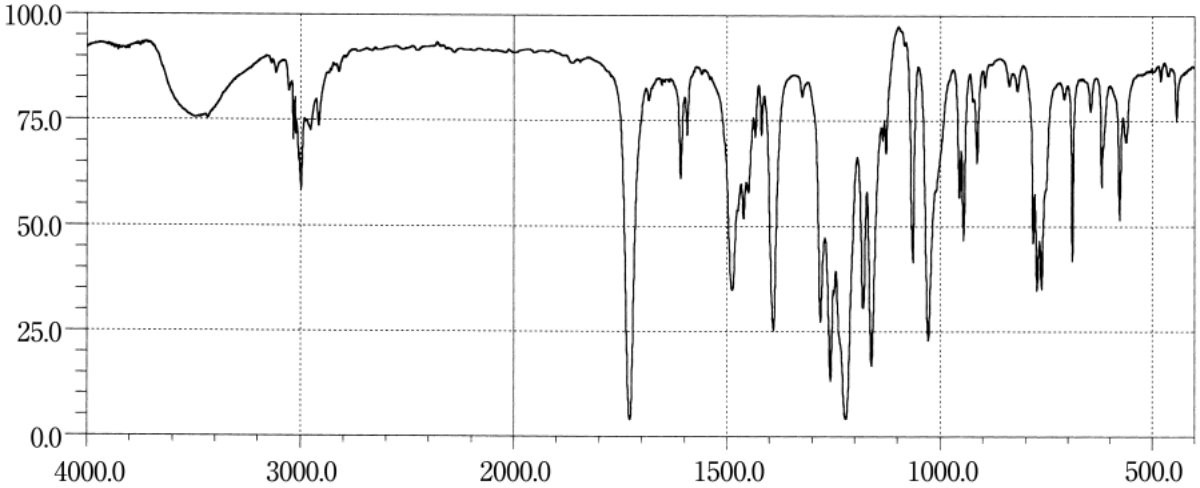
乳糖水和物



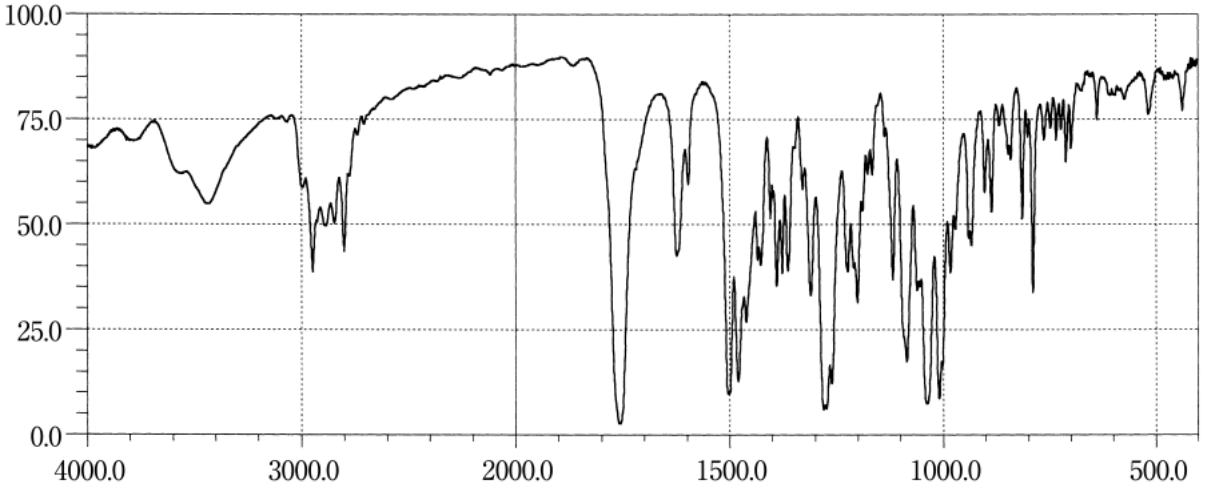
ニルバジピン



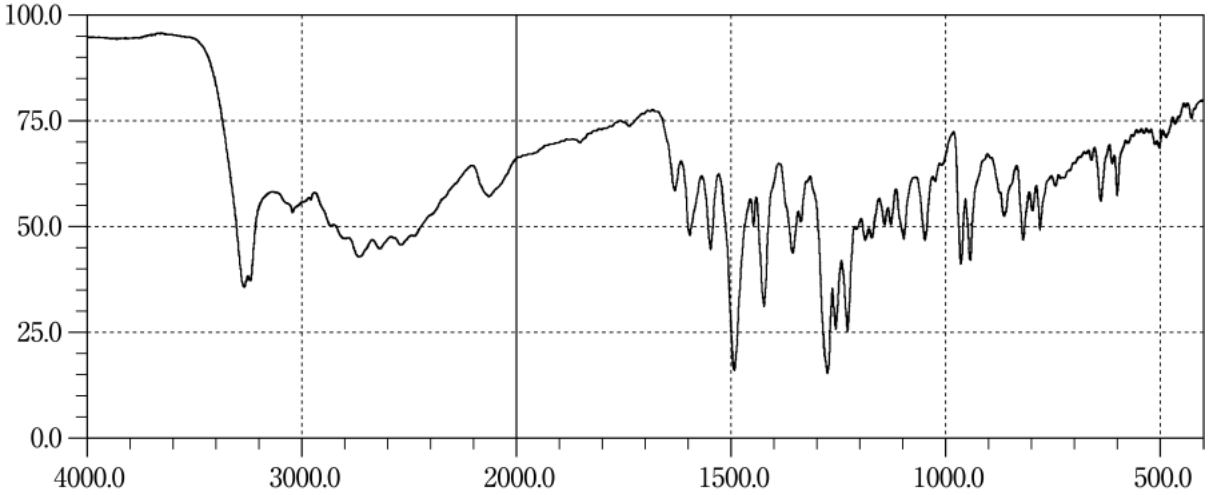
ネオスチグミンメチル硫酸塩



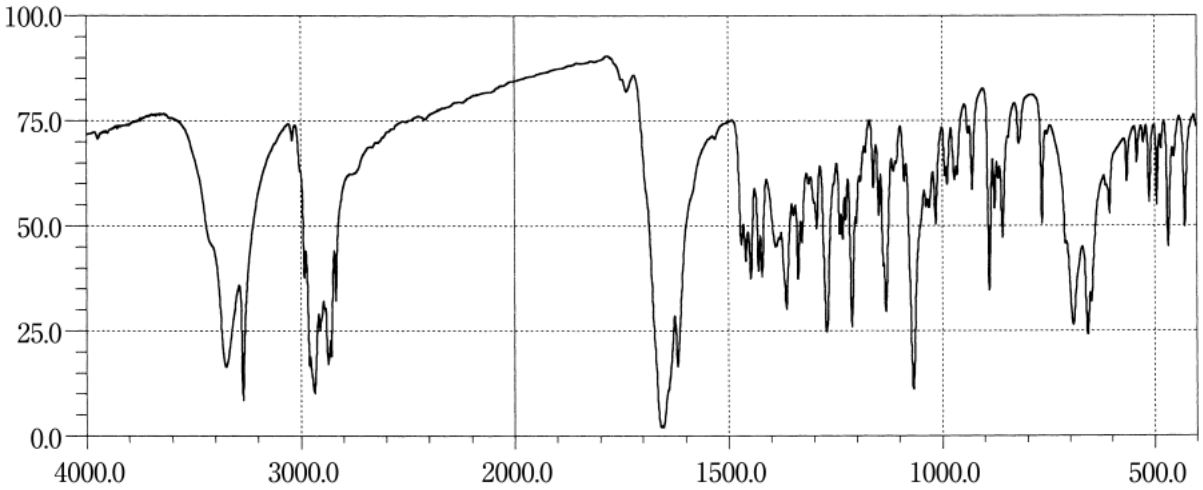
ノスカピン



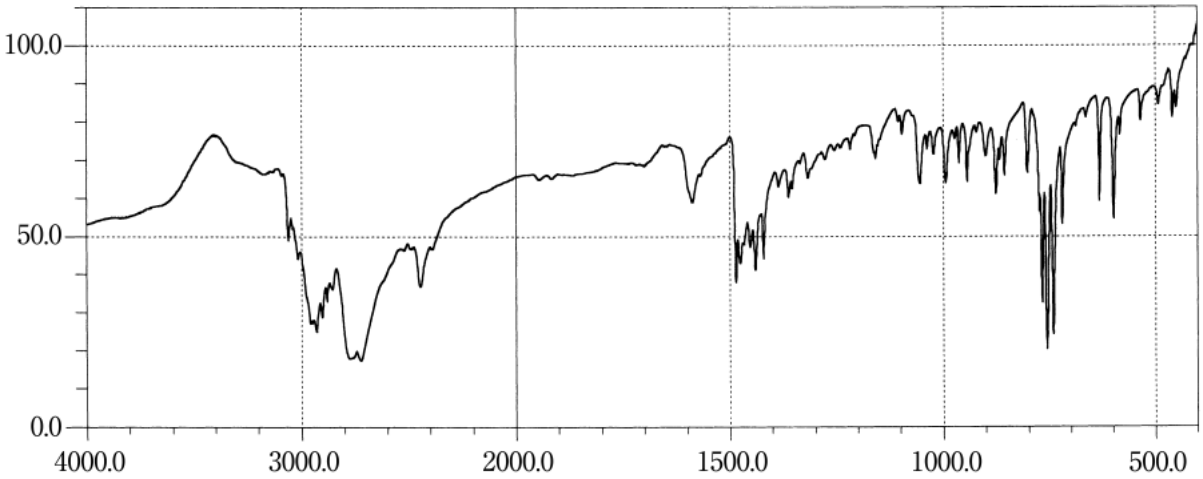
ノルアドレナリン



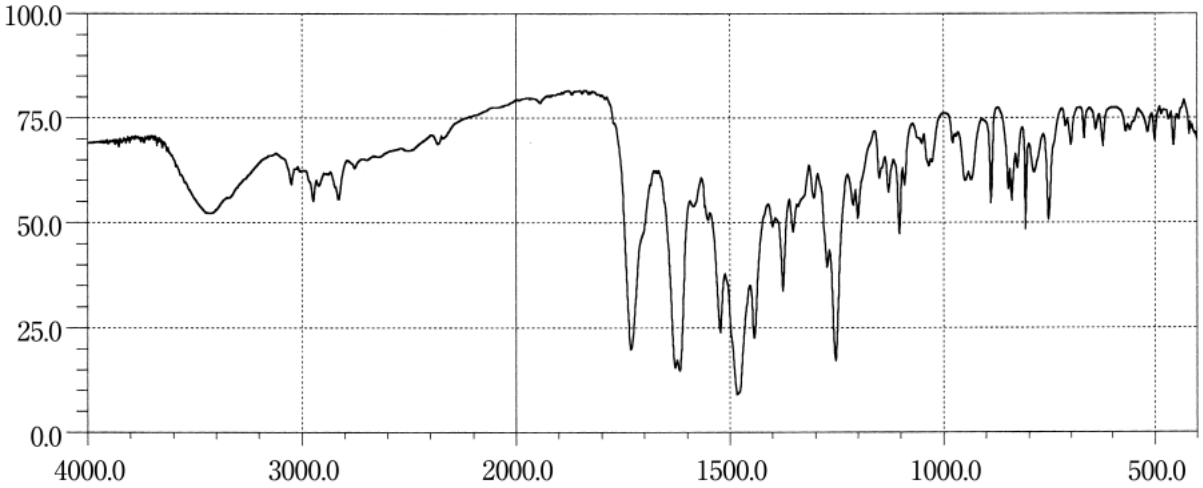
ノルゲストレル



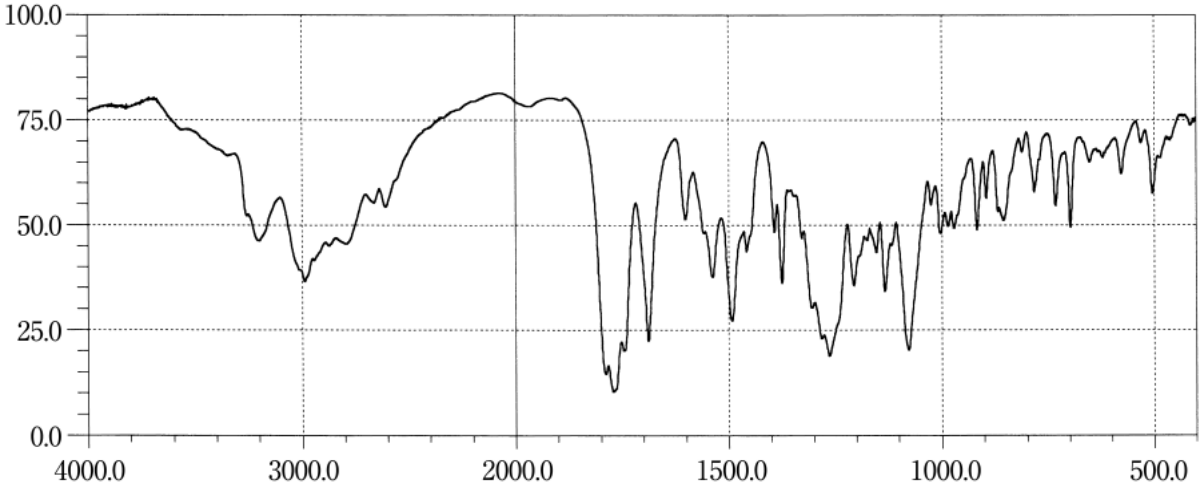
ノルトリプチリン塩酸塩



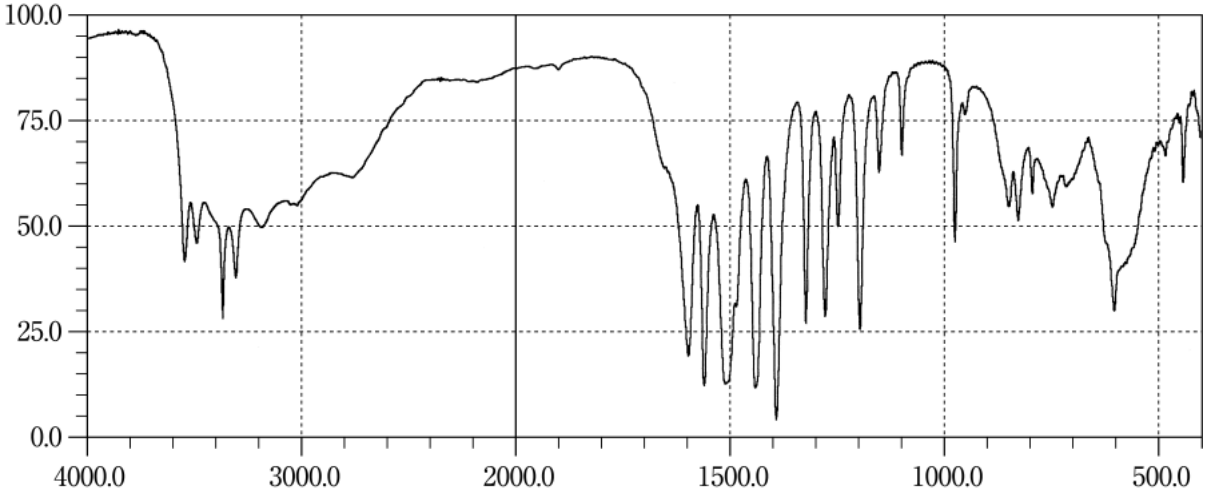
ノルフロキサシン



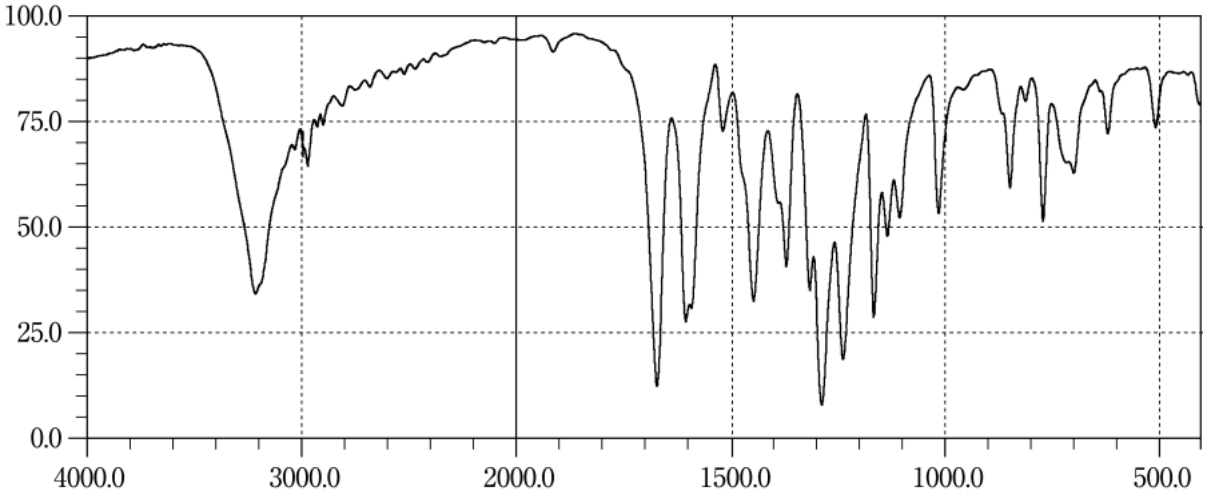
バカンピシリン塩酸塩



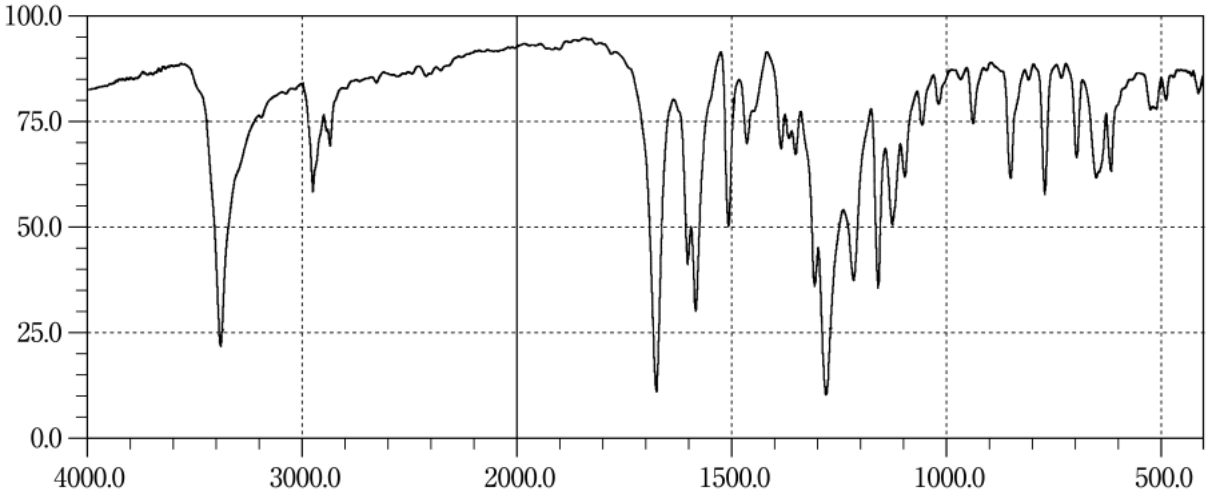
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物



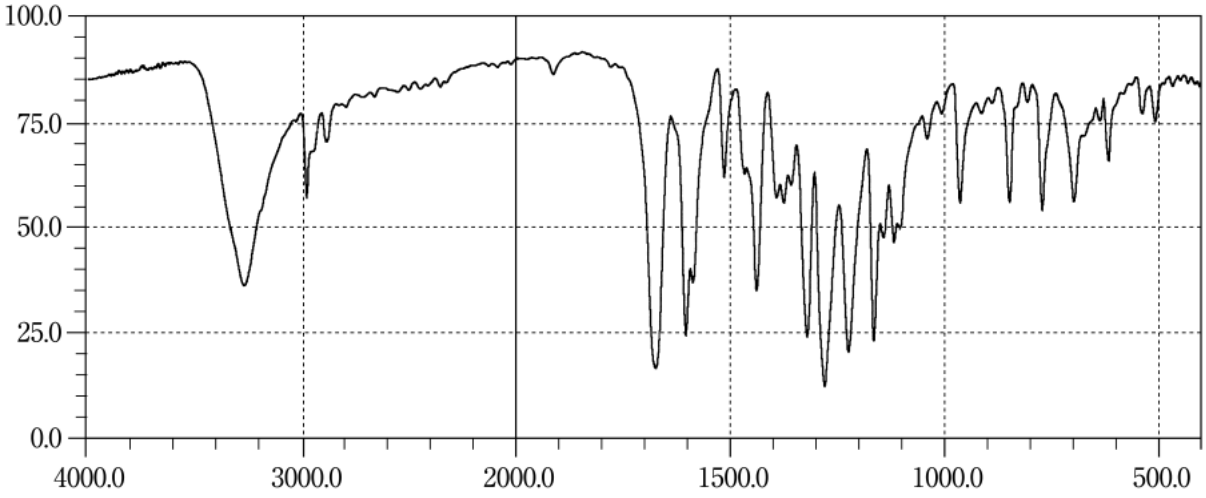
パラオキシ安息香酸エチル



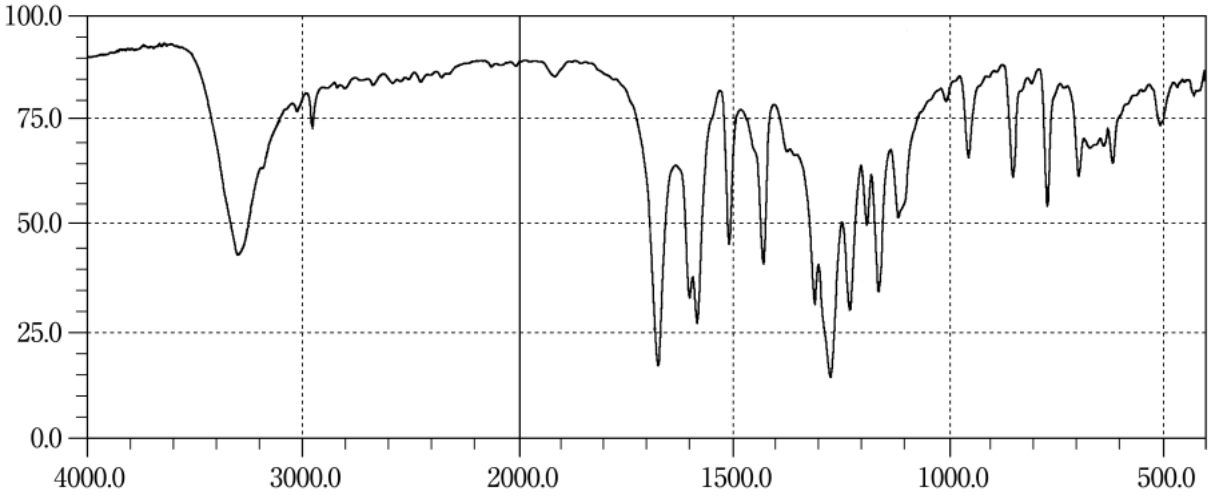
パラオキシ安息香酸ブチル



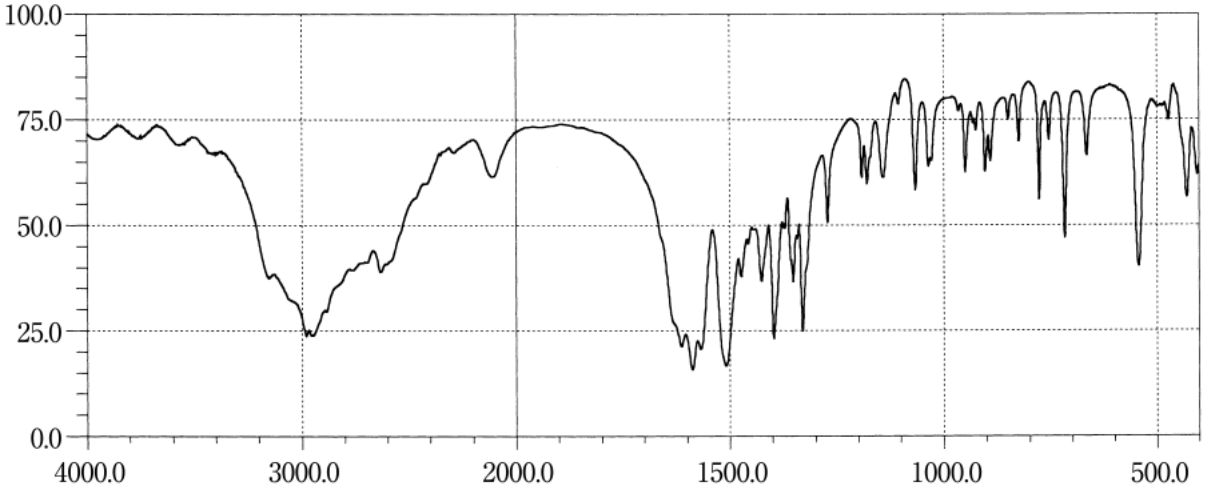
パラオキシ安息香酸プロピル



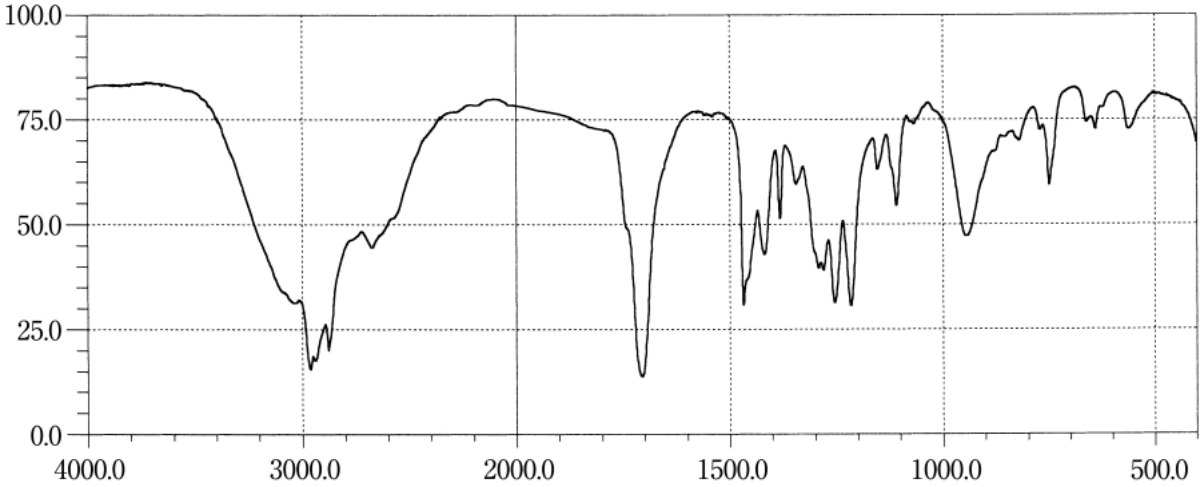
パラオキシ安息香酸メチル



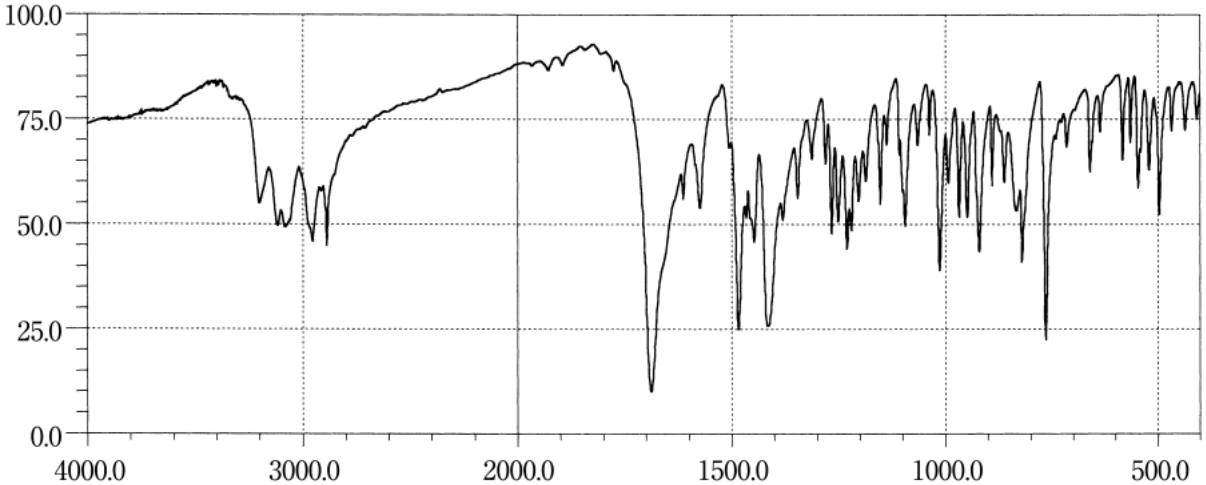
Lーバリン



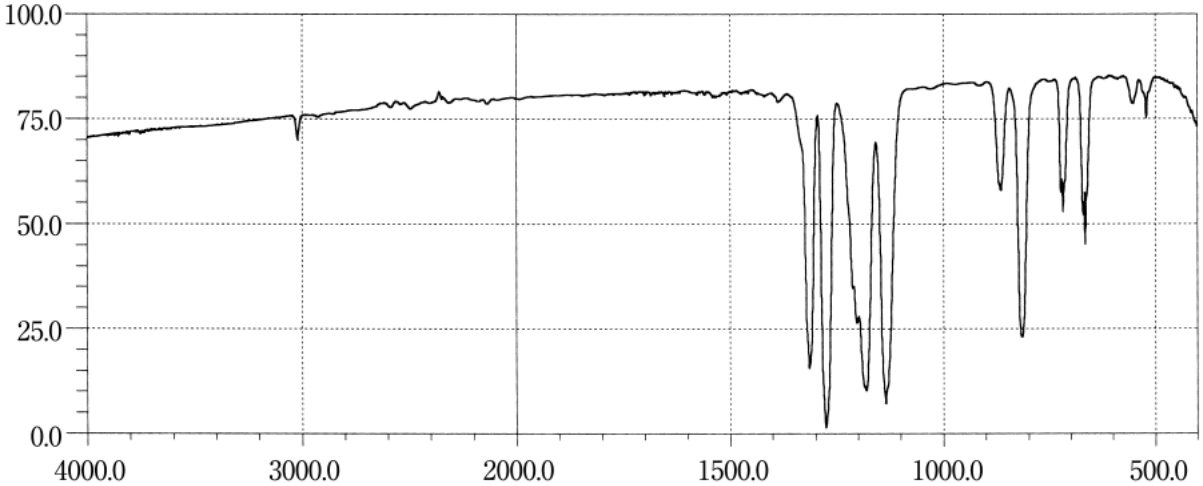
バルプロ酸ナトリウム



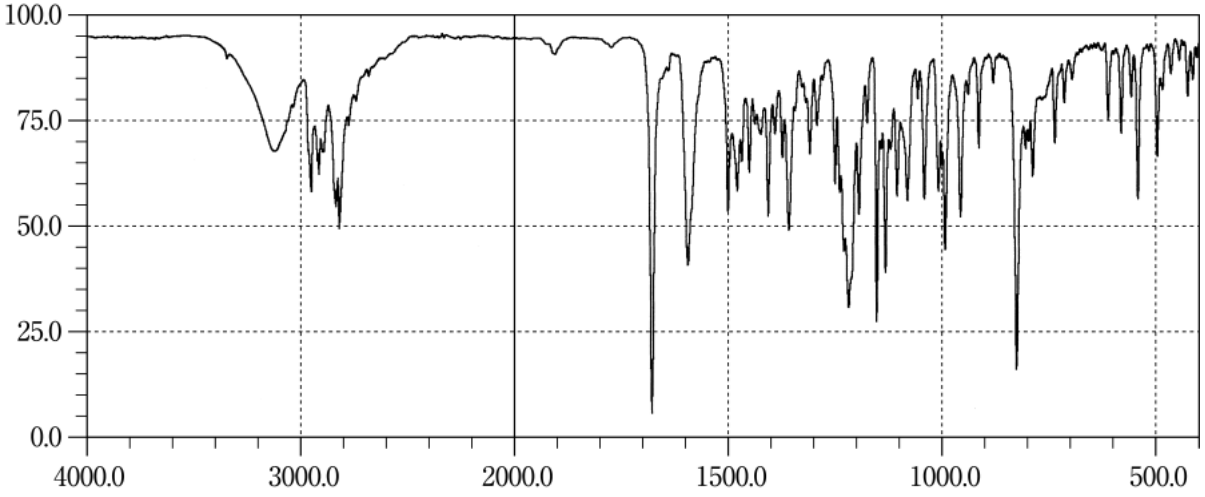
ハロキサゾラム



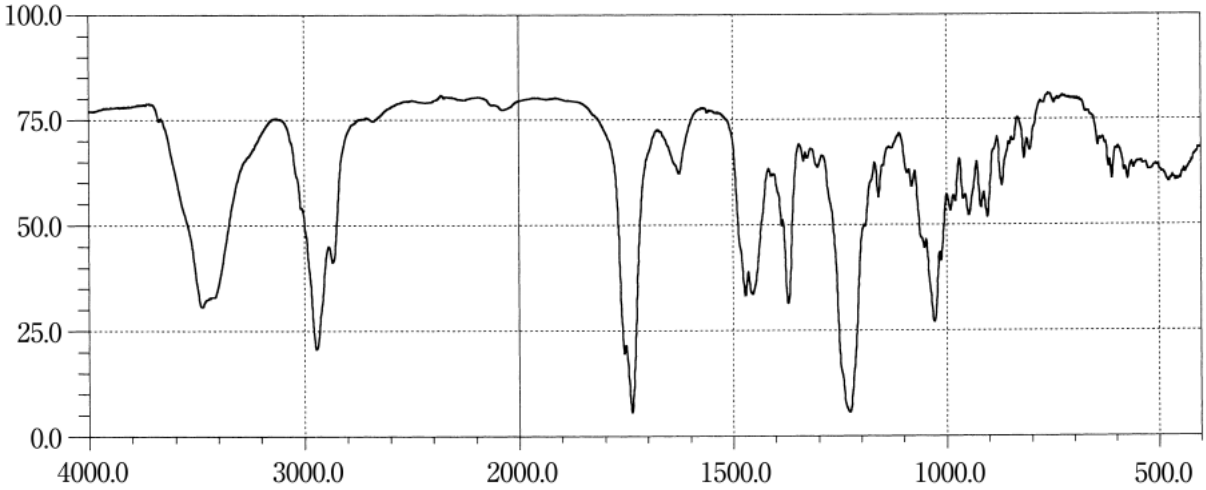
ハロタン



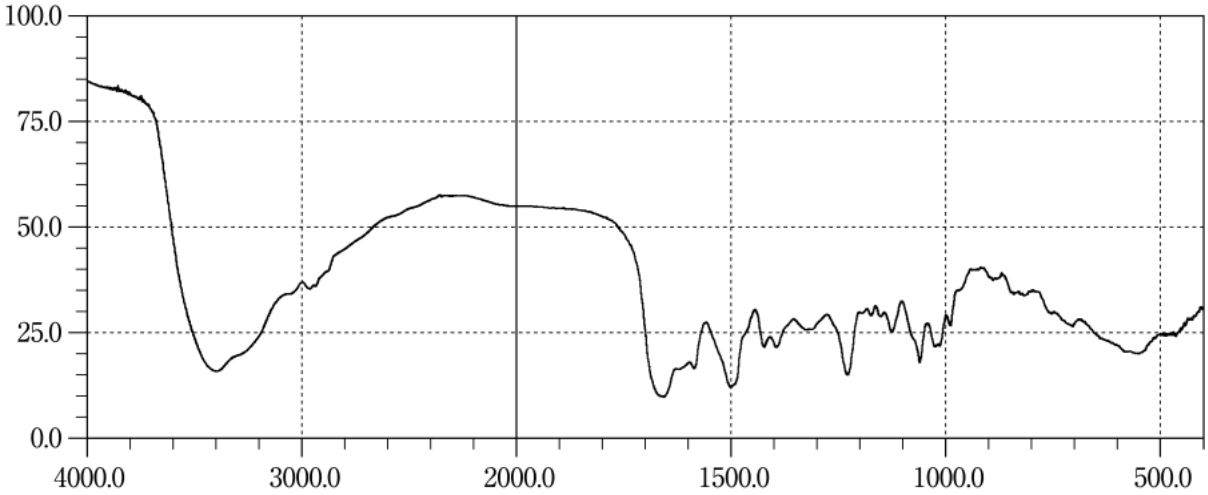
ハロペリドール



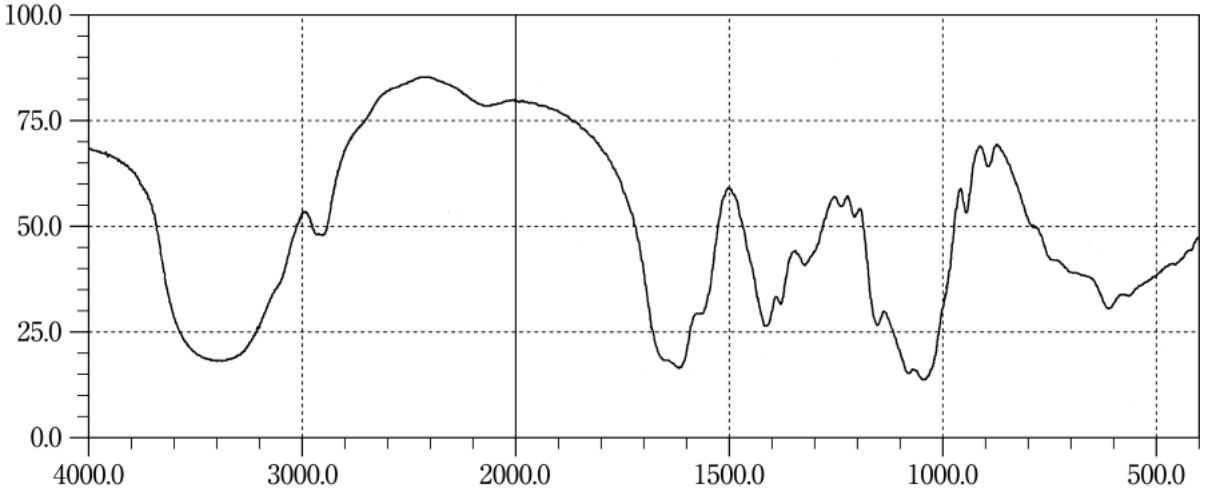
パンクロニウム臭化物



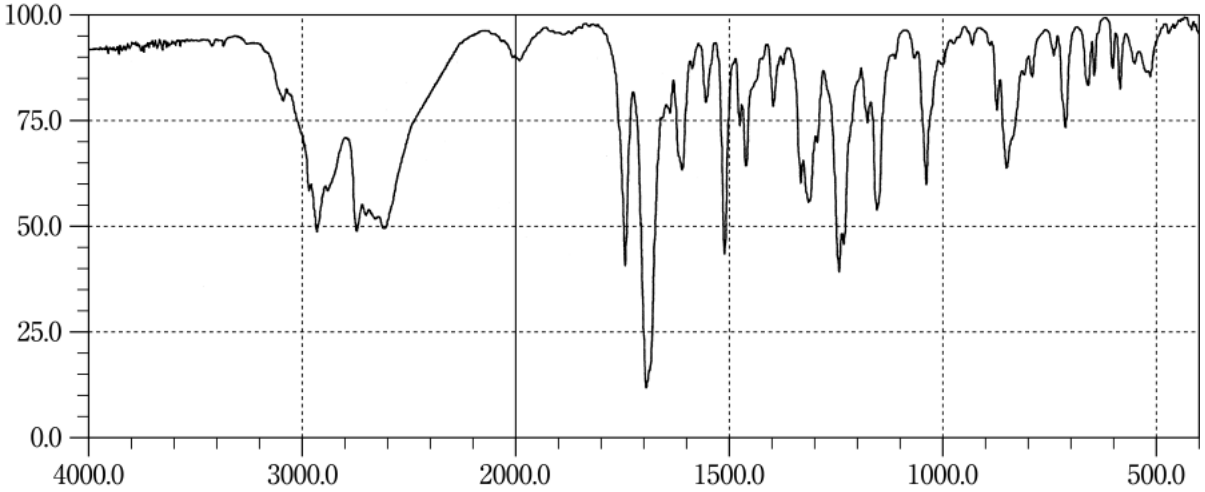
バンコマイシン塩酸塩



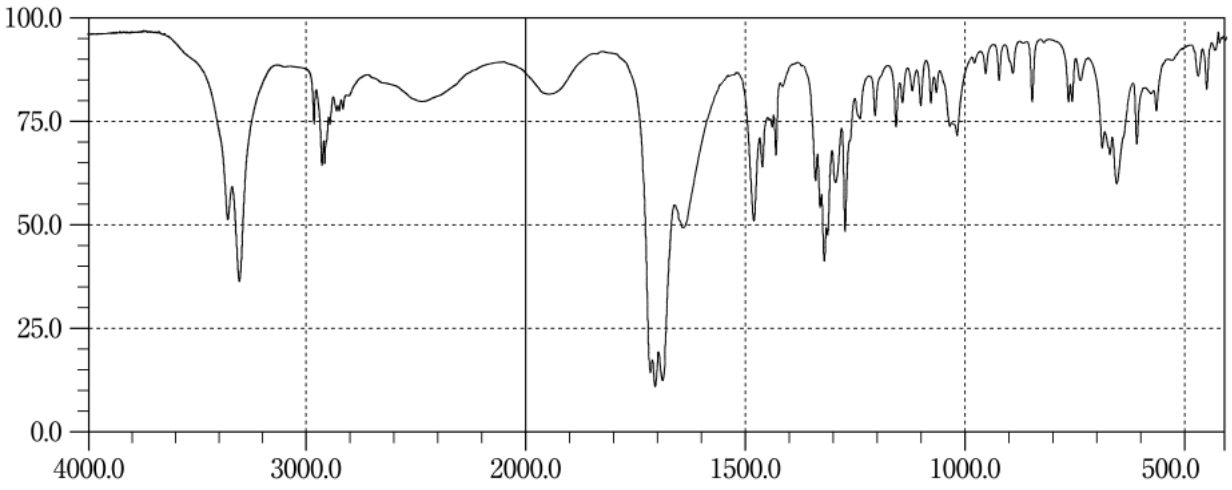
精製ヒアルロン酸ナトリウム



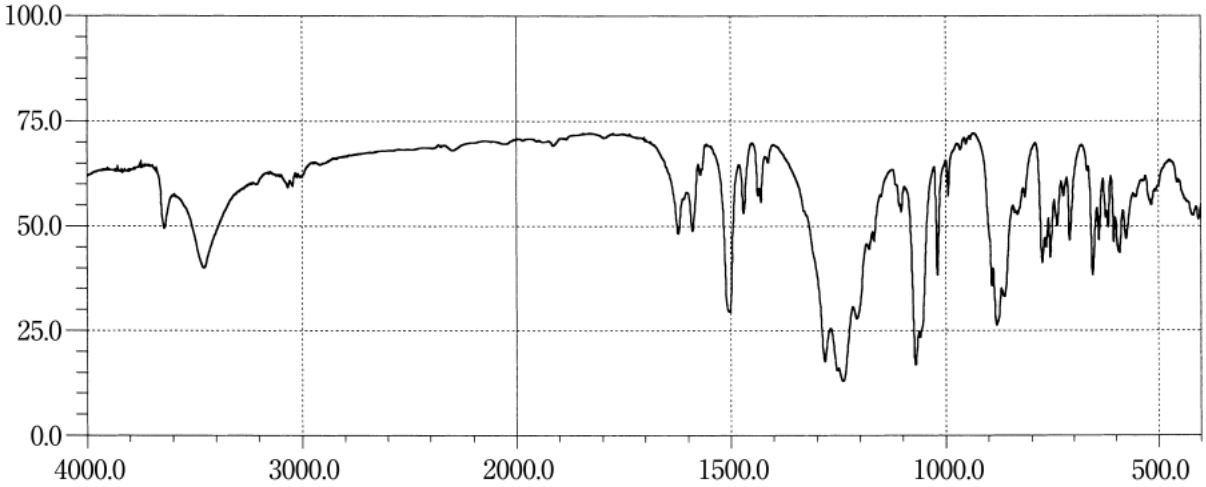
ピオグリタゾン塩酸塩



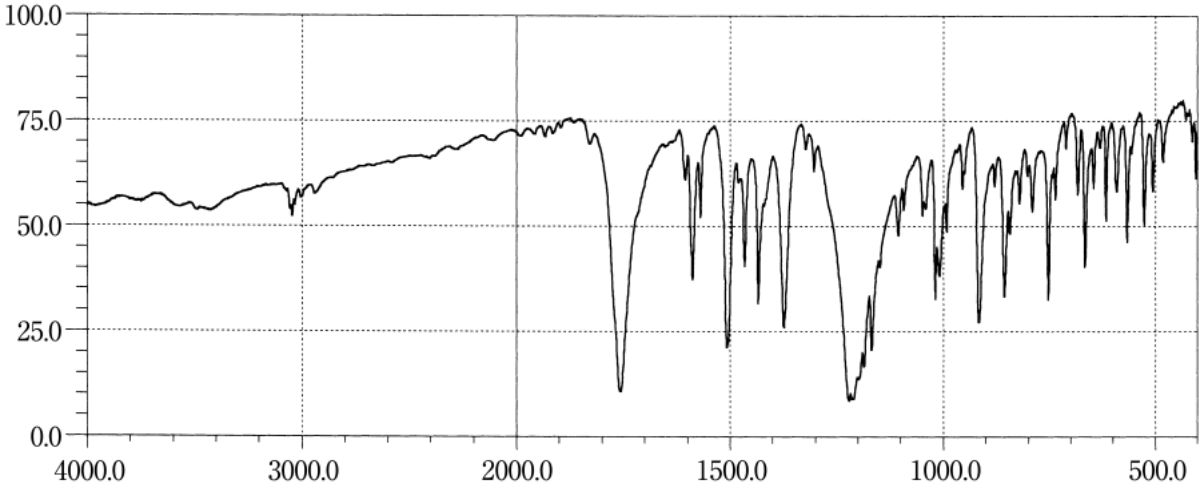
ビオチン



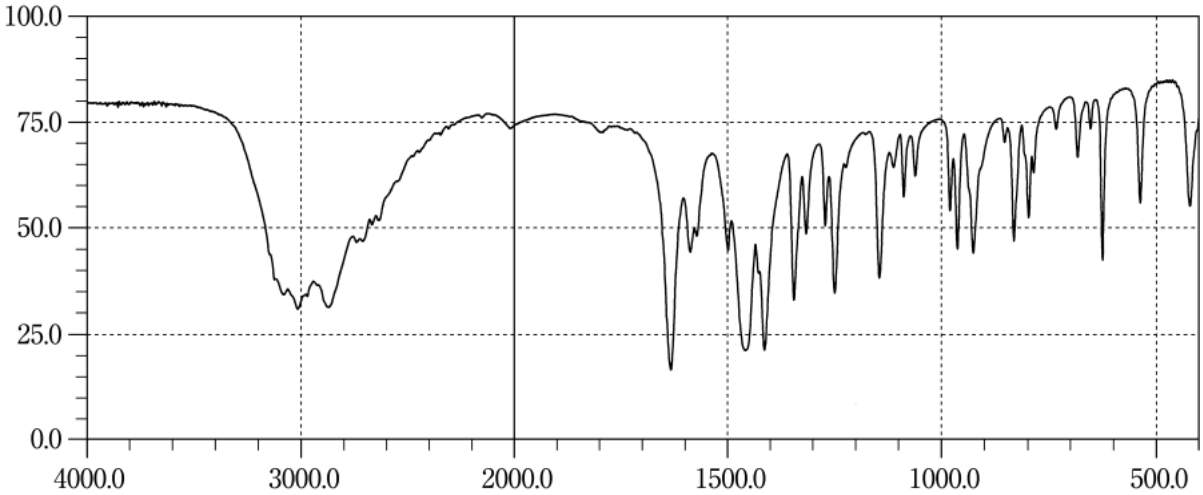
ピコスルファートナトリウム水和物



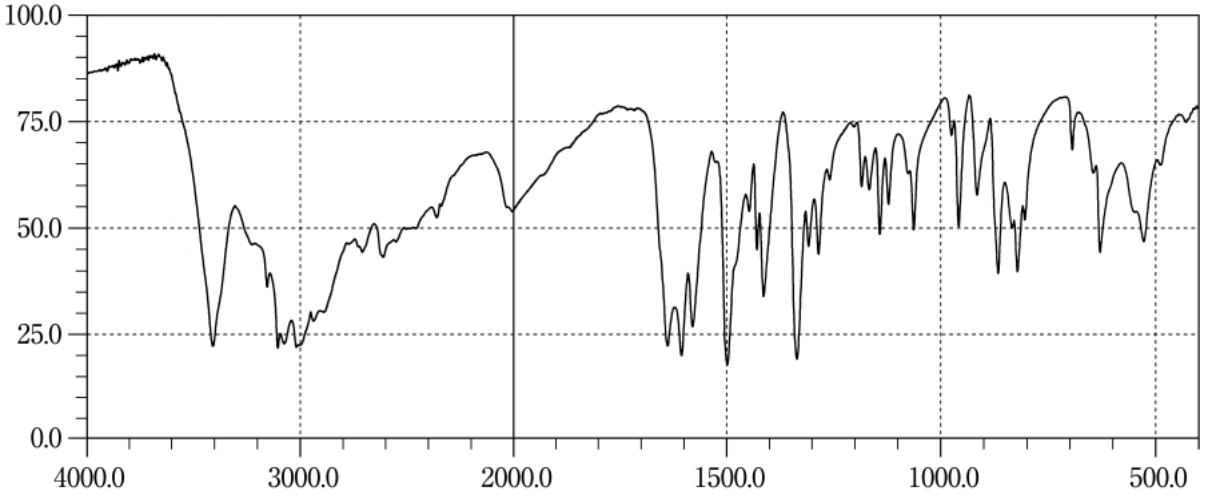
ビサコジル



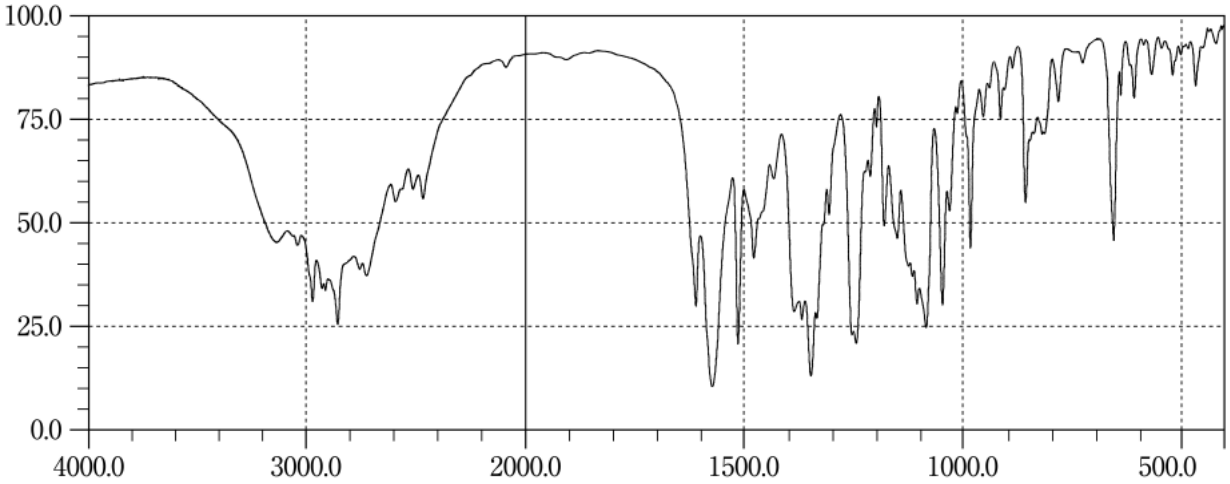
L－ヒスチジン



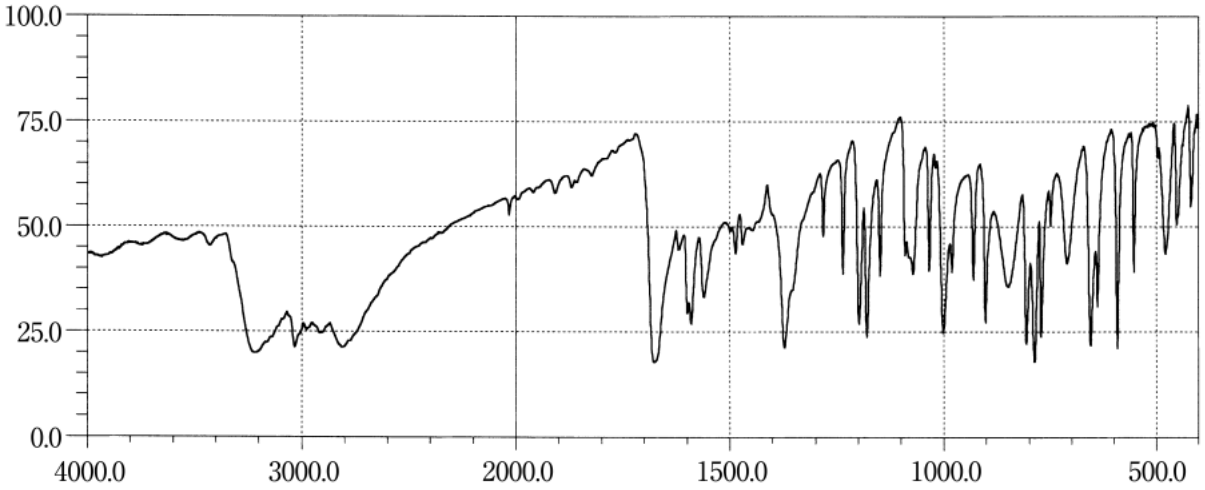
L－ヒスチジン塩酸塩水和物



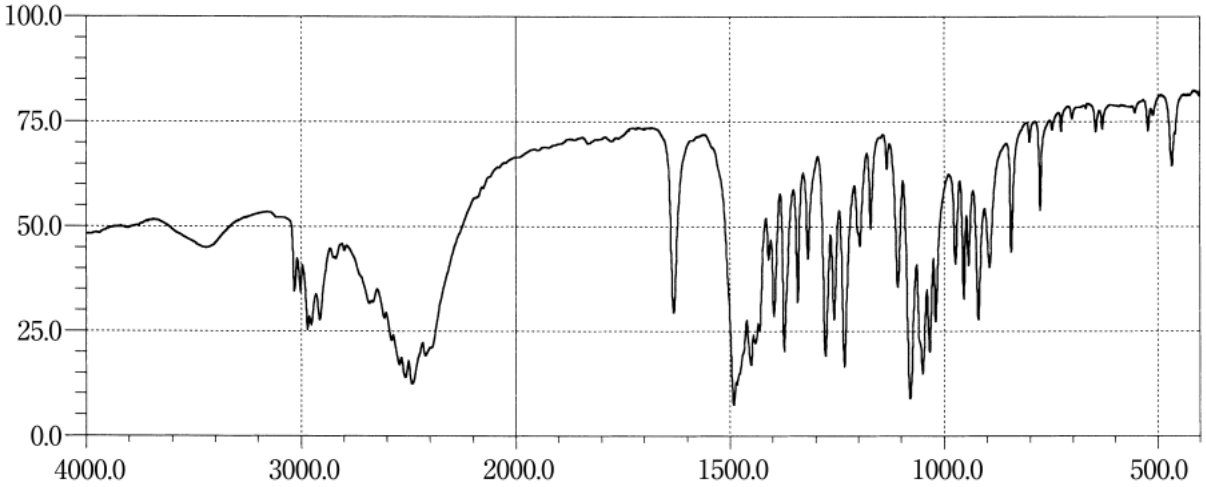
ビソプロロールフマル酸塩



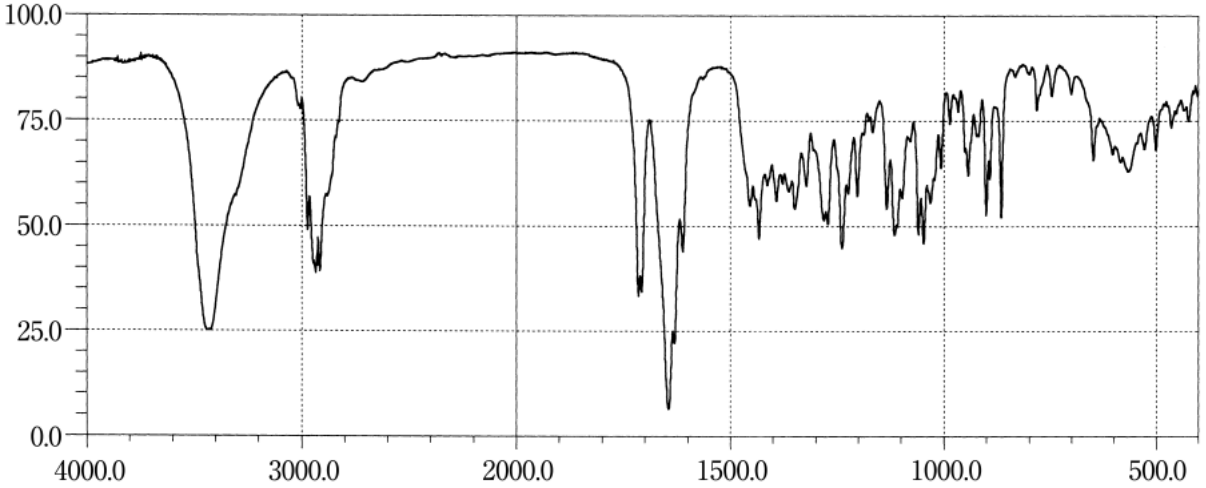
ヒドララジン塩酸塩



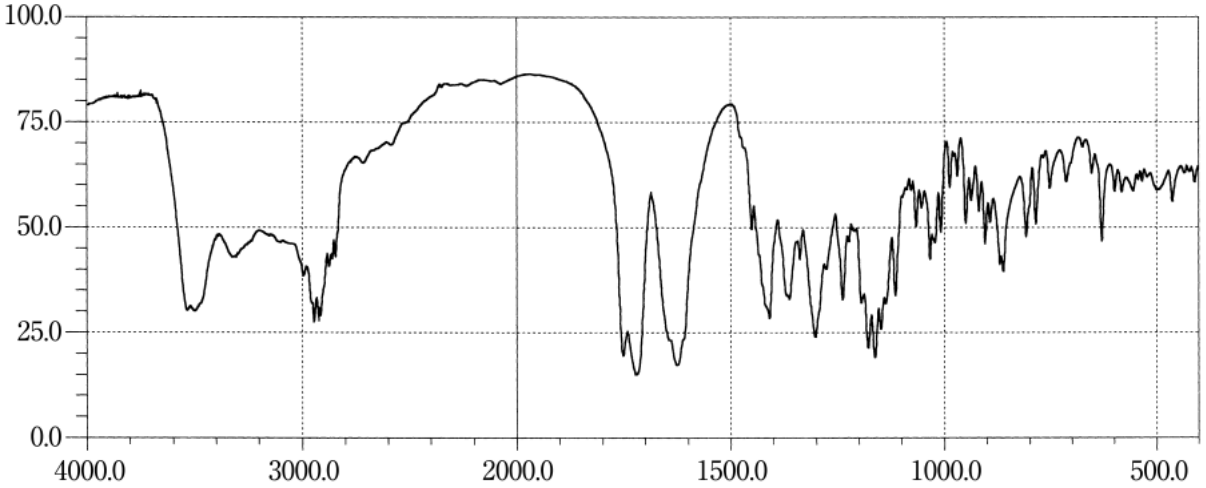
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物



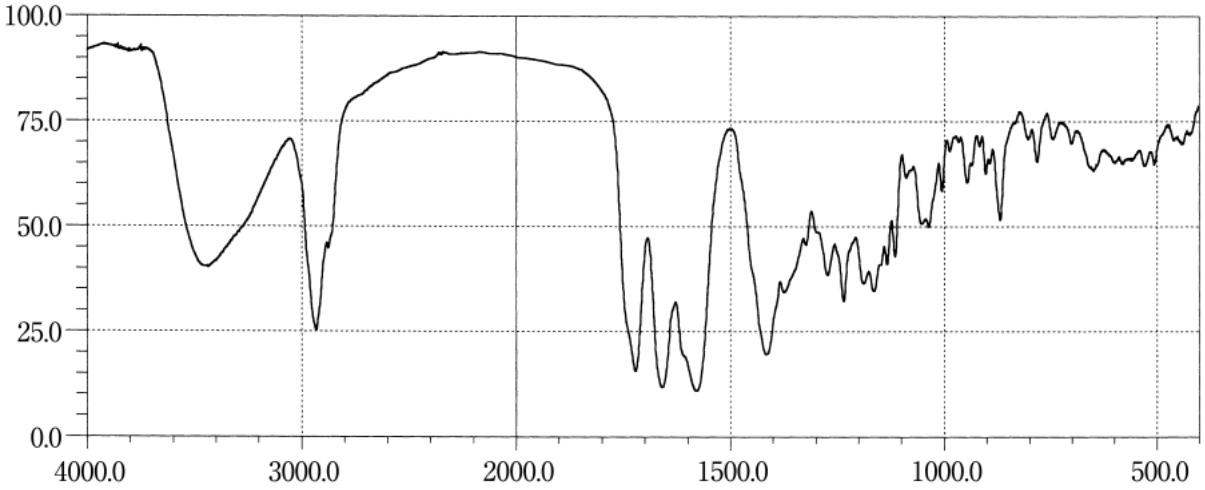
ヒドロコルチゾン



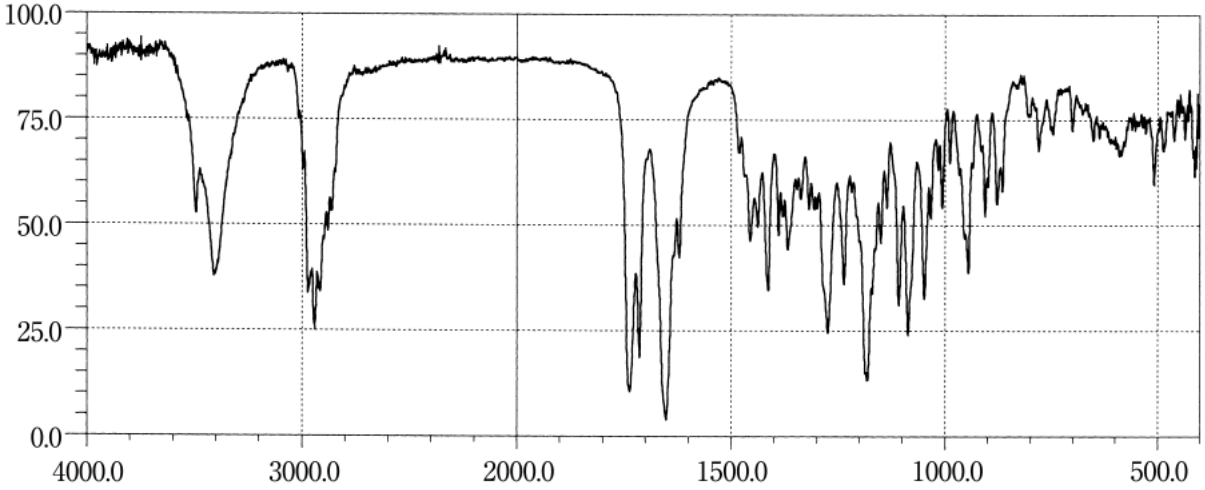
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル



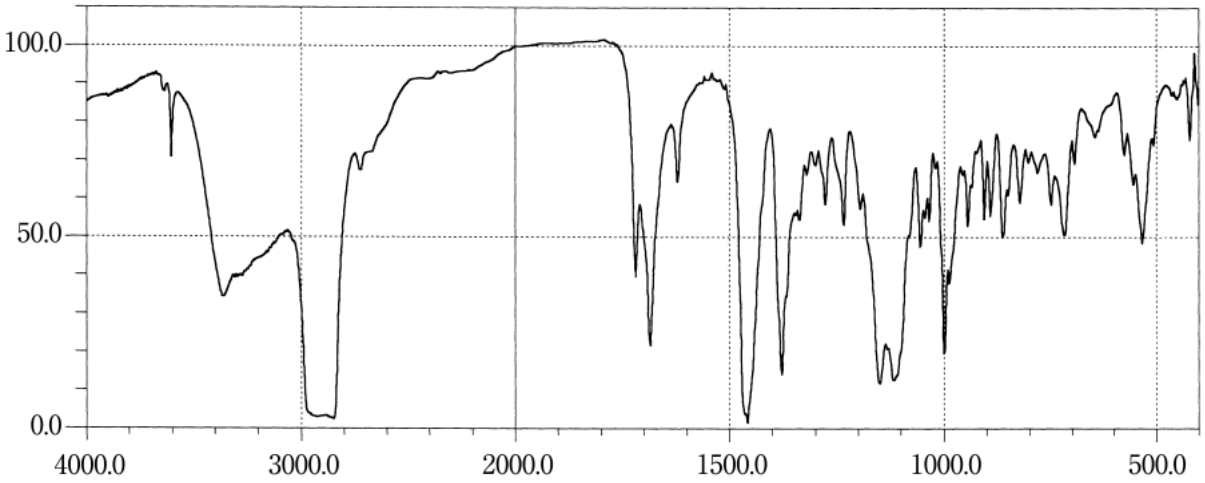
ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム



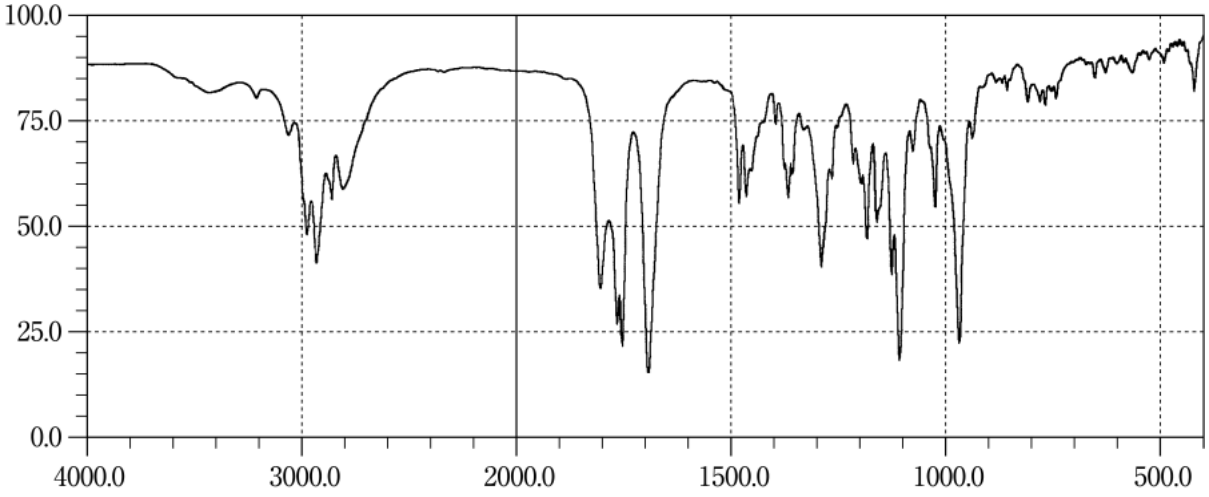
ヒドロコルチゾン酪酸エステル



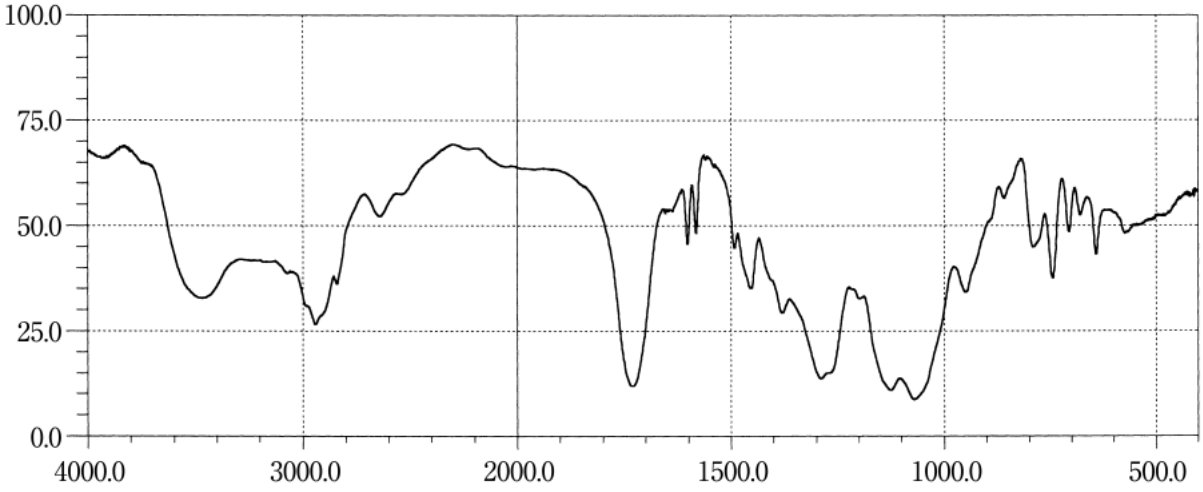
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム



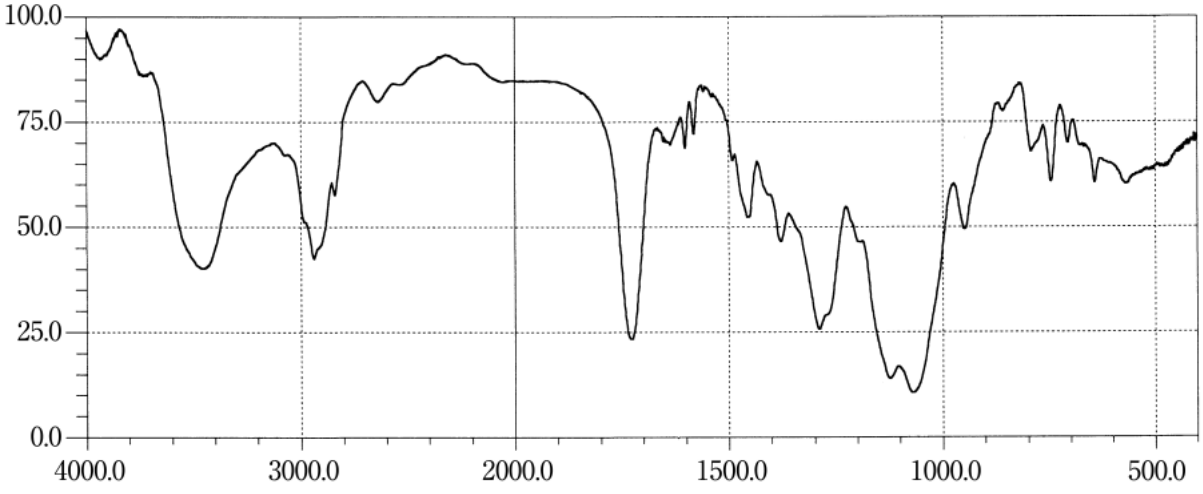
ピブメシリナム塩酸塩



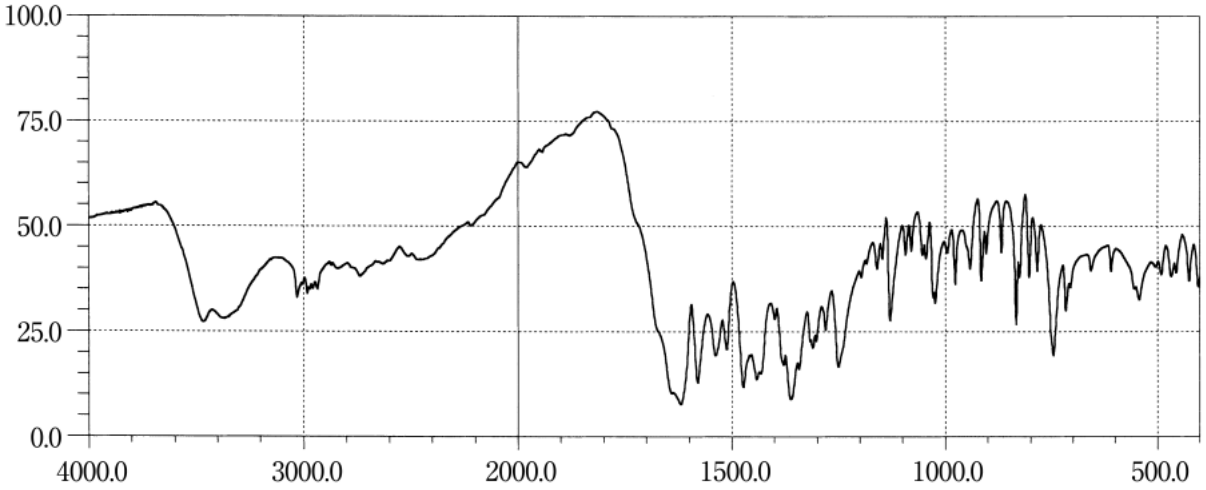
ヒプロメロースフタル酸エステル　置換度タイプ　　200731



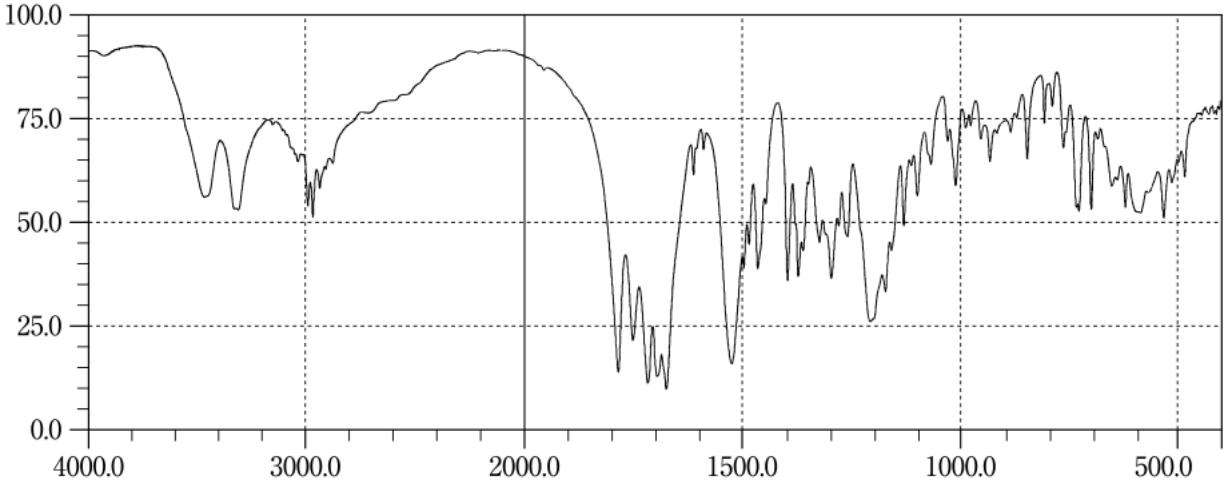
ヒプロメロースフタル酸エステル　置換度タイプ　　220824



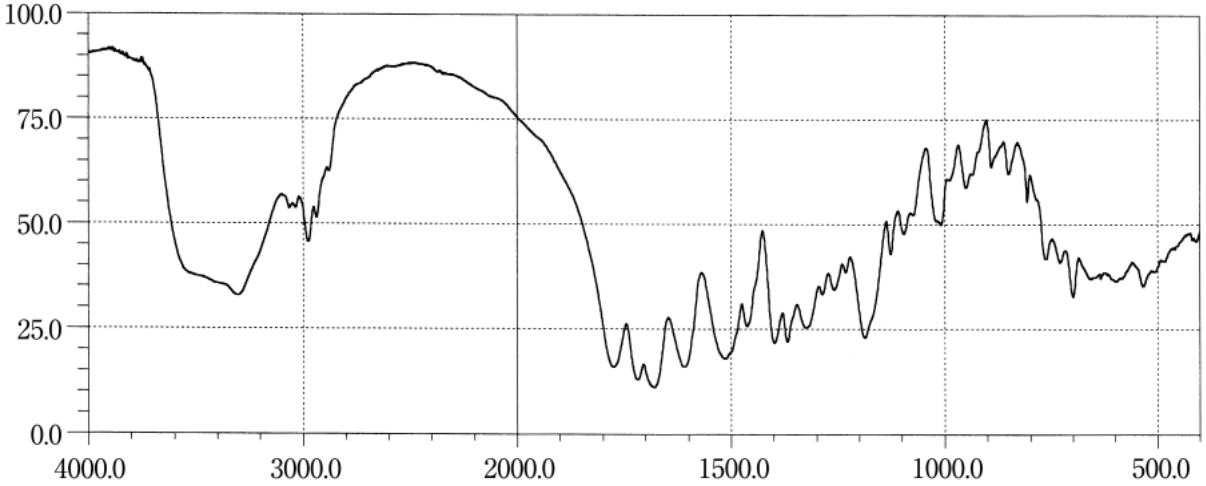
ピペミド酸水和物



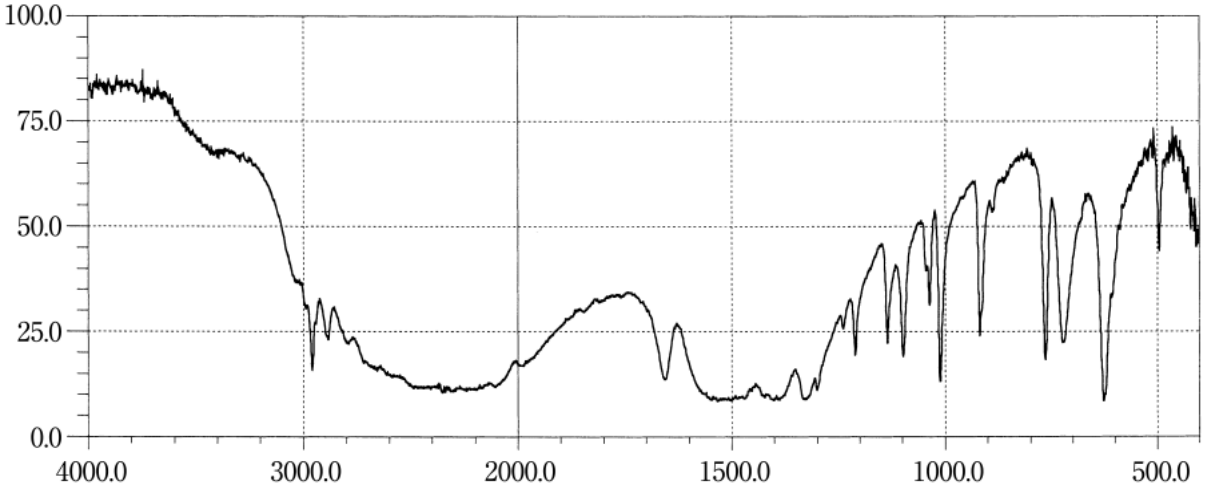
ピペラシリン水和物



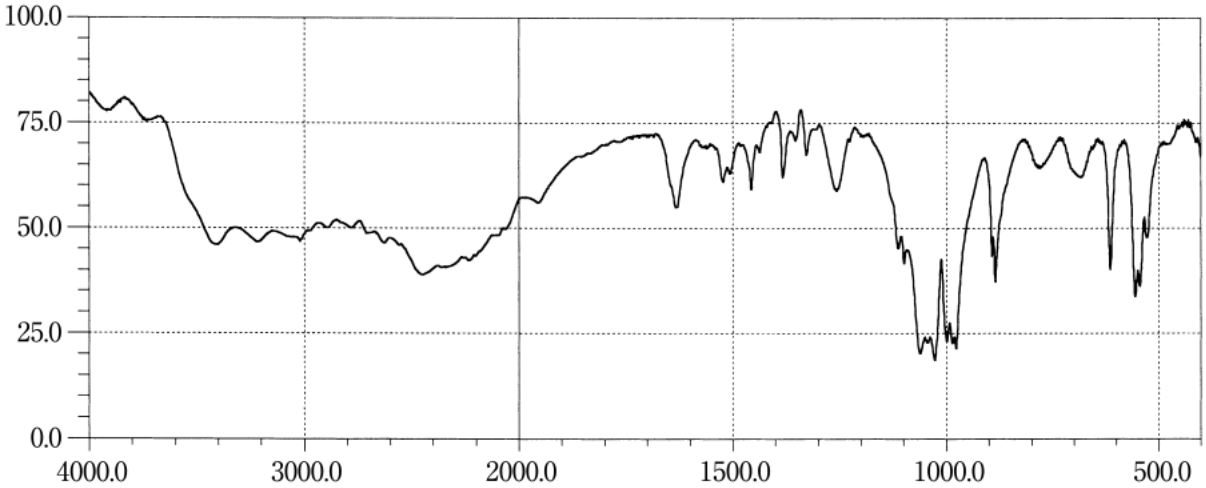
ピペラシリンナトリウム



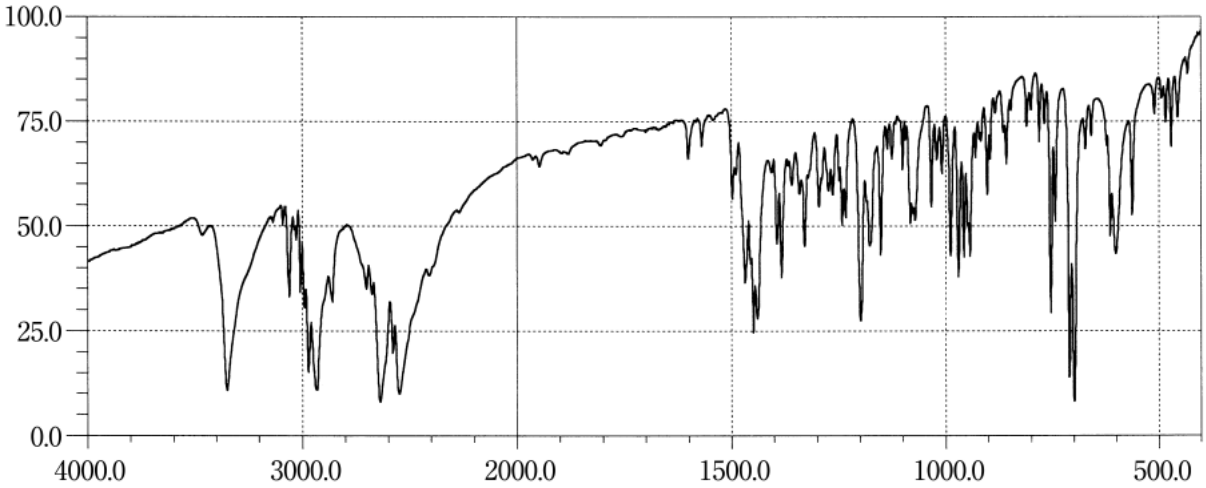
ピペラジンアジピン酸塩



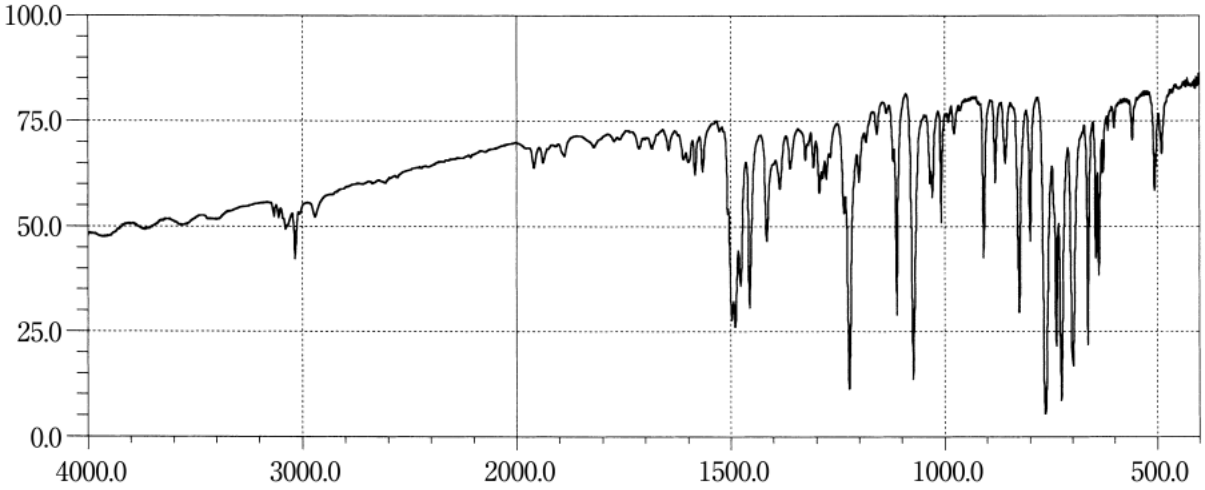
ピペラジンリン酸塩水和物



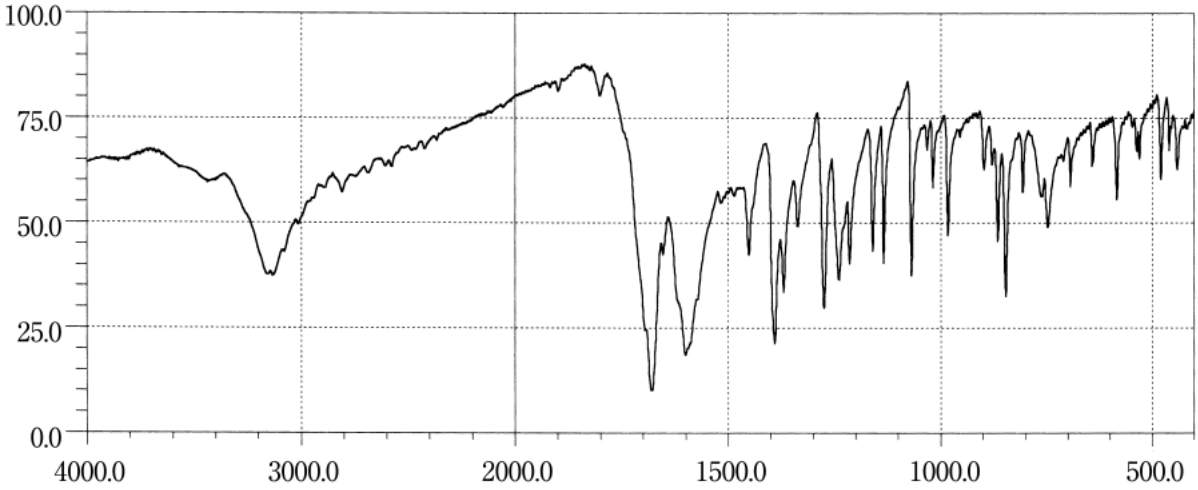
ビペリデン塩酸塩



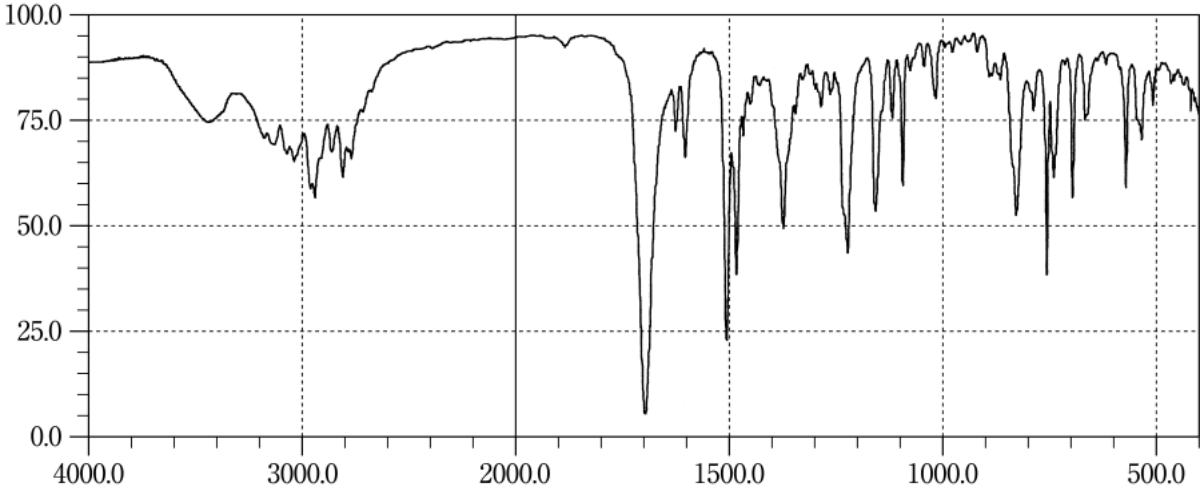
ビホナゾール



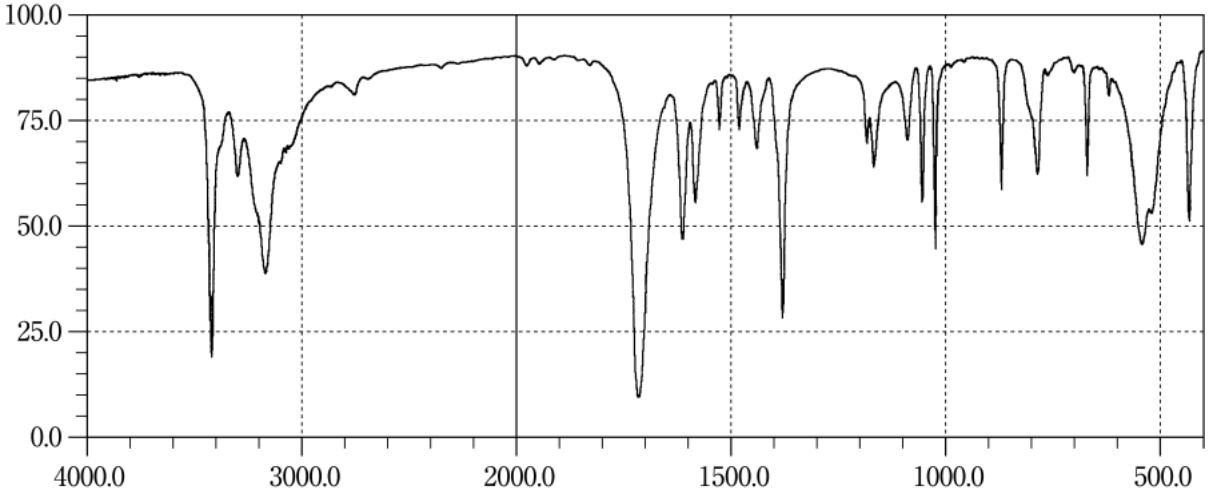
ヒメクロモン



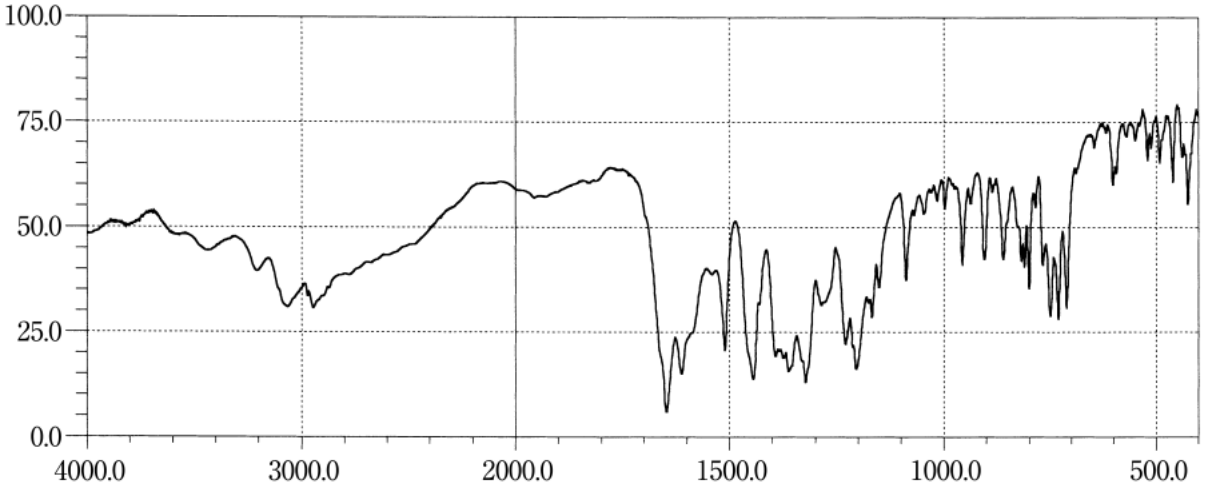
ピモジド



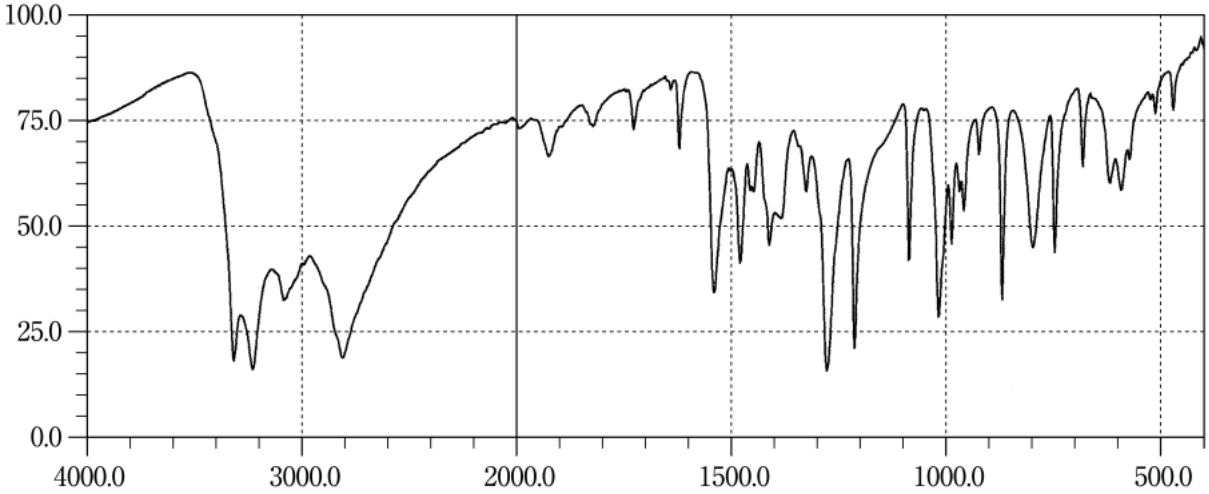
ピラジナミド



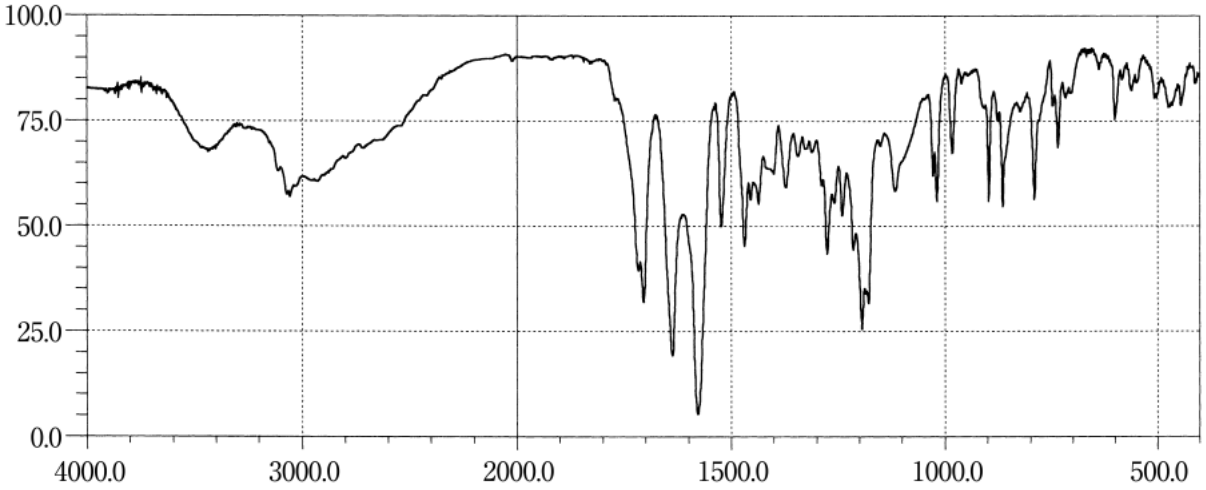
ピランテルパモ酸塩



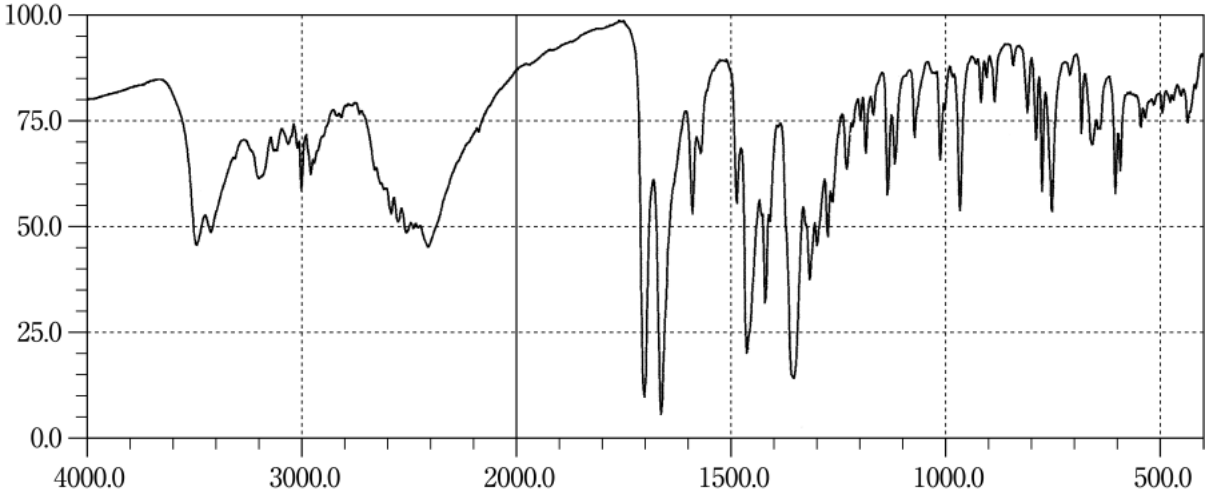
ピリドキシン塩酸塩



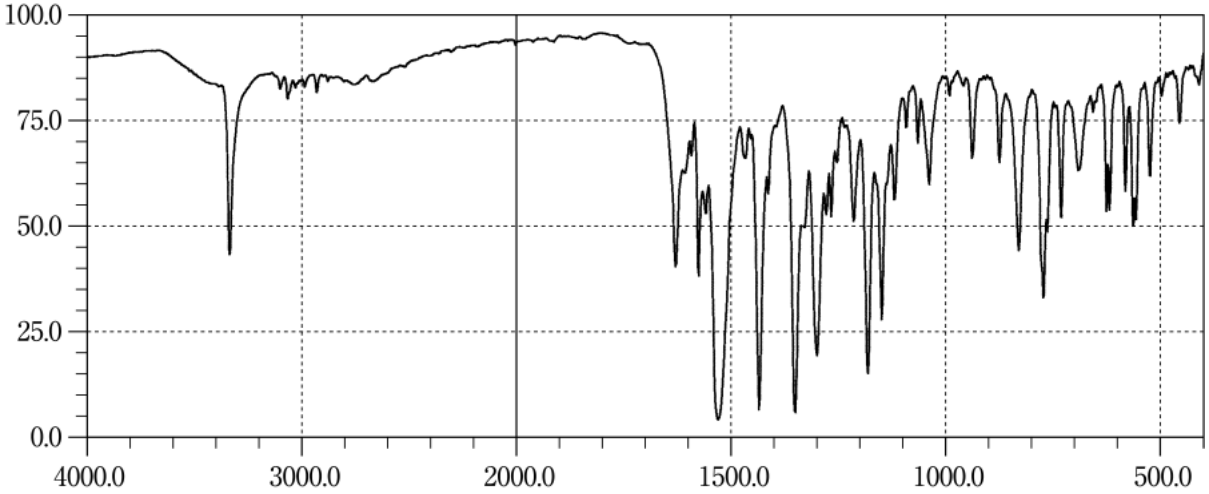
ピレノキシン



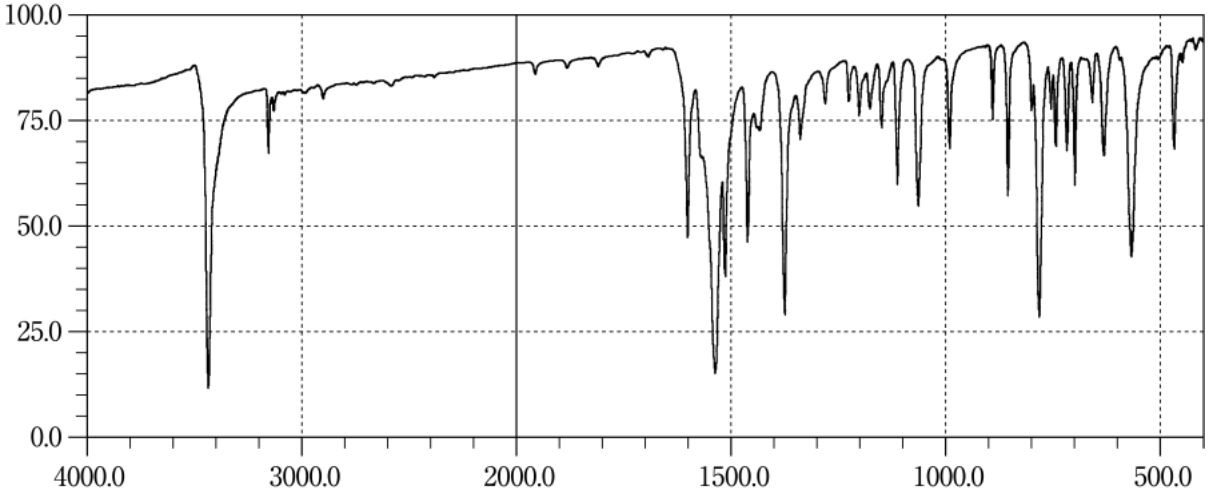
ピレンゼピン塩酸塩水和物



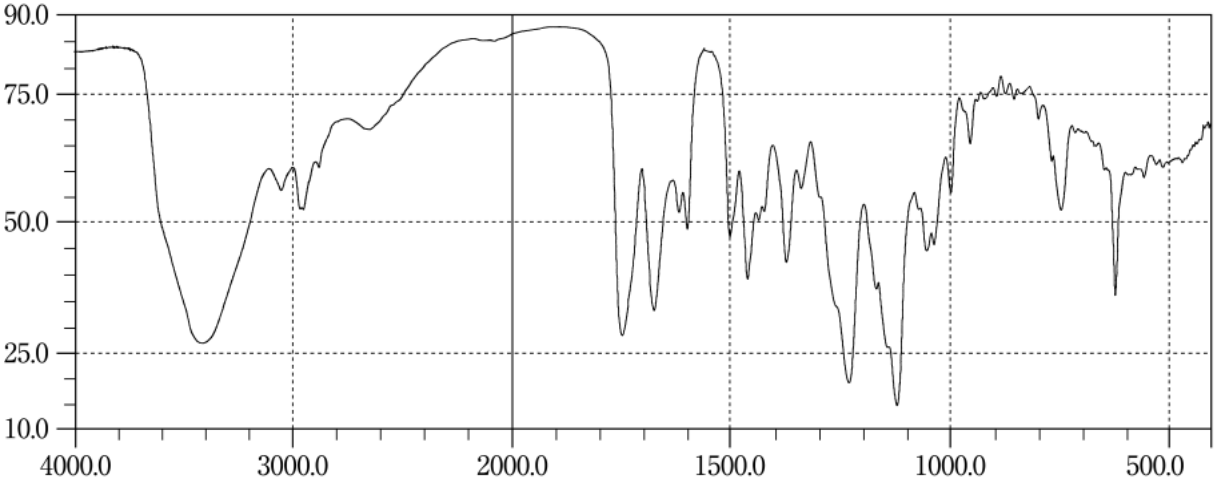
ピロキシカム



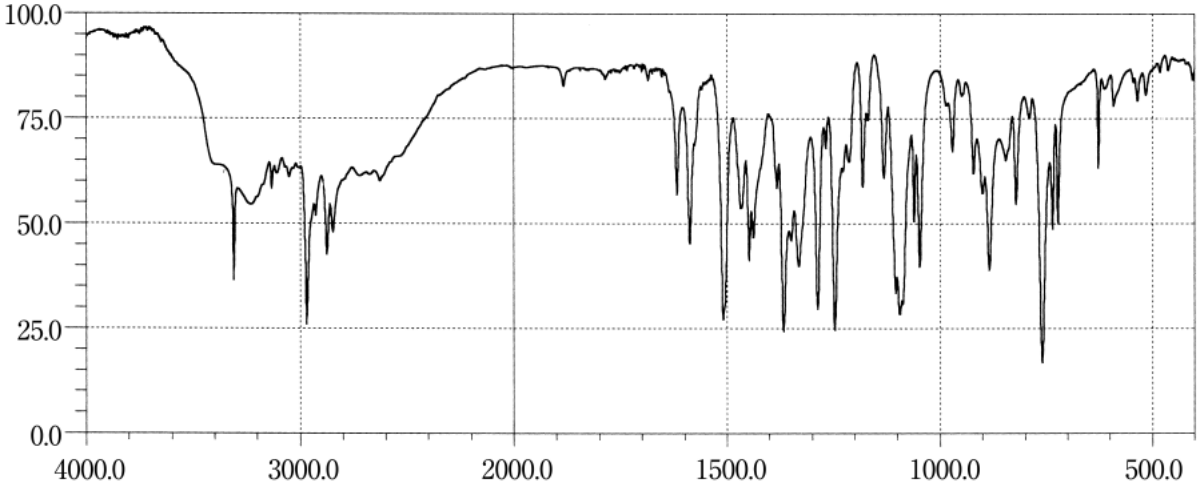
ピロールニトリン



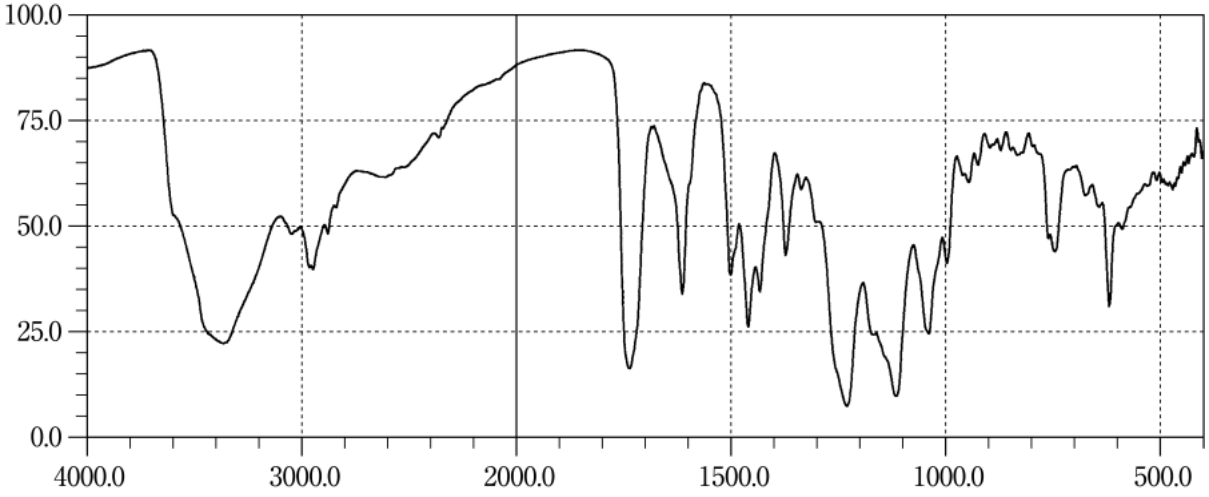
ビンクリスチン硫酸塩



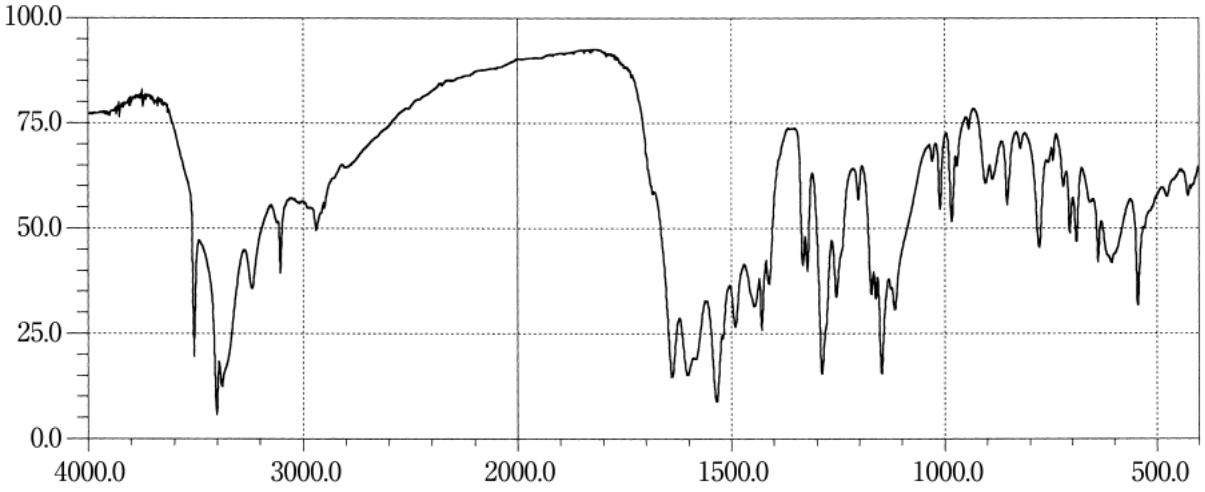
ピンドロール



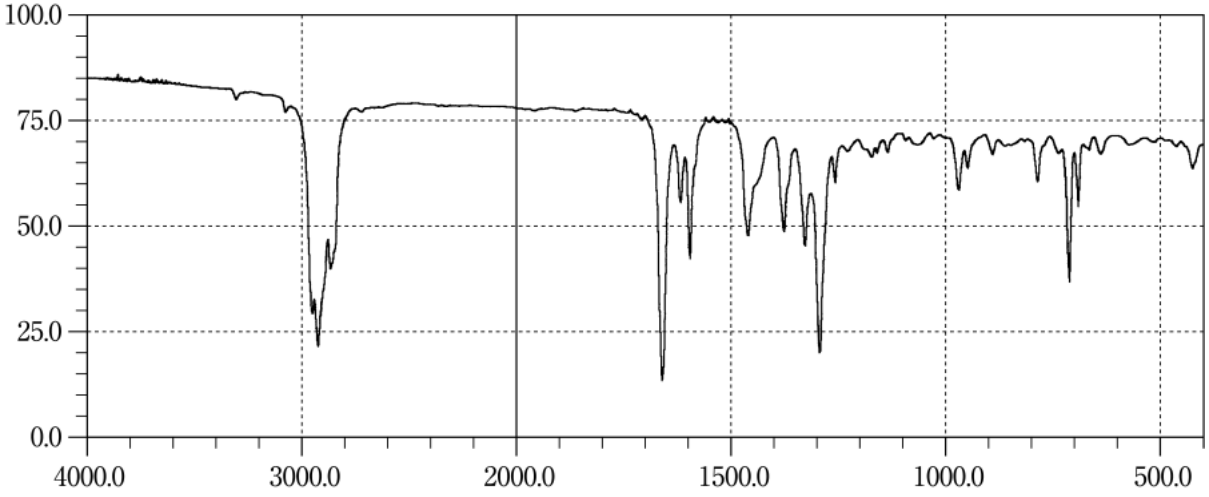
ビンブラスチン硫酸塩



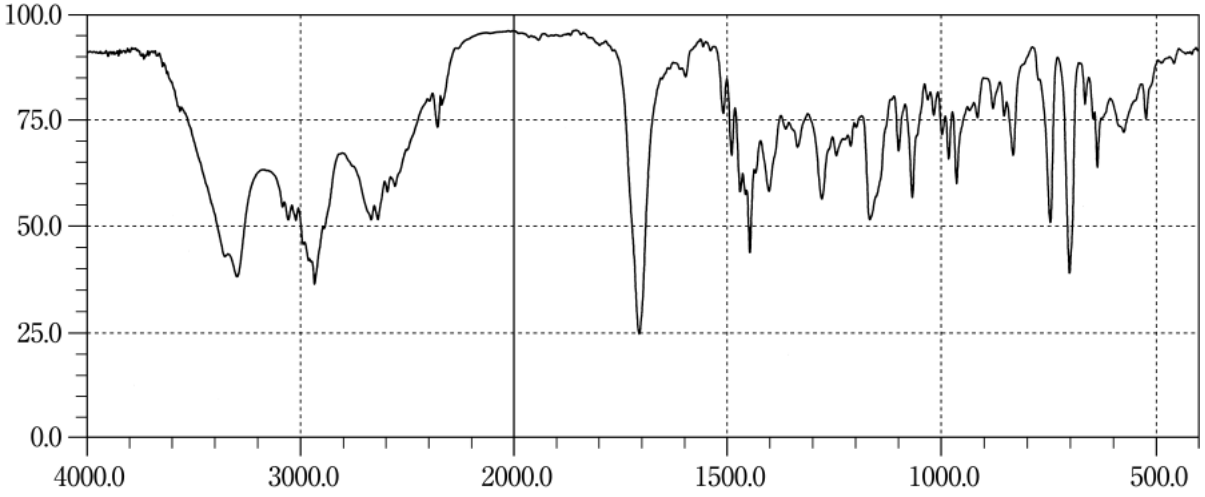
ファモチジン



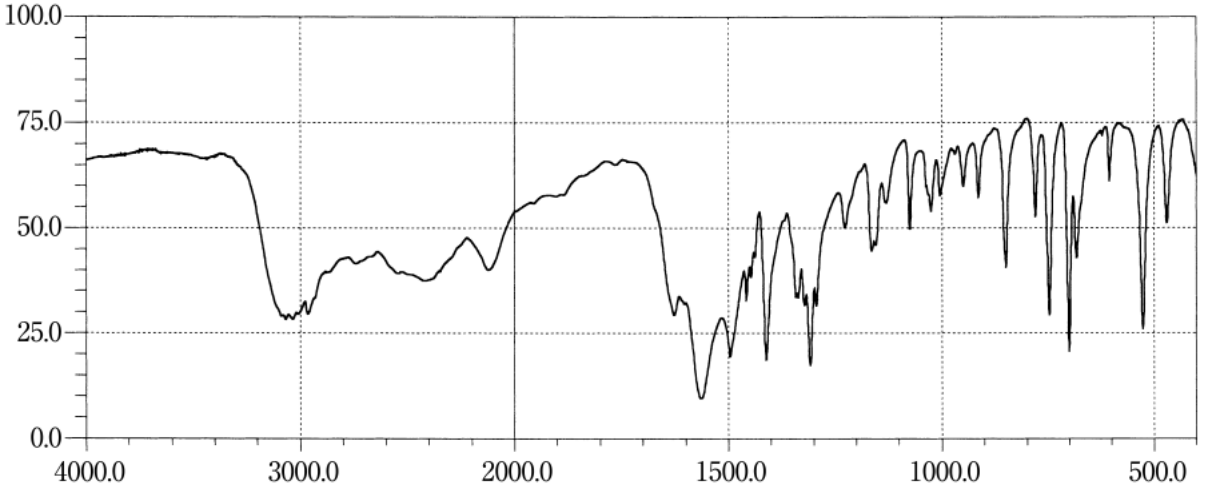
フィトナジオン



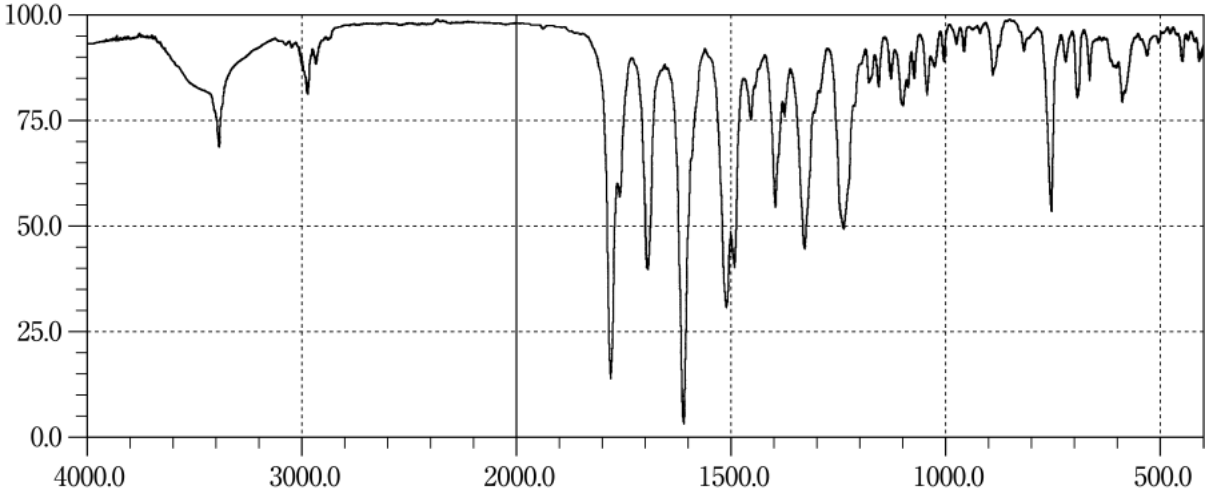
フェキソフェナジン塩酸塩



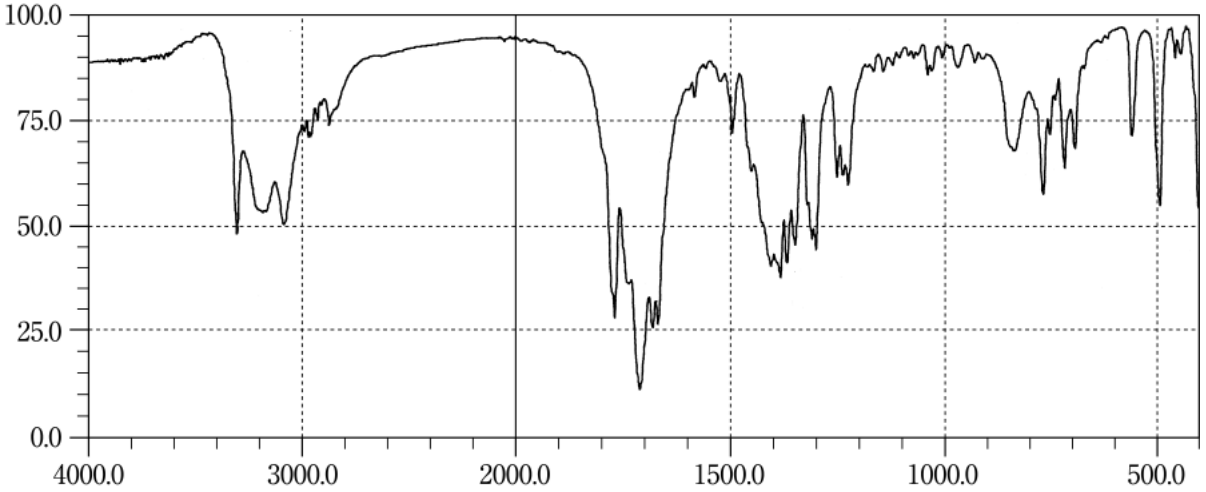
L－フェニルアラニン



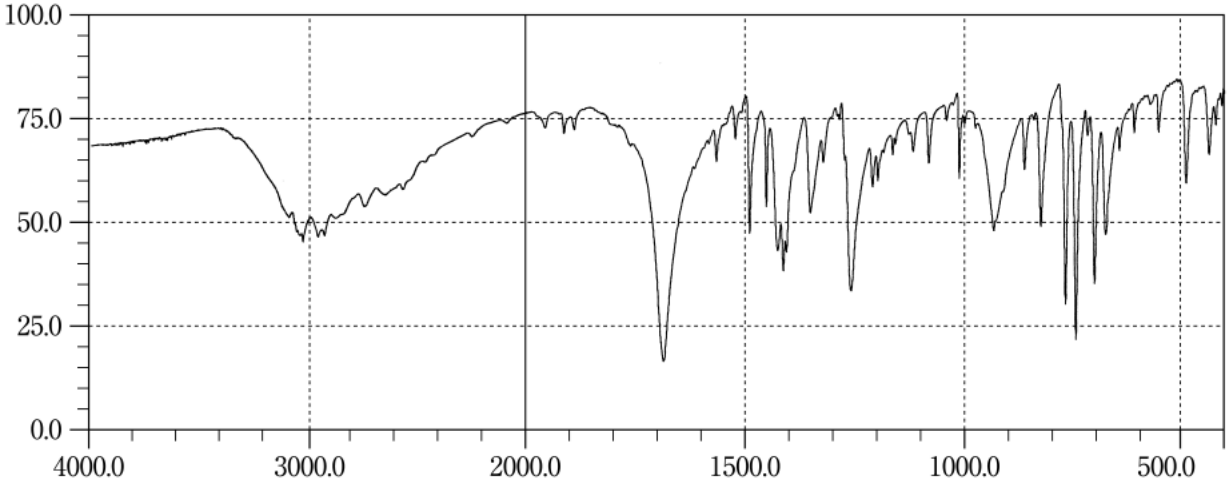
フェネチシリンカリウム



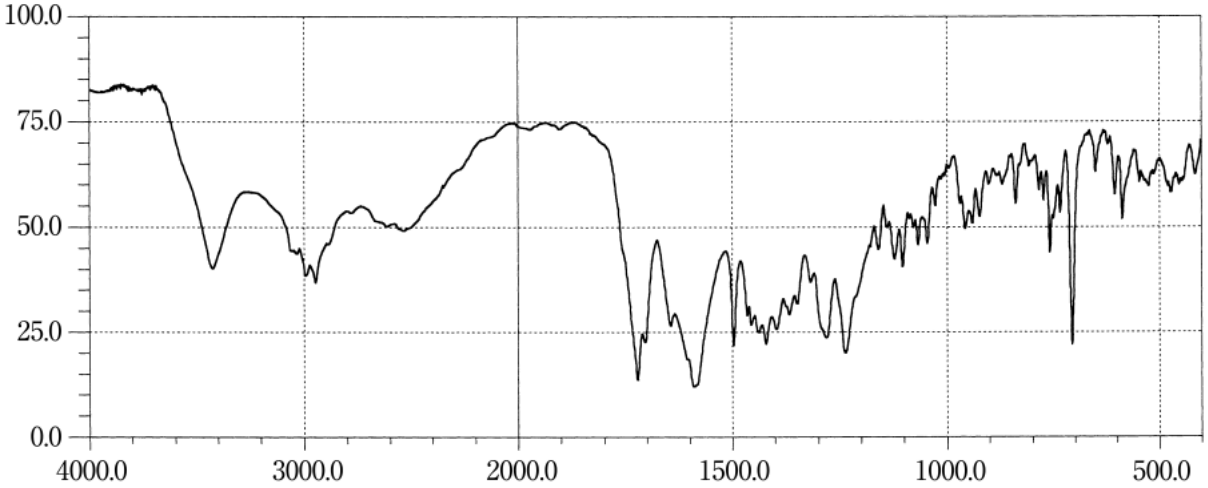
フェノバルビタール



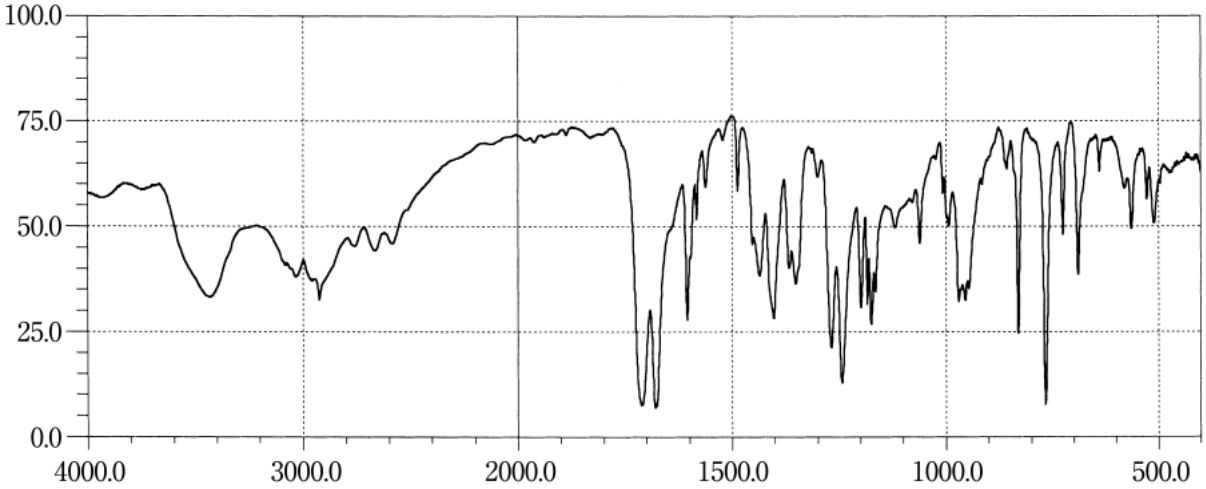
フェルビナク



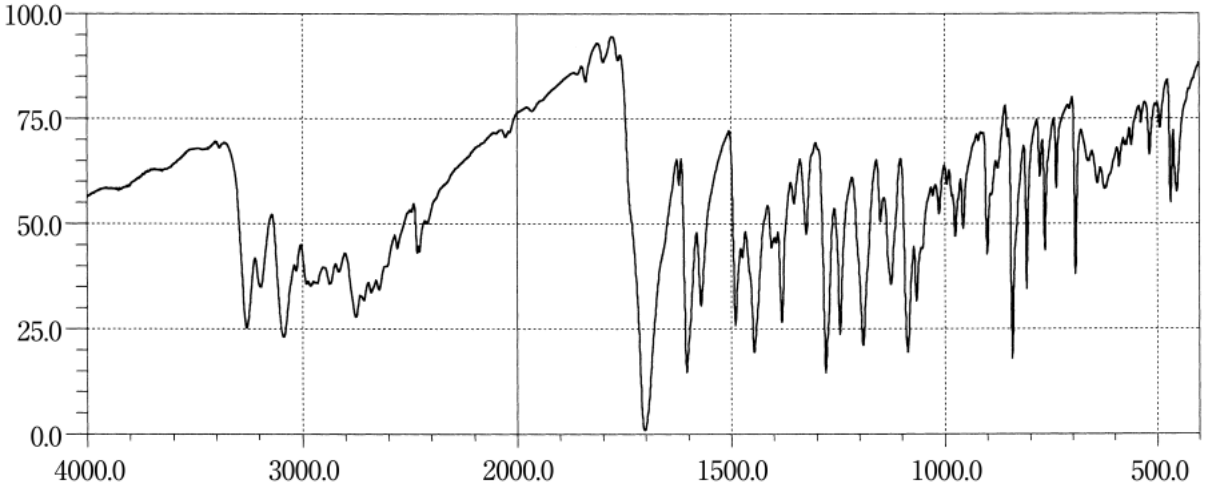
フェンタニルクエン酸塩



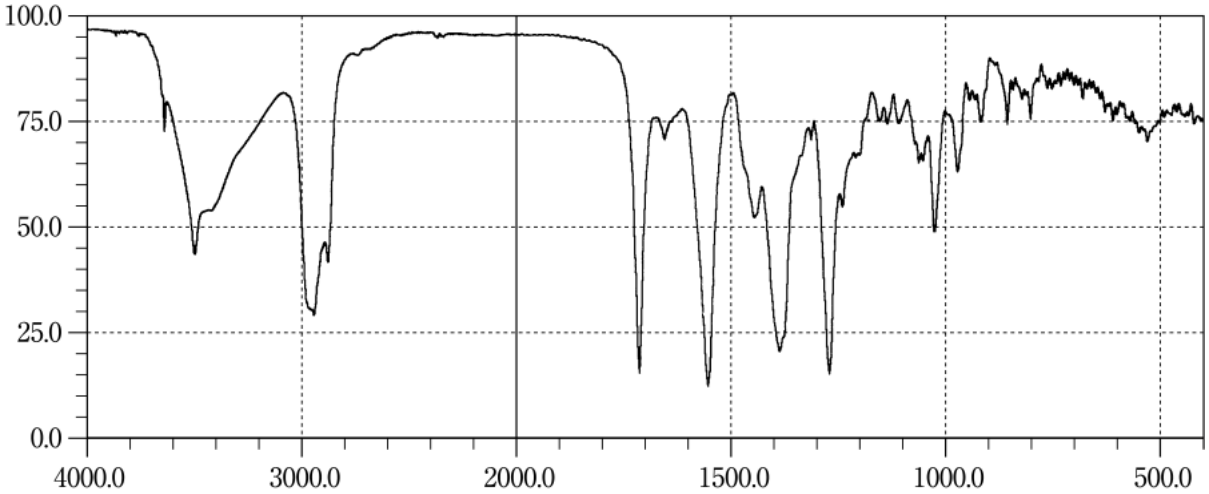
フェンブフェン



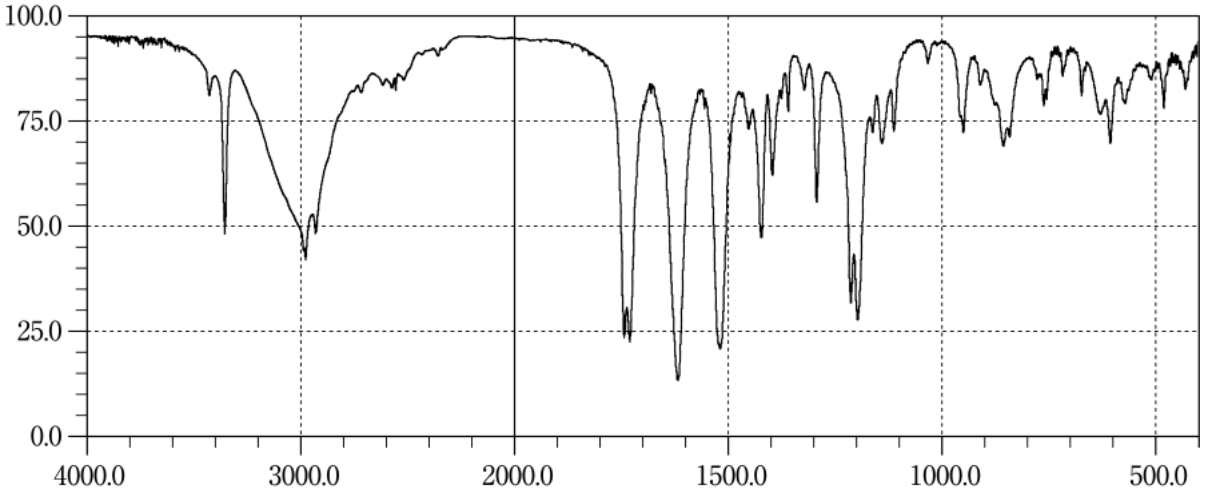
ブクモロール塩酸塩



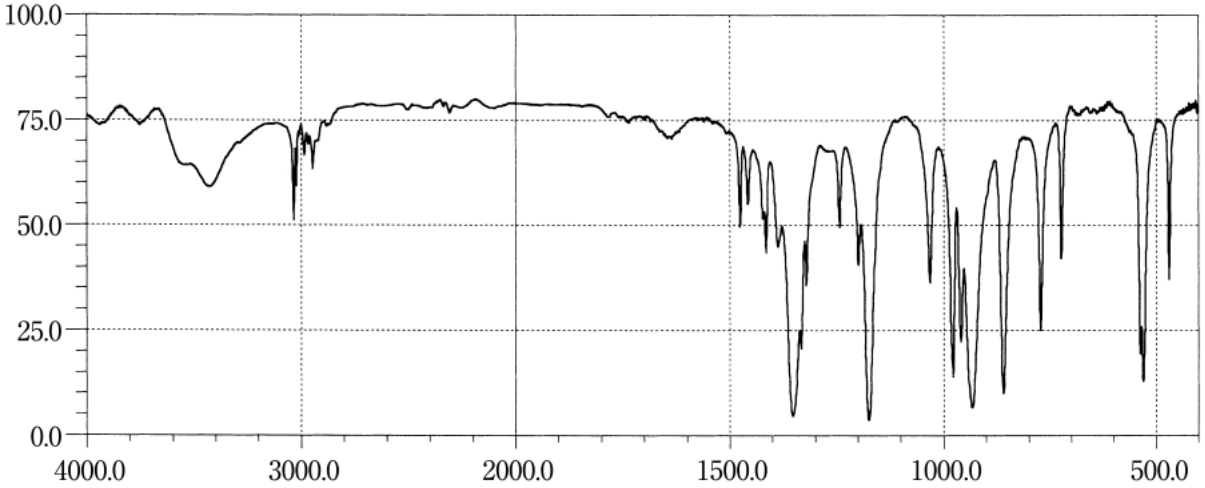
フシジン酸ナトリウム



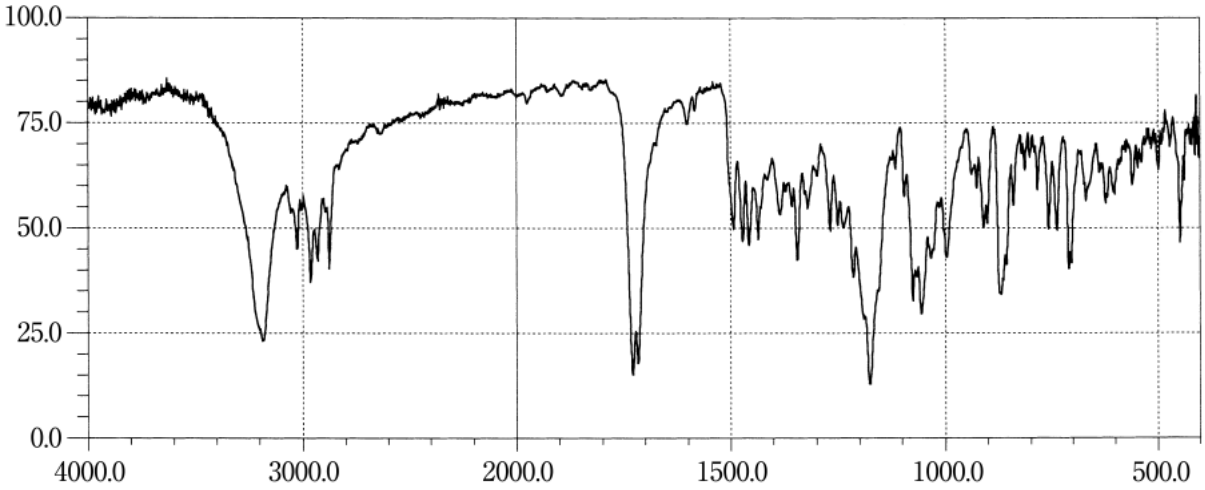
ブシラミン



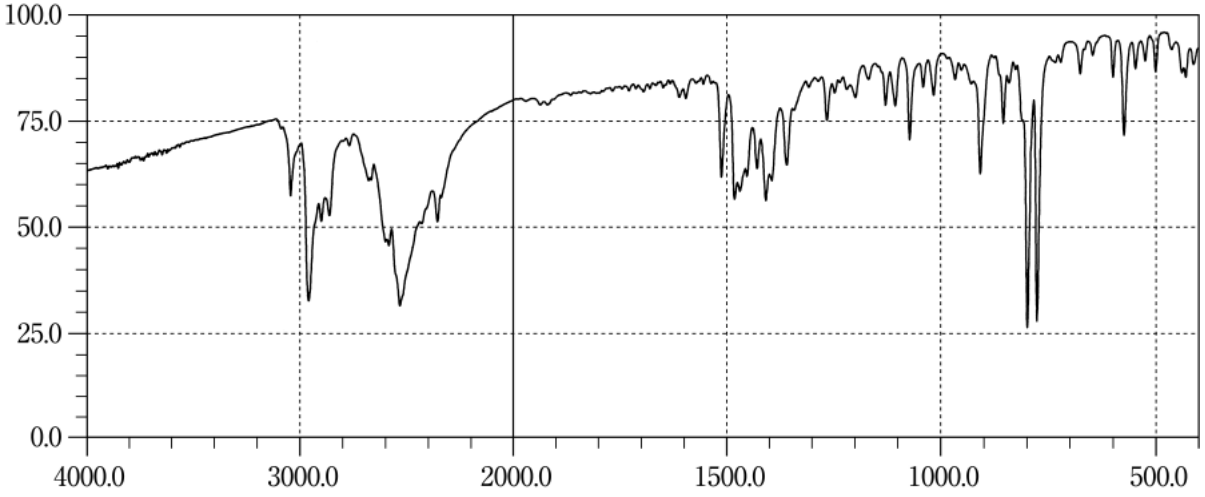
ブスルファン



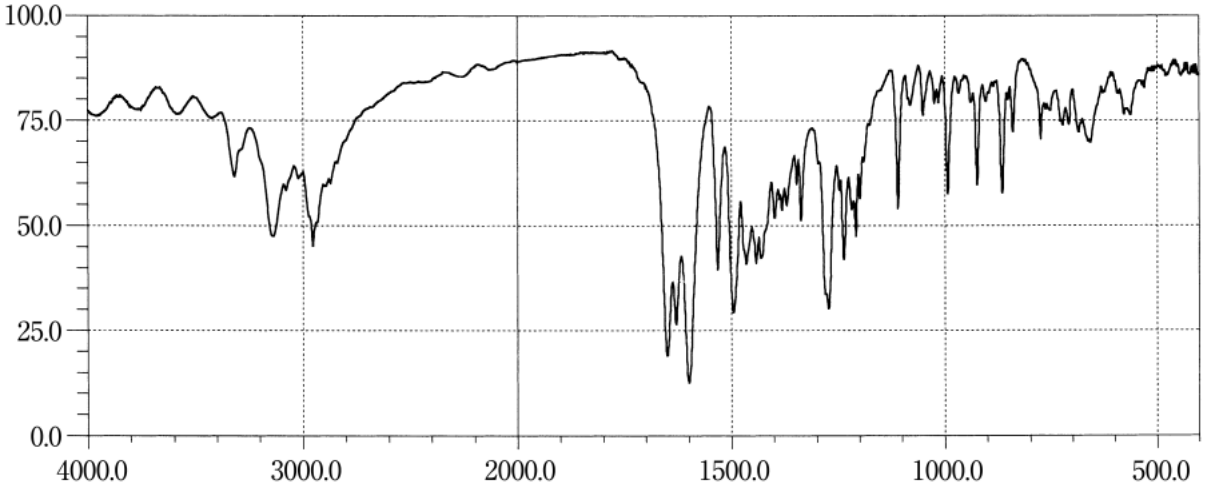
ブチルスコポラミン臭化物



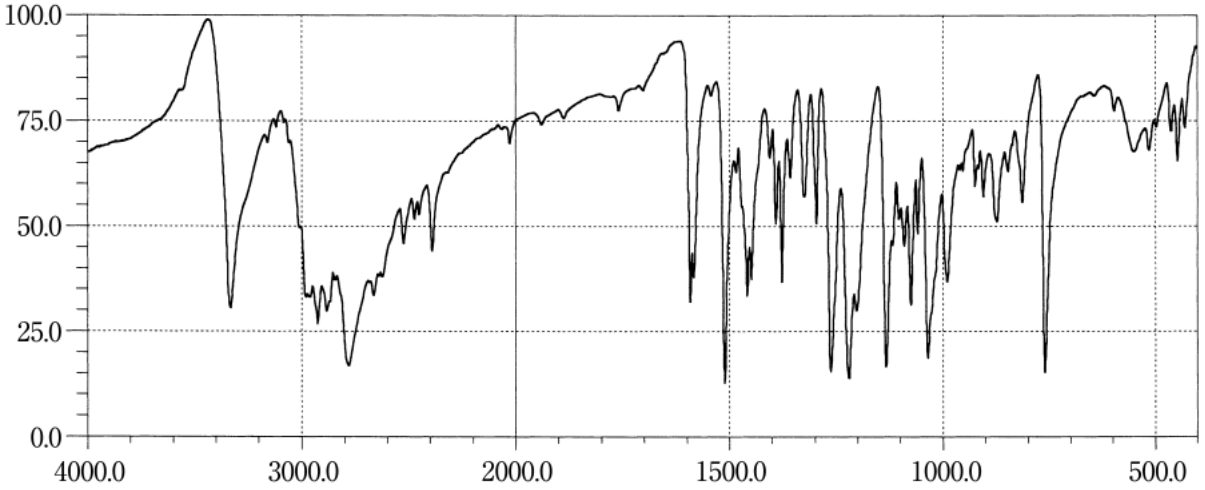
ブテナフィン塩酸塩



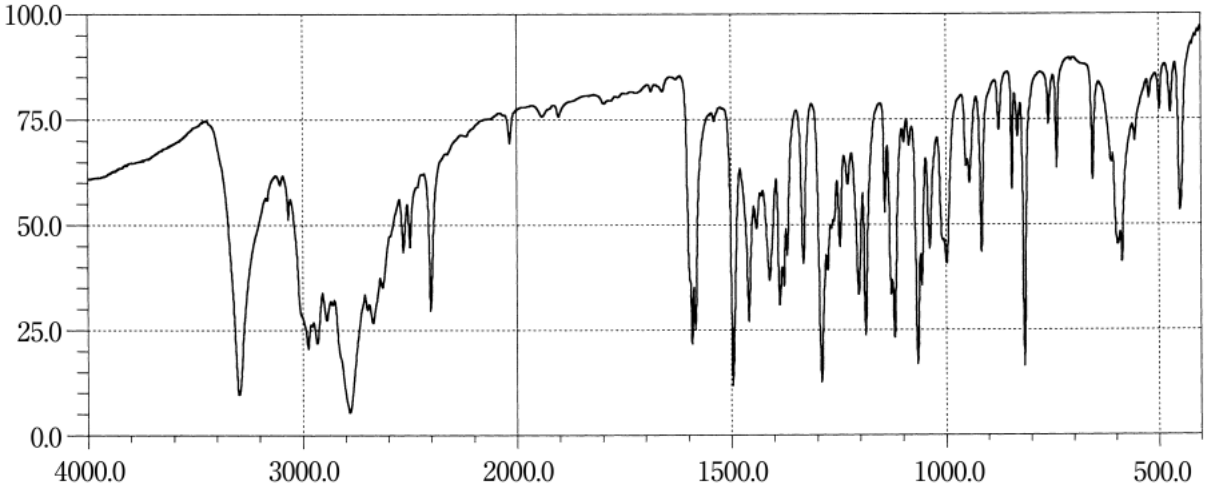
ブナゾシン塩酸塩



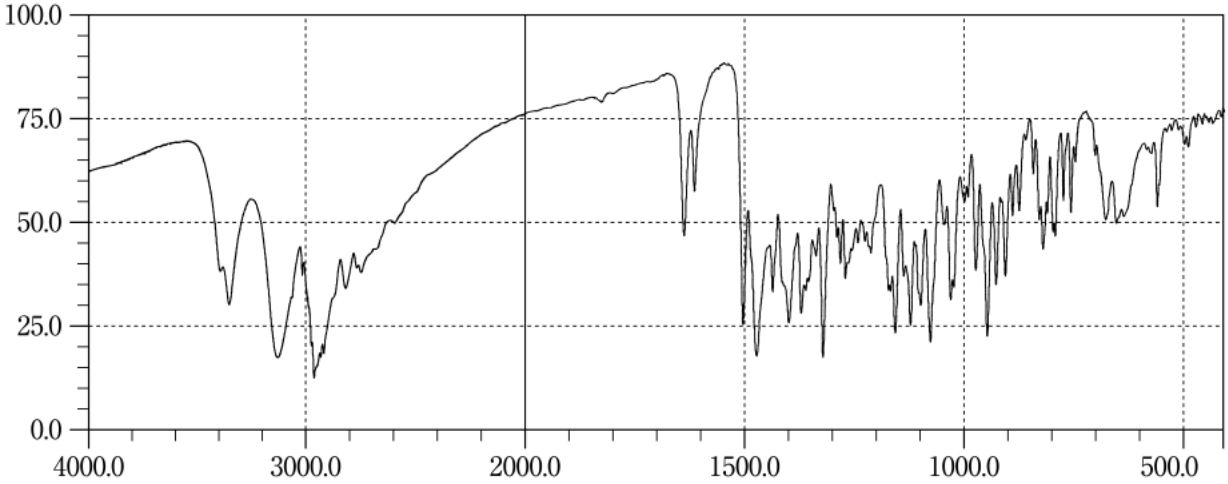
ブフェトロール塩酸塩



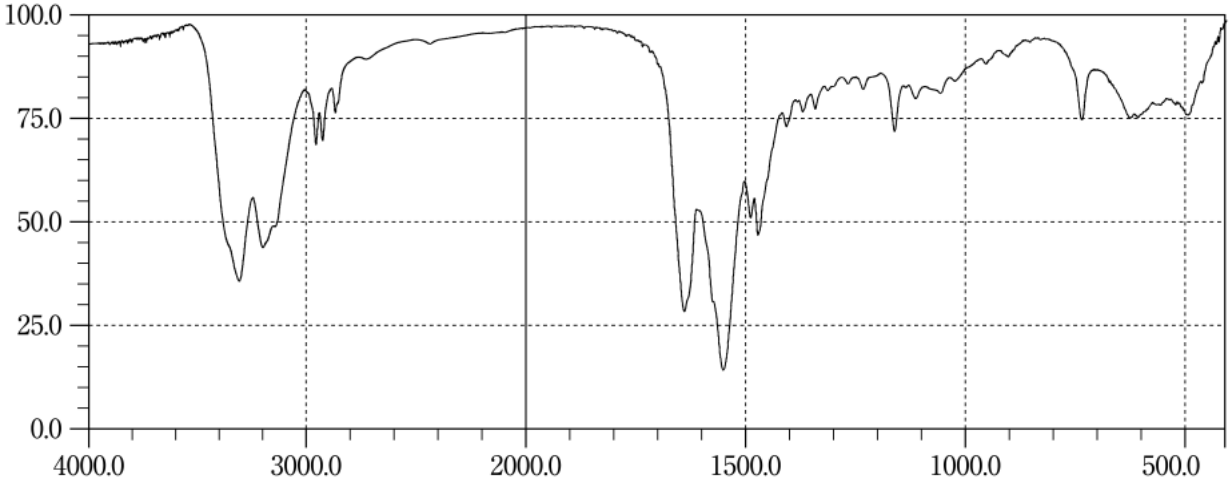
ブプラノロール塩酸塩



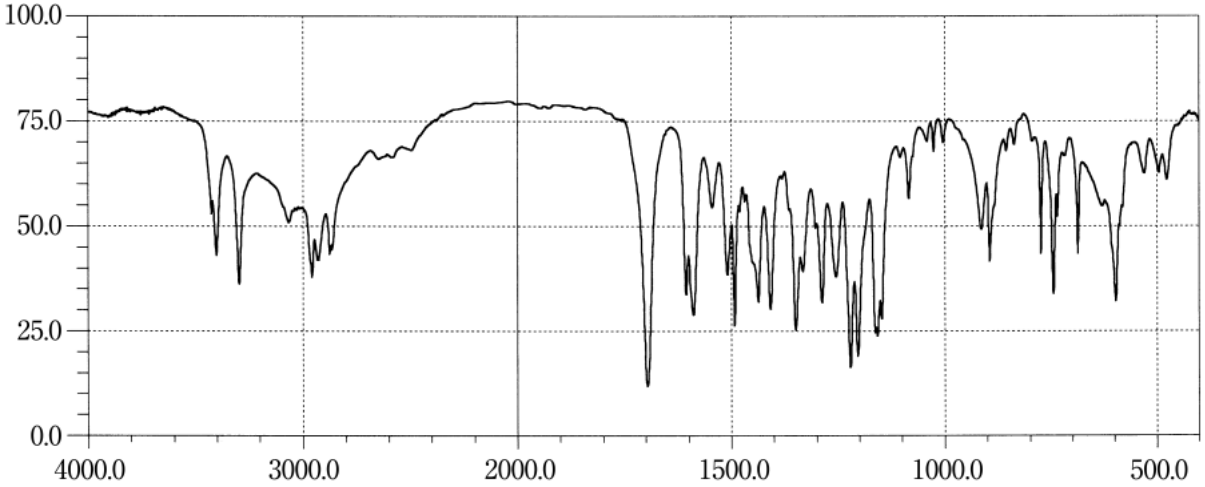
ブプレノルフィン塩酸塩



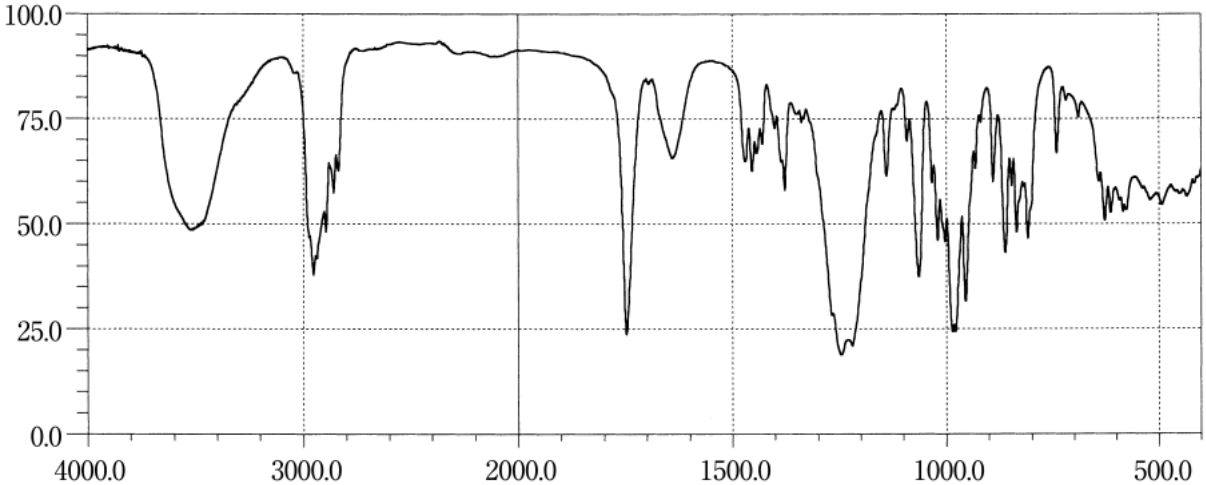
ブホルミン塩酸塩



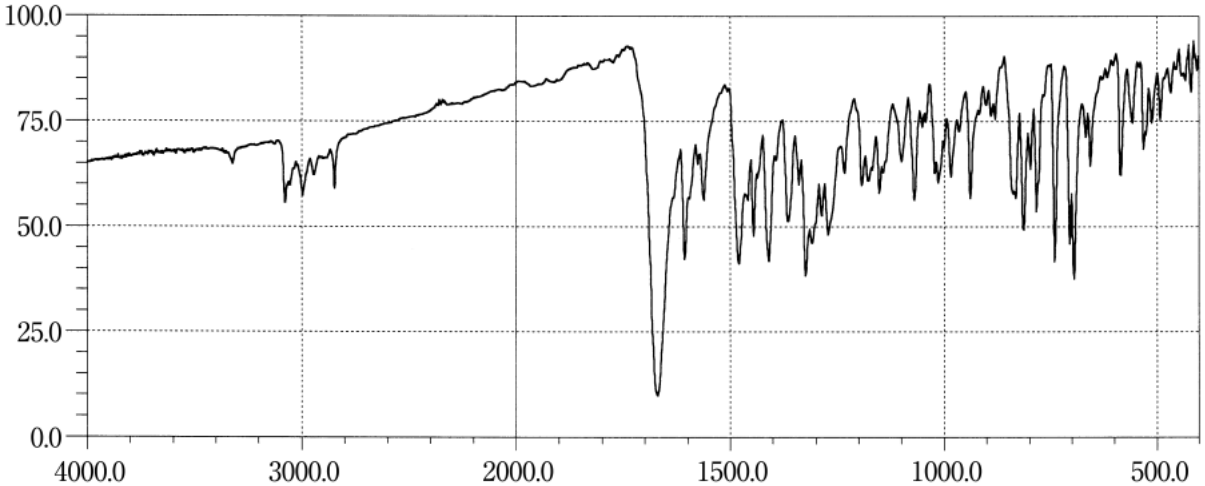
ブメタニド



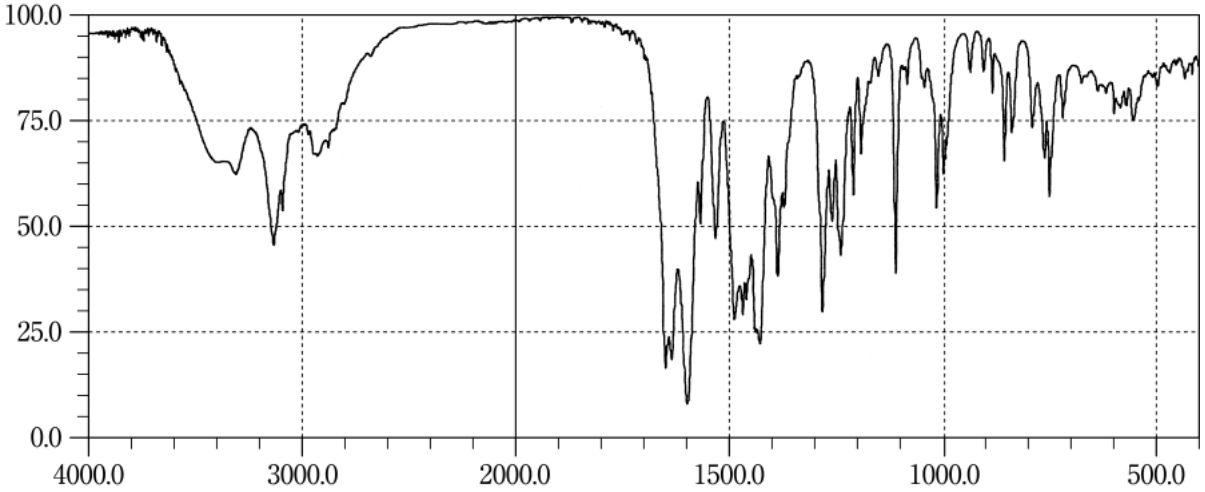
プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物



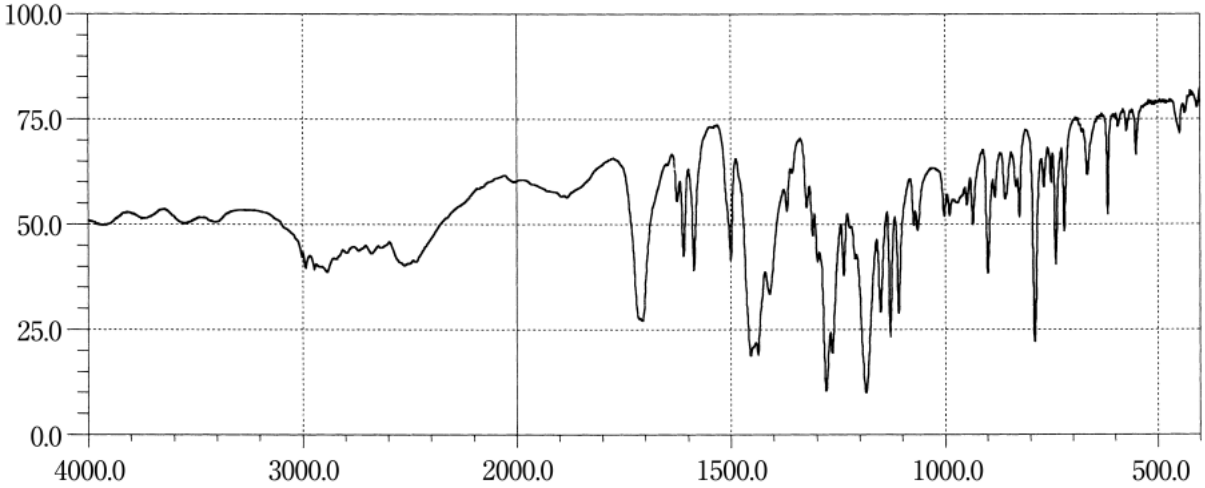
プラゼパム



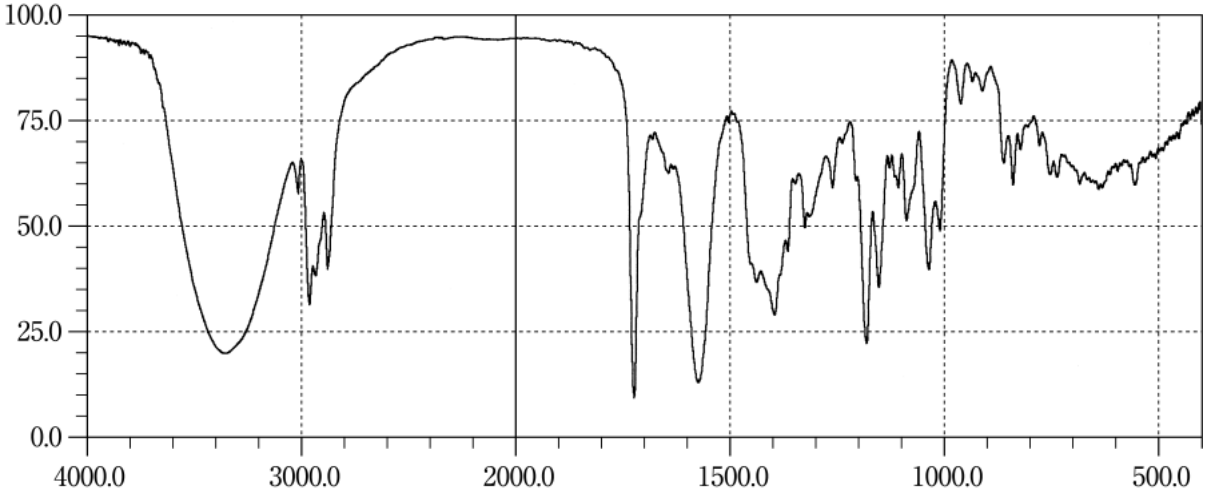
プラゾシン塩酸塩



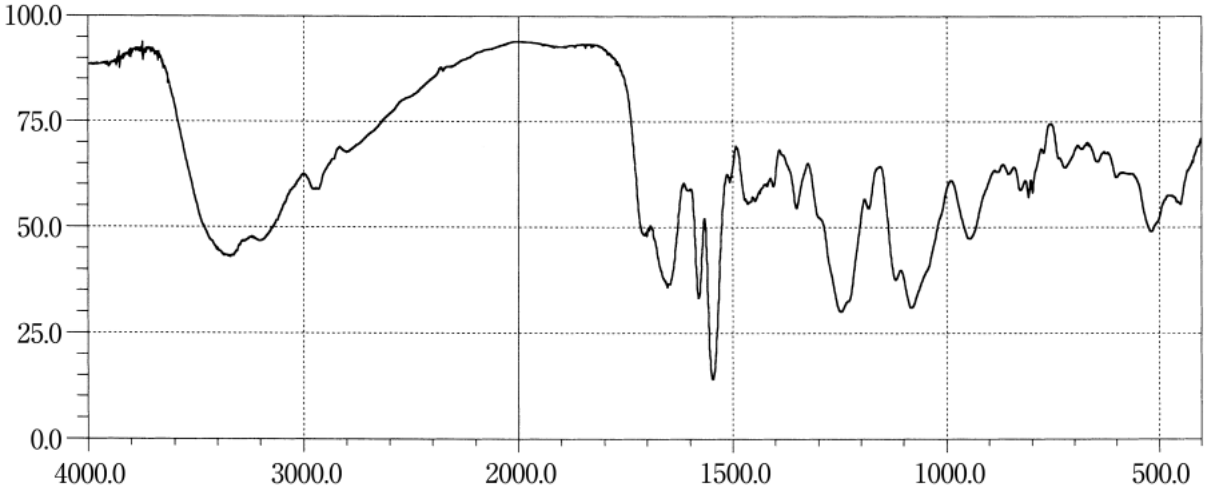
プラノプロフェン



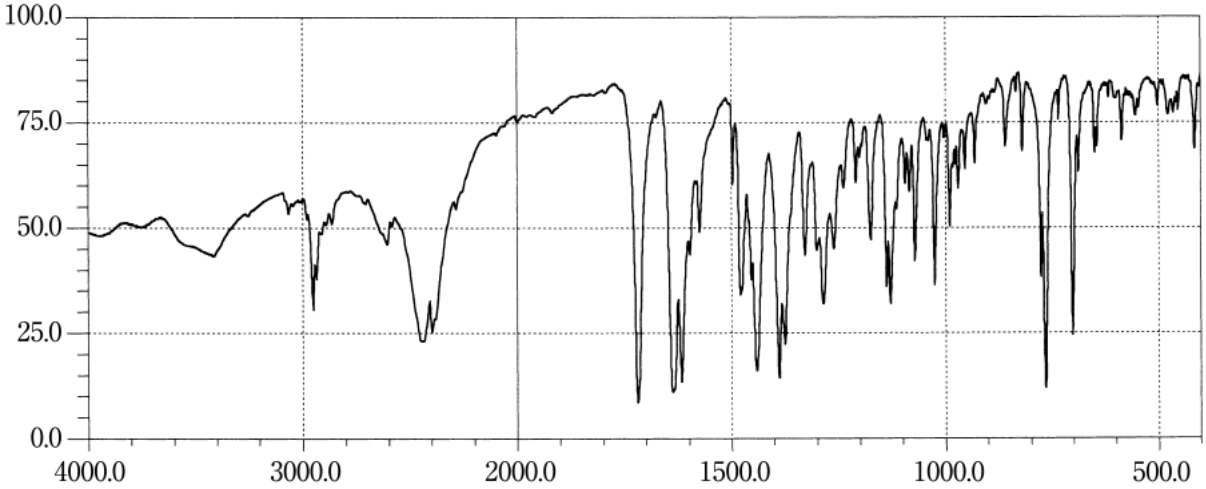
プラバスタチンナトリウム



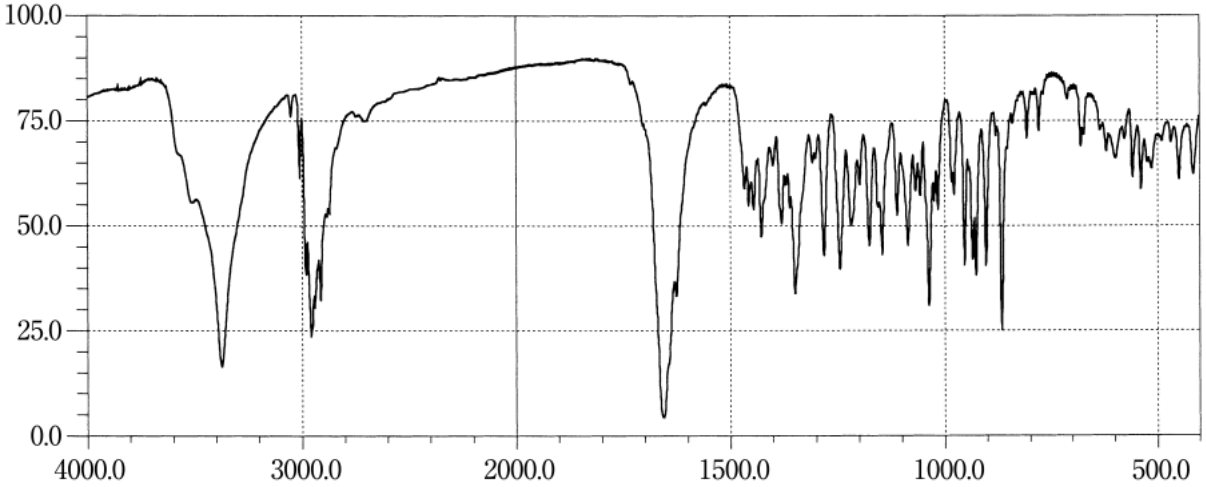
フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム



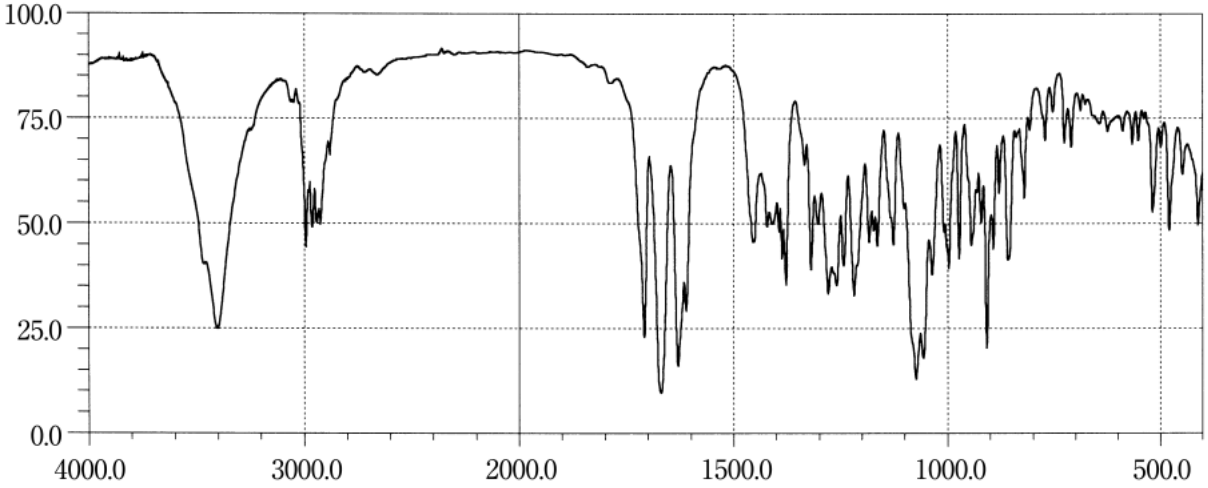
フラボキサート塩酸塩



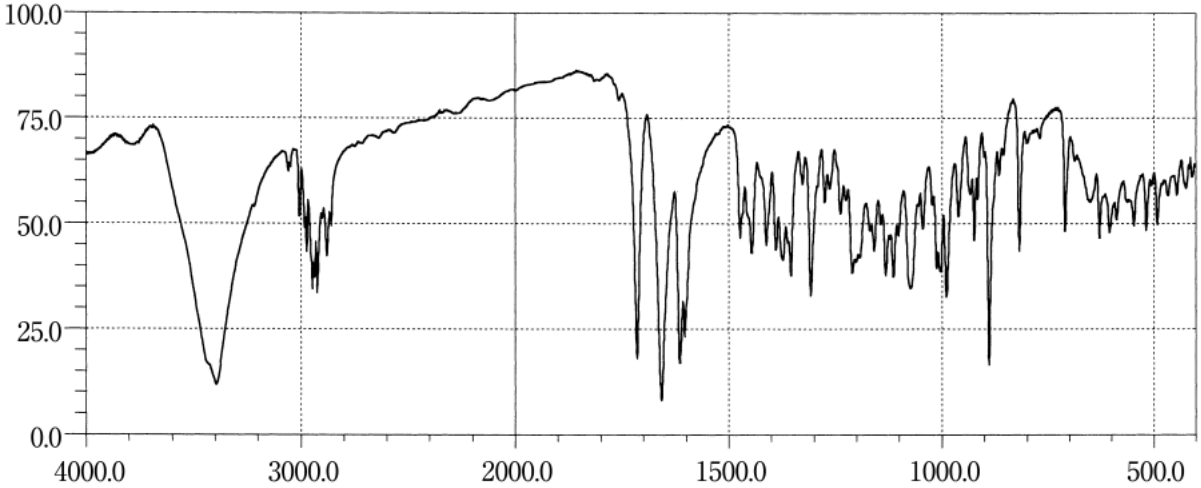
フルオキシメステロン



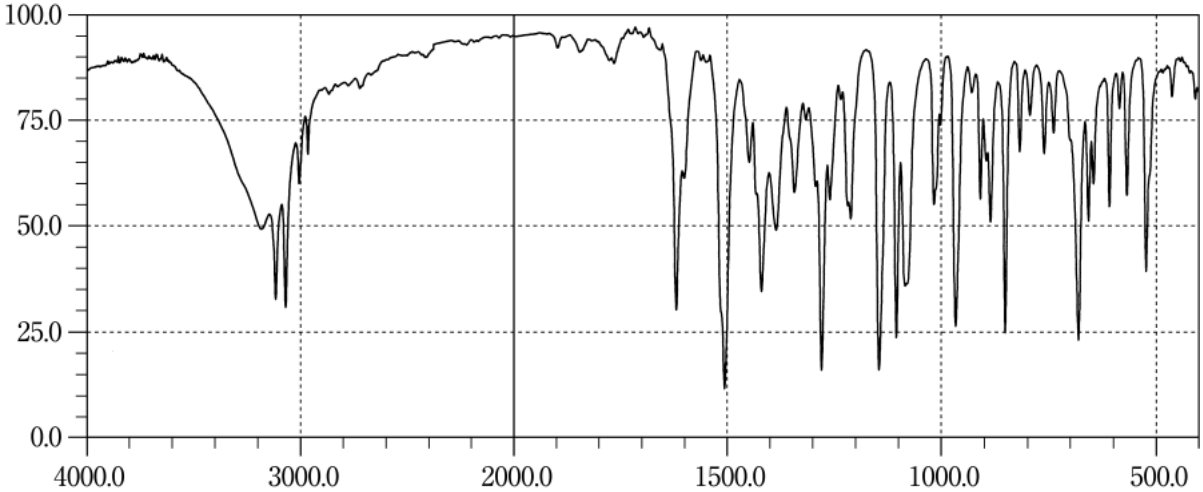
フルオシノロンアセトニド



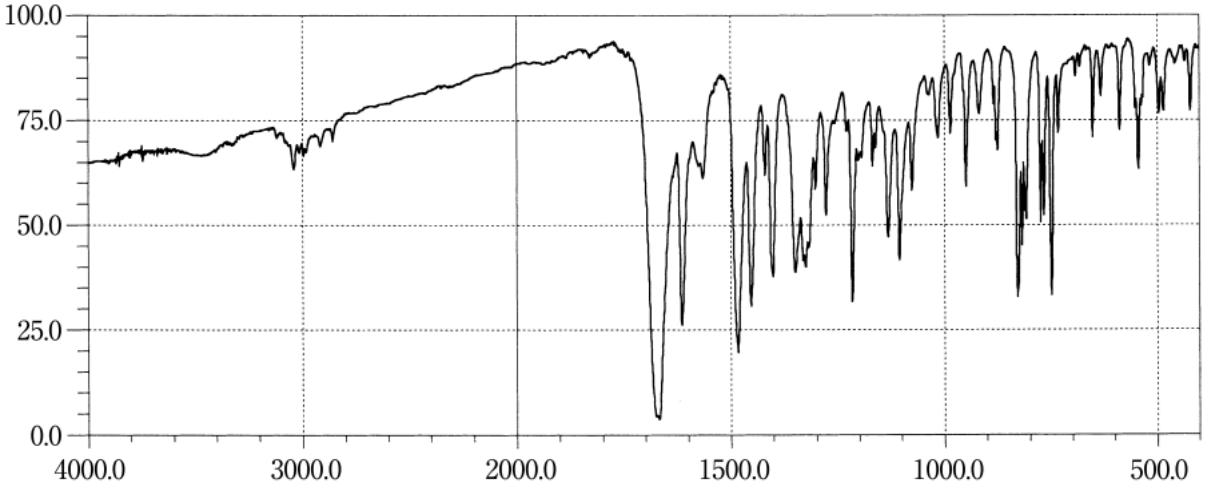
フルオロメトロン



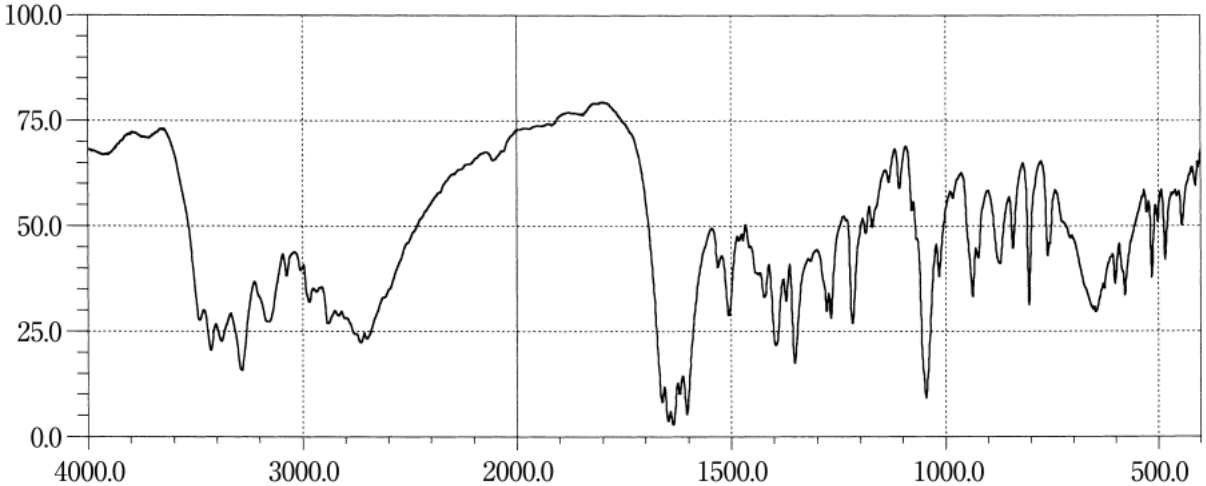
フルコナゾール



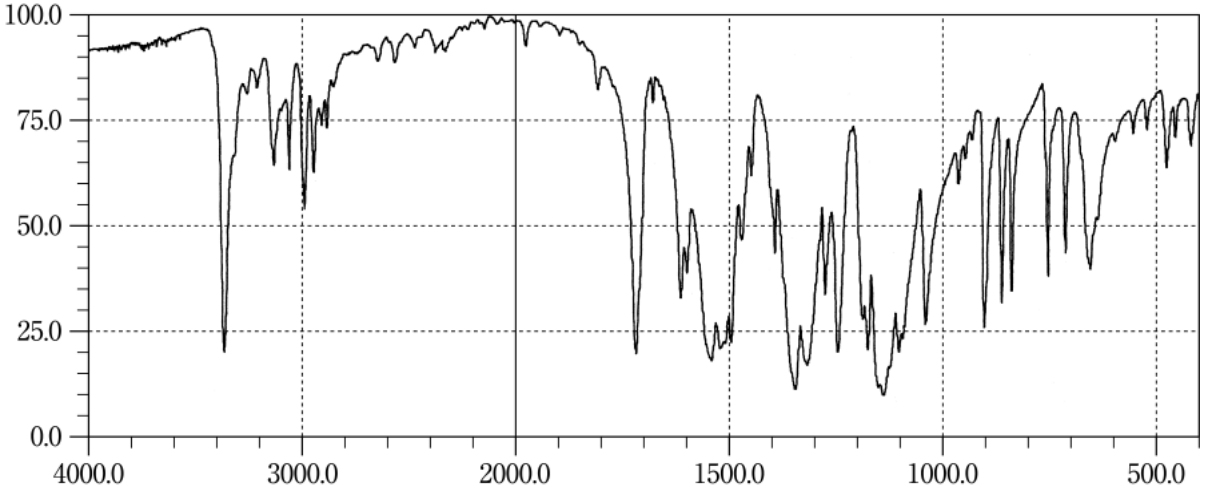
フルジアゼパム



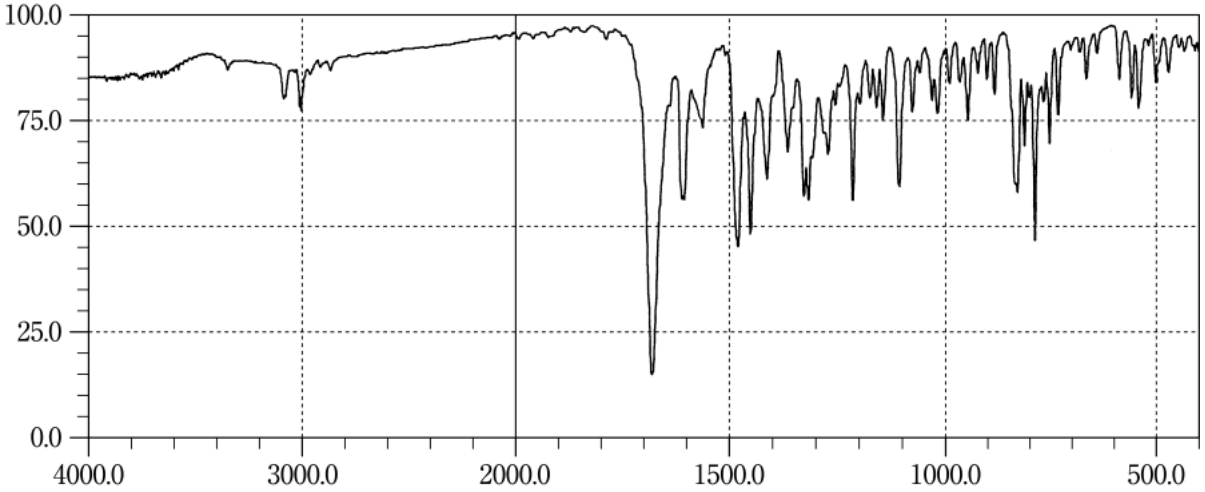
フルスルチアミン塩酸塩



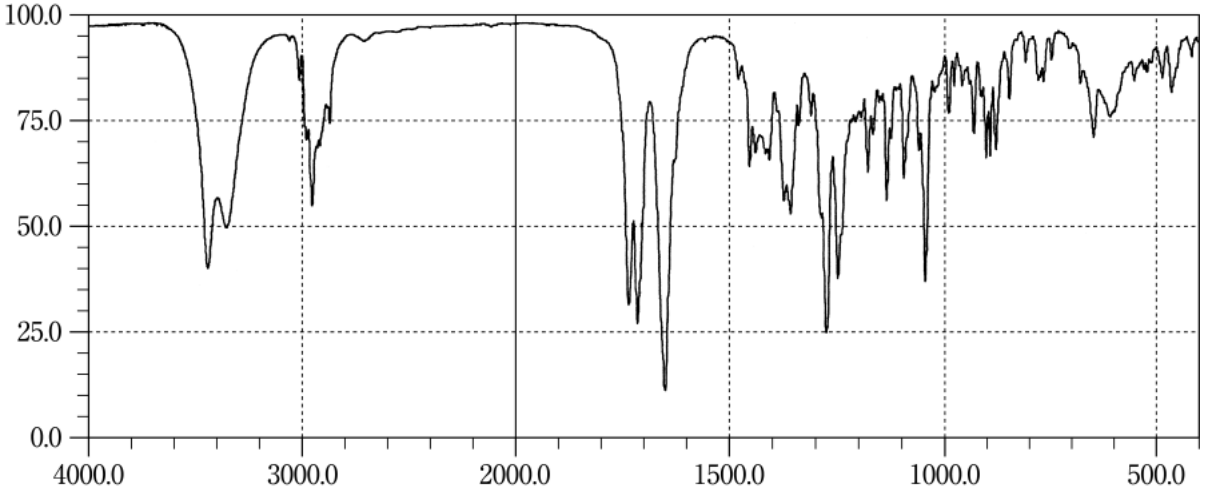
フルタミド



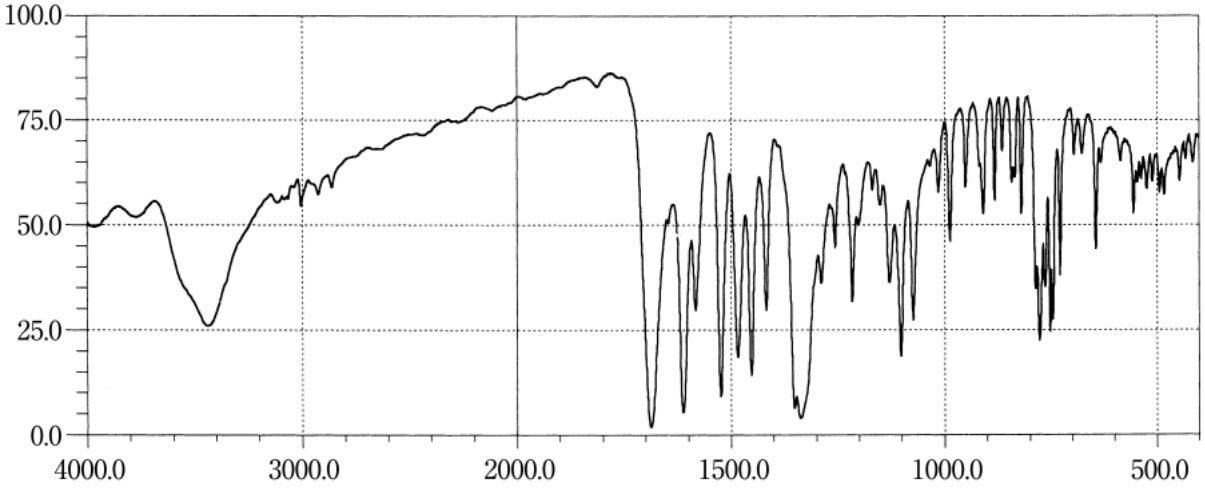
フルトプラゼパム



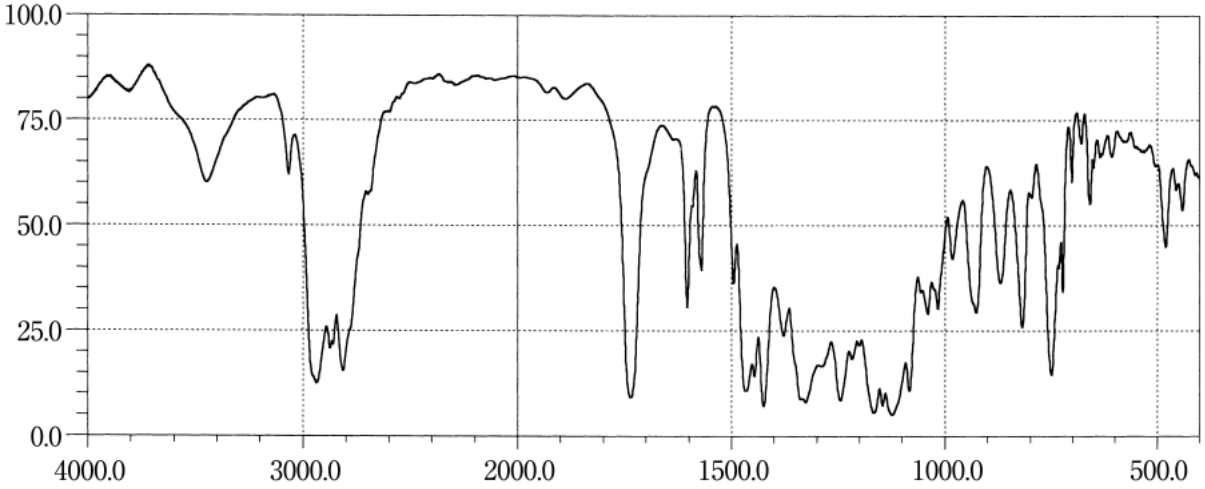
フルドロコルチゾン酢酸エステル



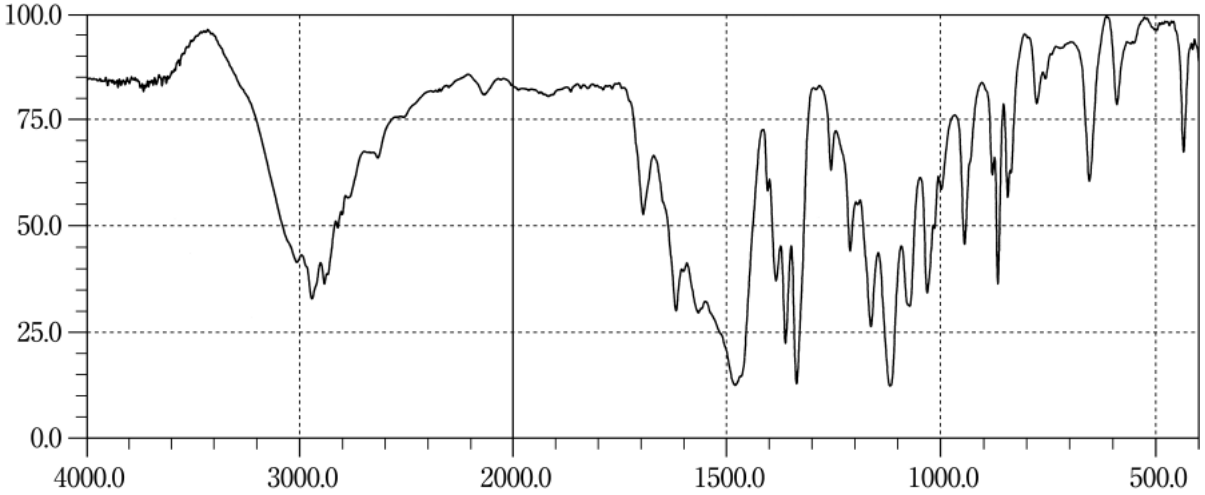
フルニトラゼパム



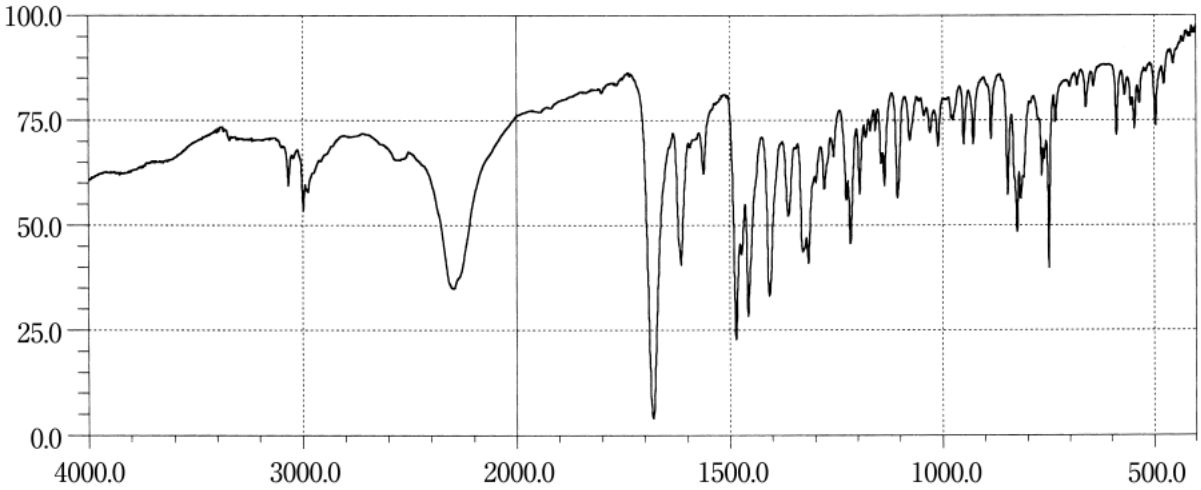
フルフェナジンエナント酸エステル



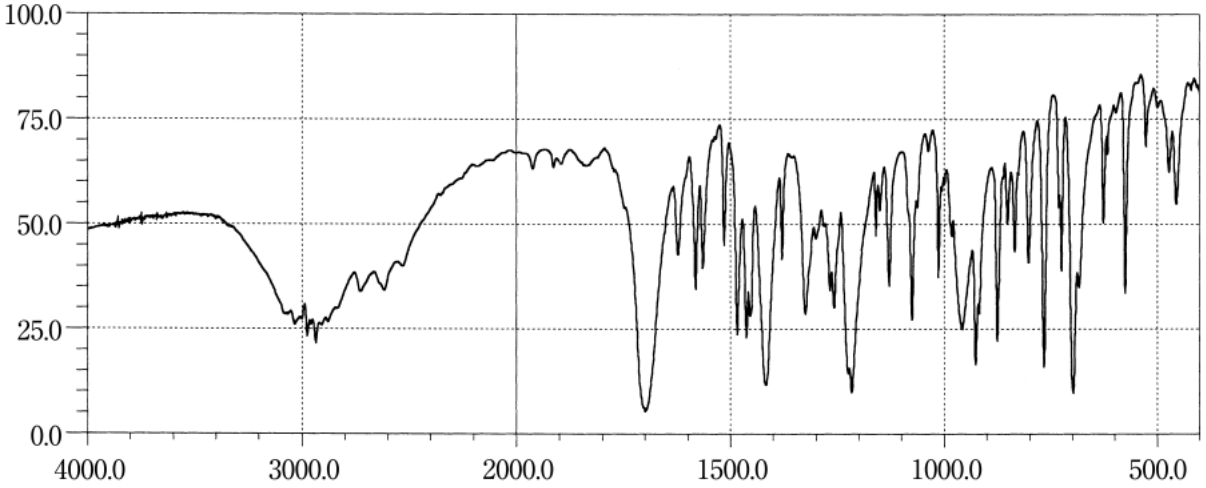
フルボキサミンマレイン酸塩



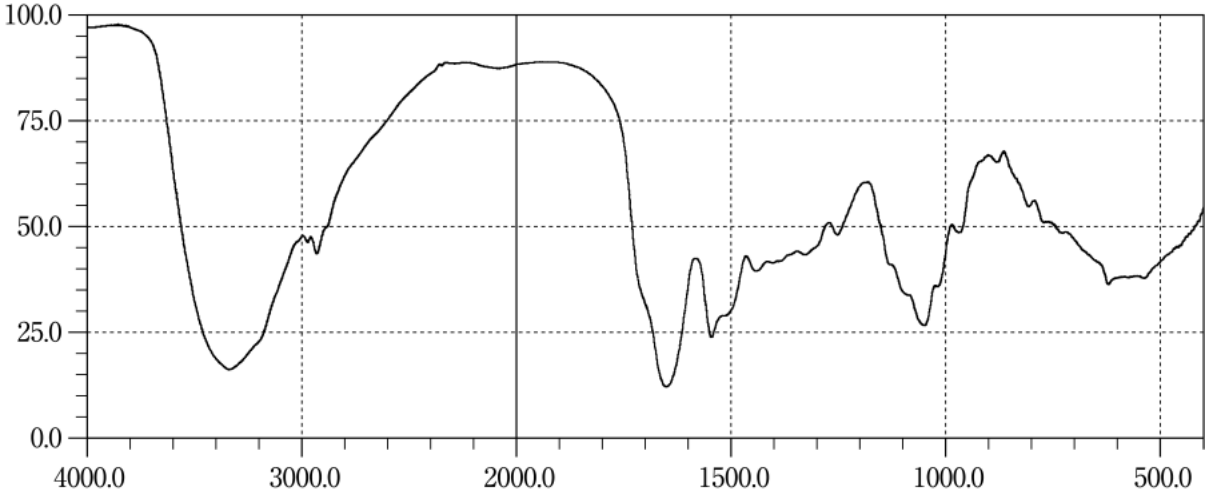
フルラゼパム塩酸塩



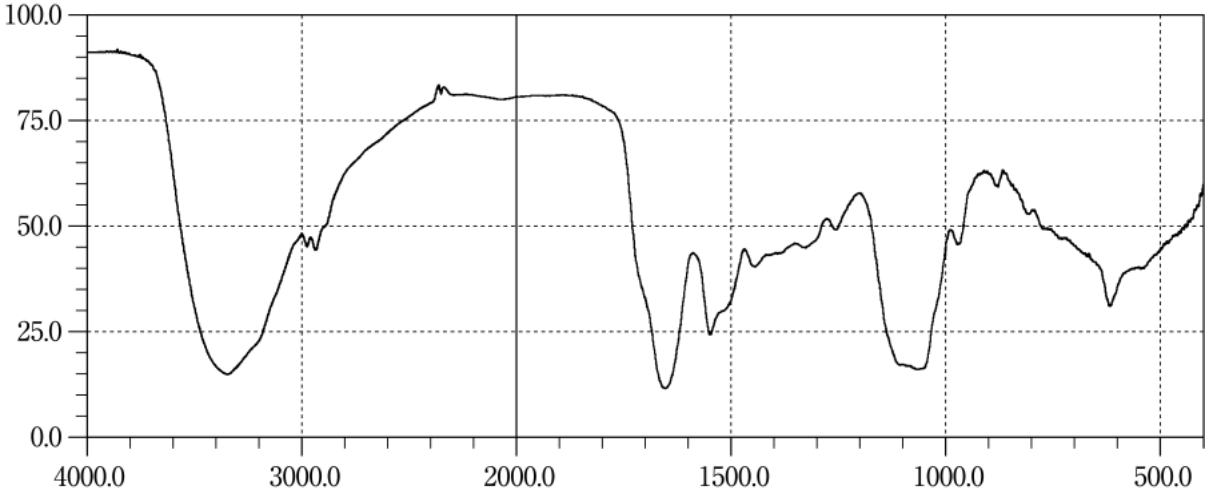
フルルビプロフェン



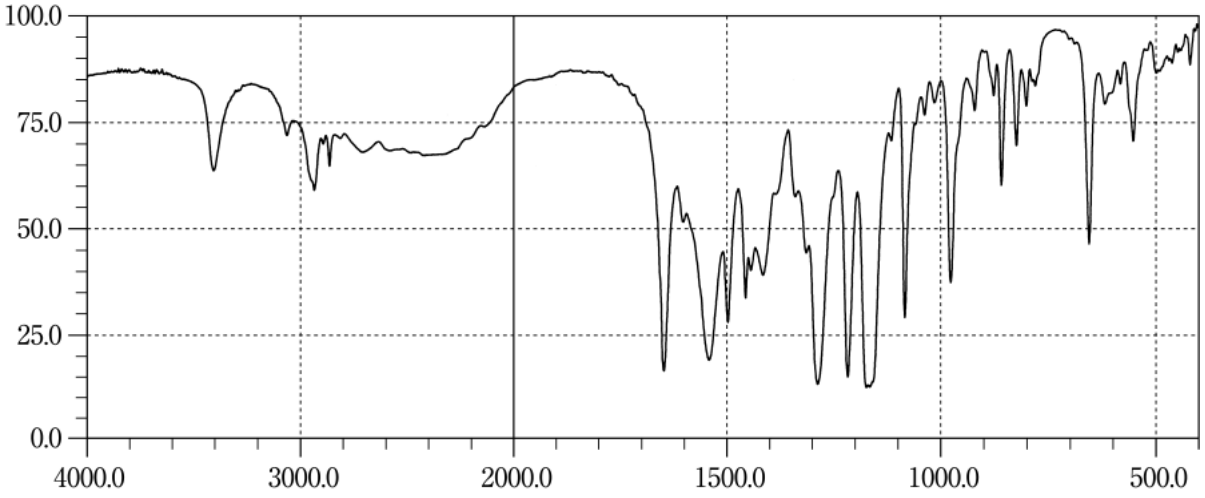
ブレオマイシン塩酸塩



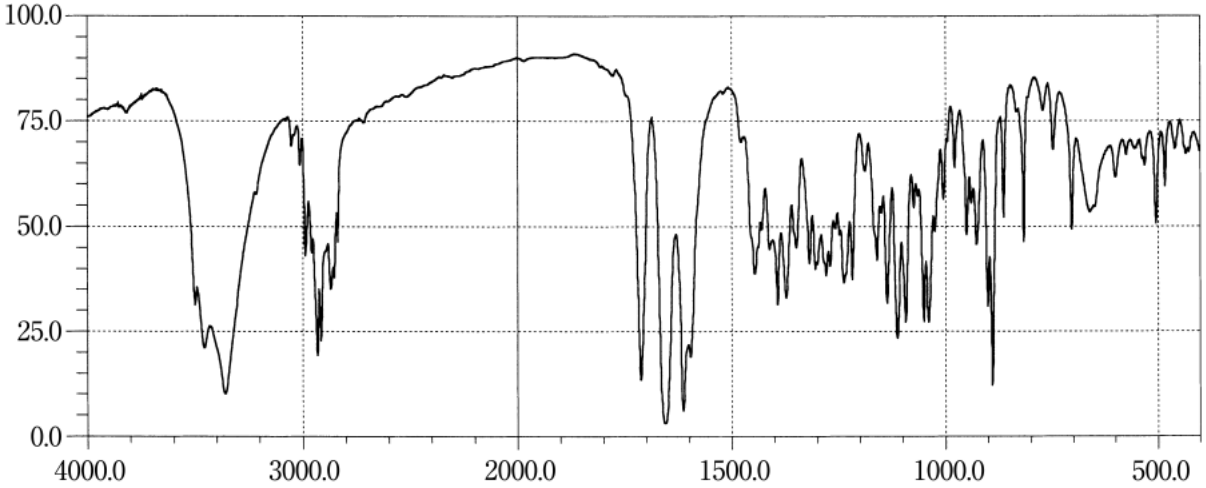
ブレオマイシン硫酸塩



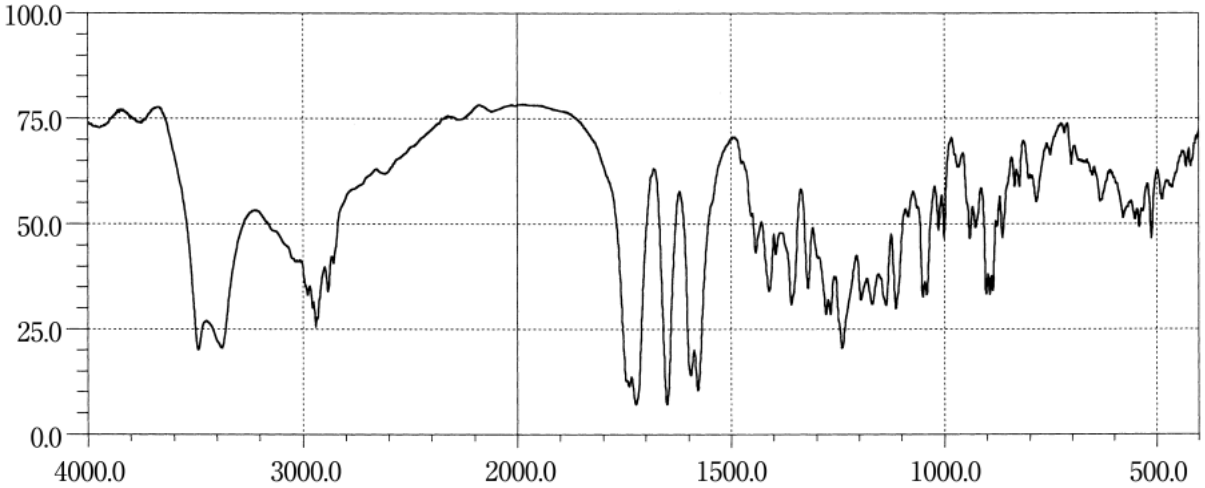
フレカイニド酢酸塩



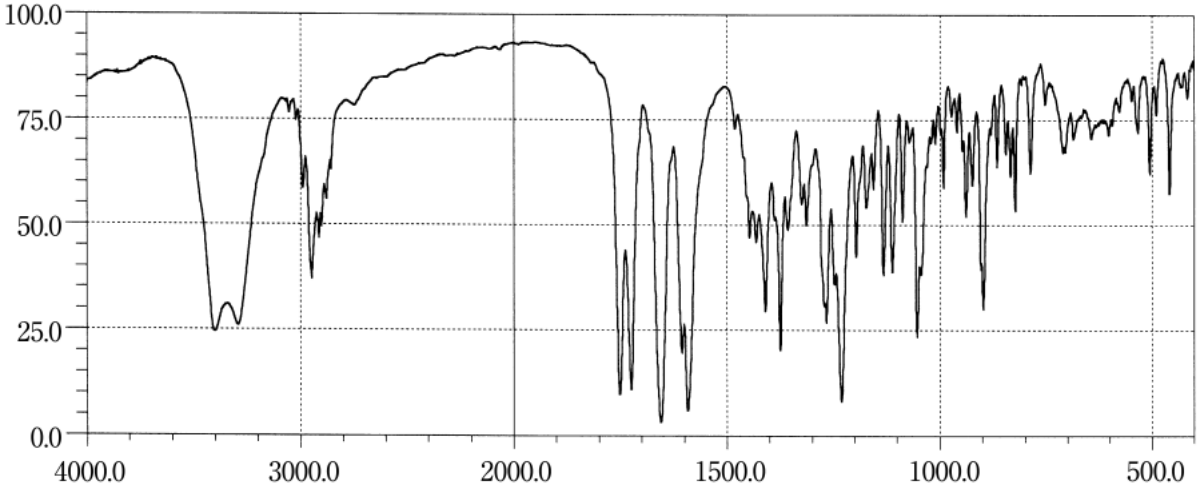
プレドニゾロン



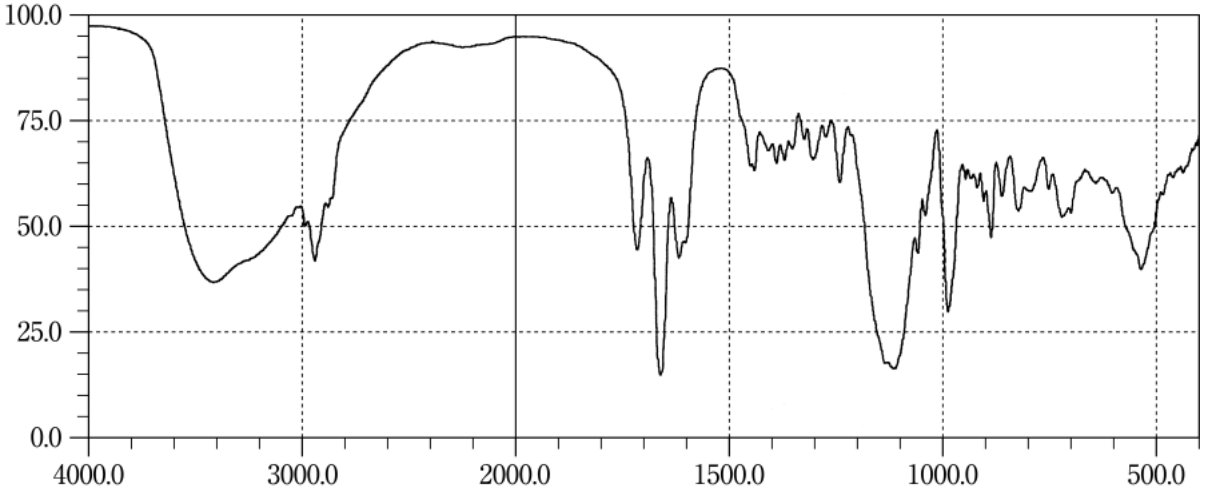
プレドニゾロンコハク酸エステル



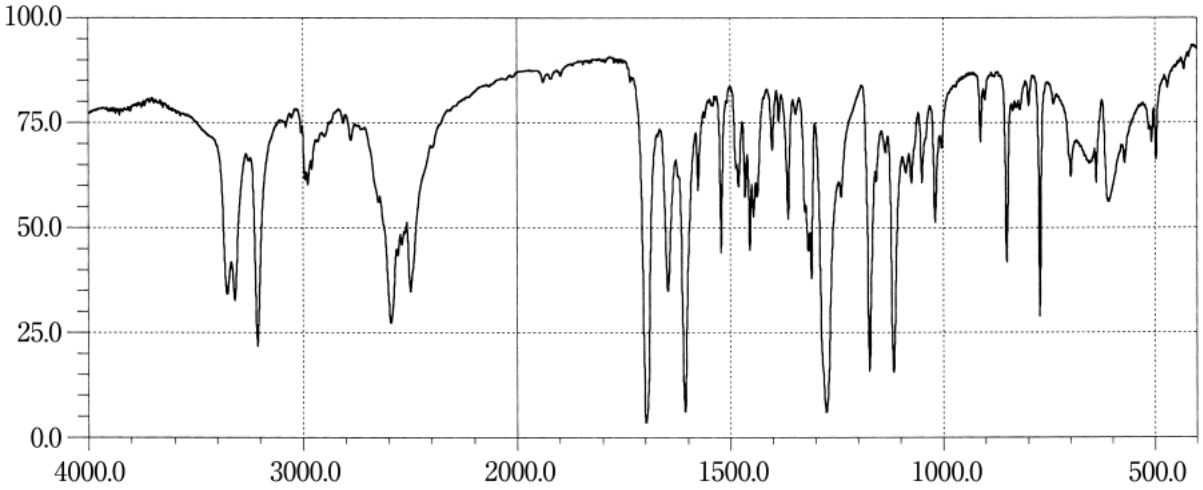
プレドニゾロン酢酸エステル



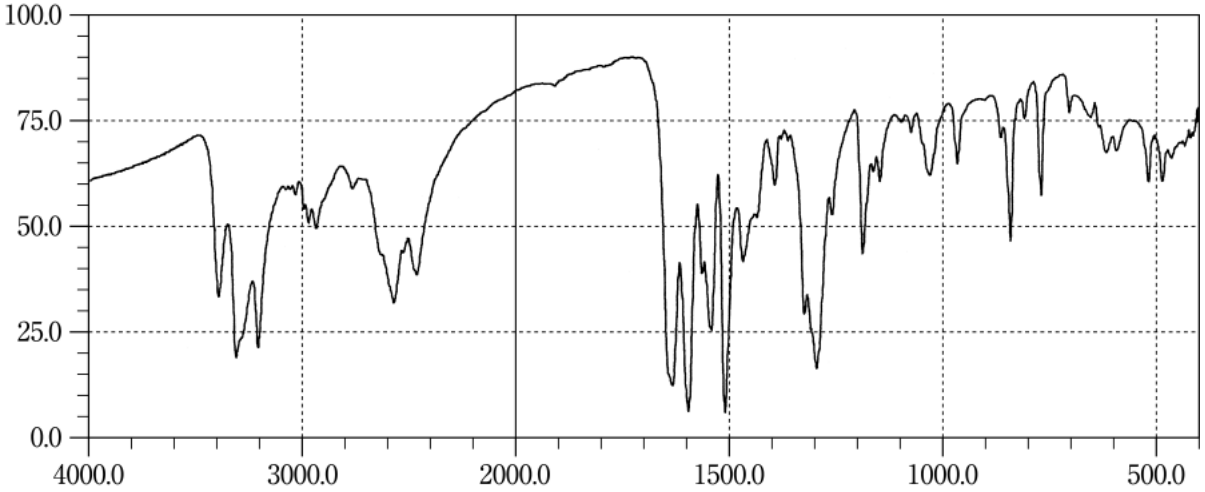
プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム



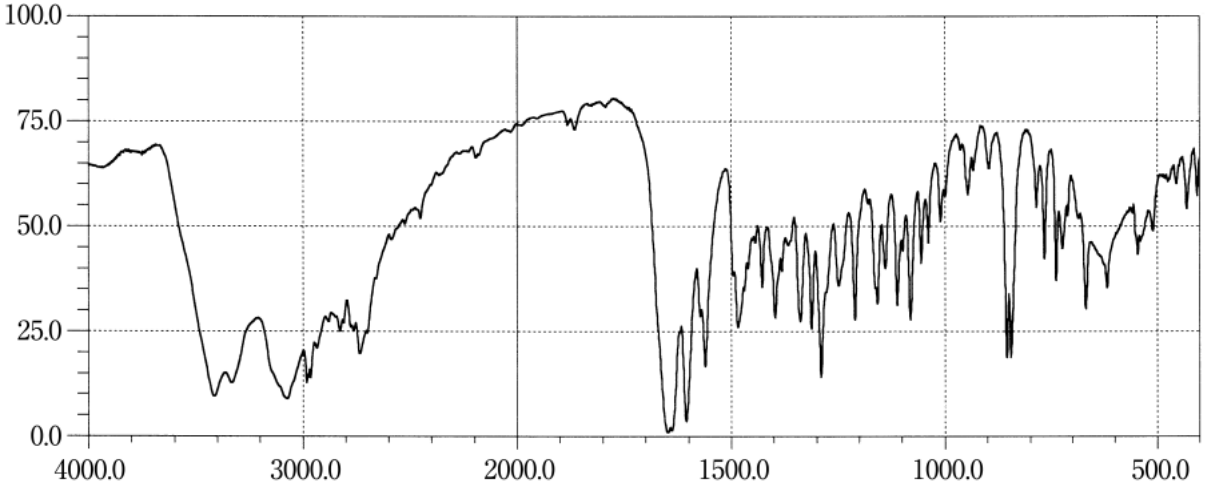
プロカイン塩酸塩



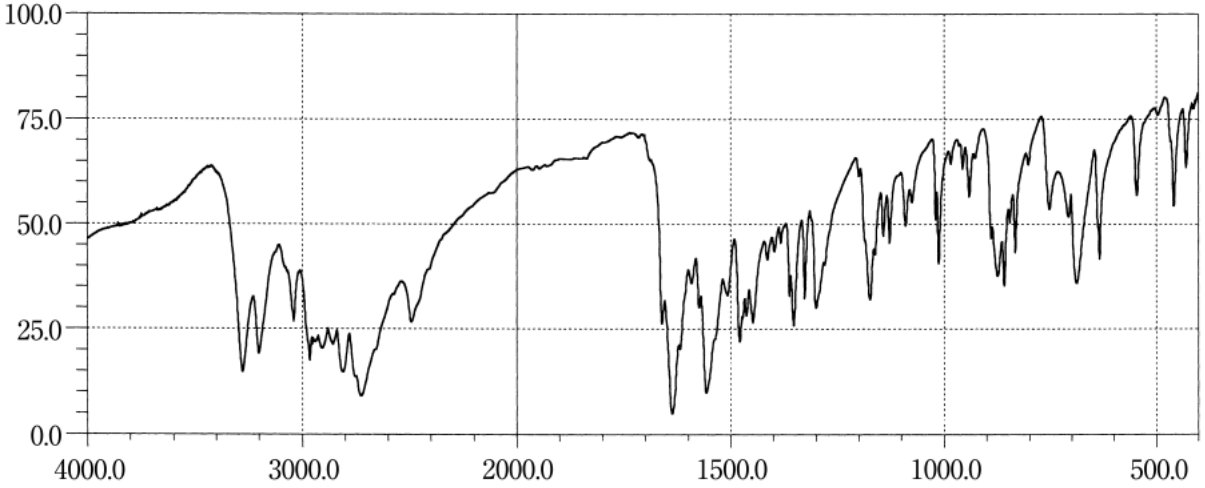
プロカインアミド塩酸塩



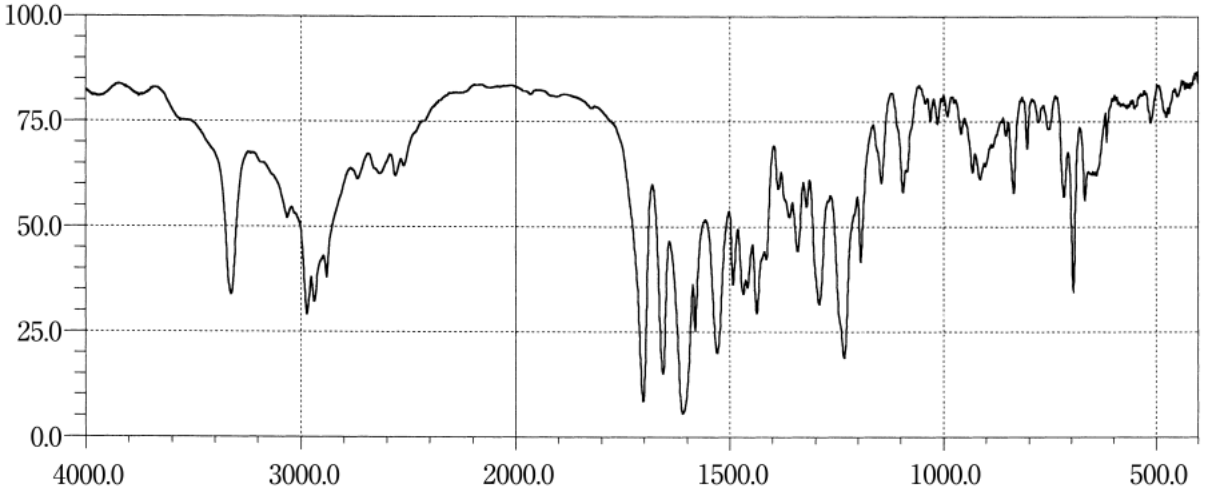
プロカテロール塩酸塩水和物



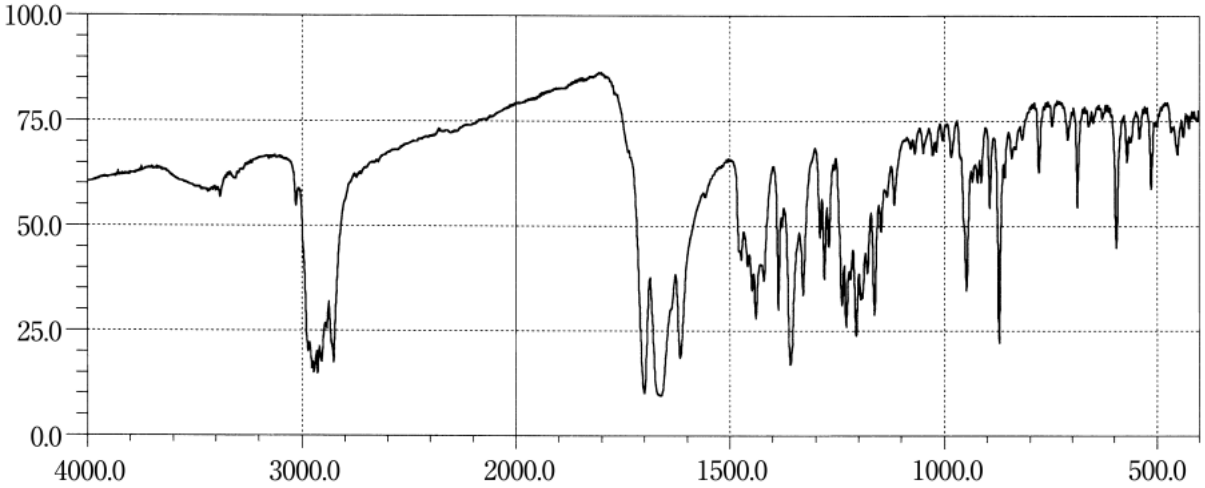
プロカルバジン塩酸塩



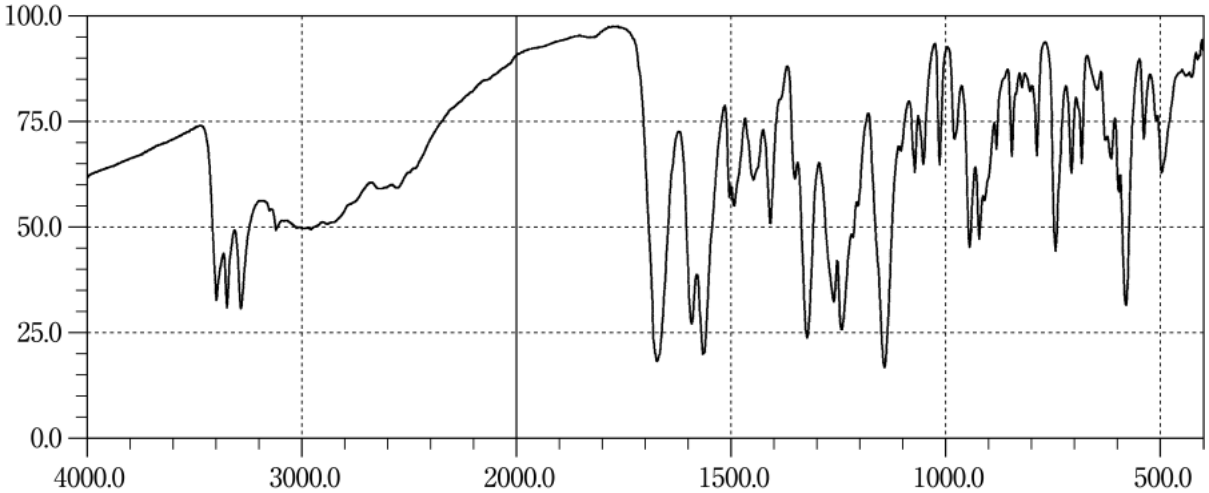
プログルミド



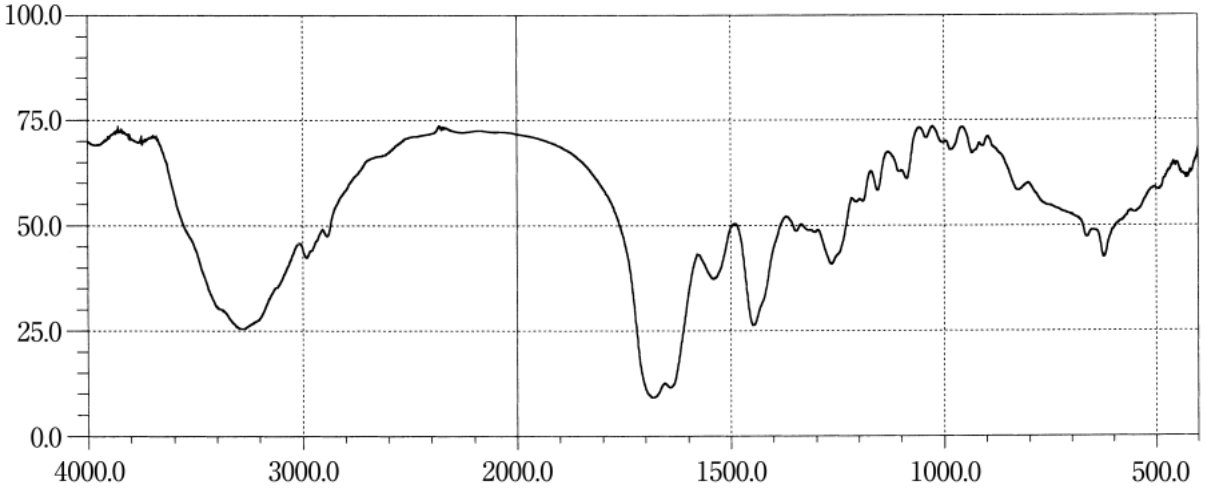
プロゲステロン



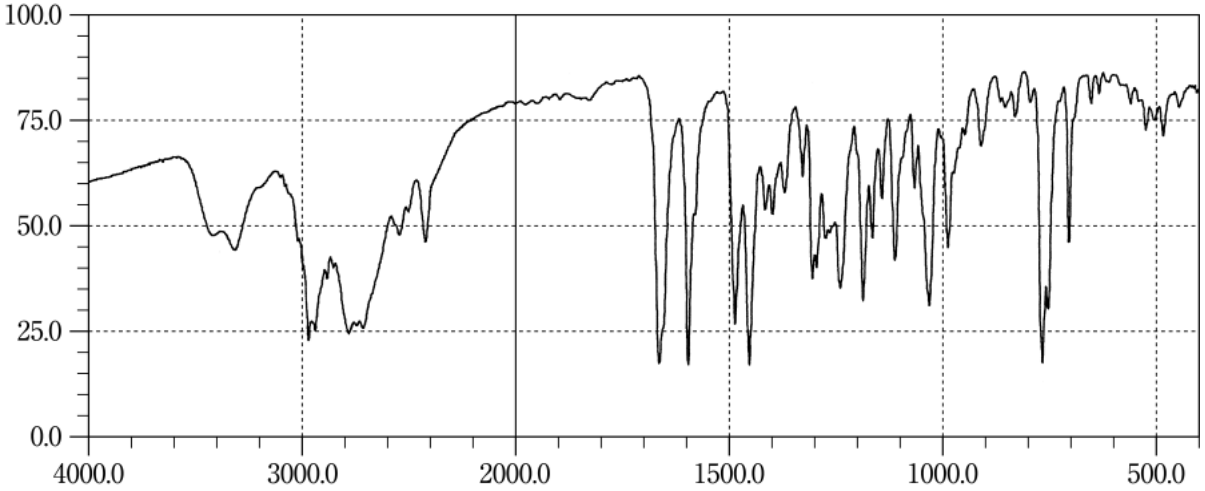
フロセミド



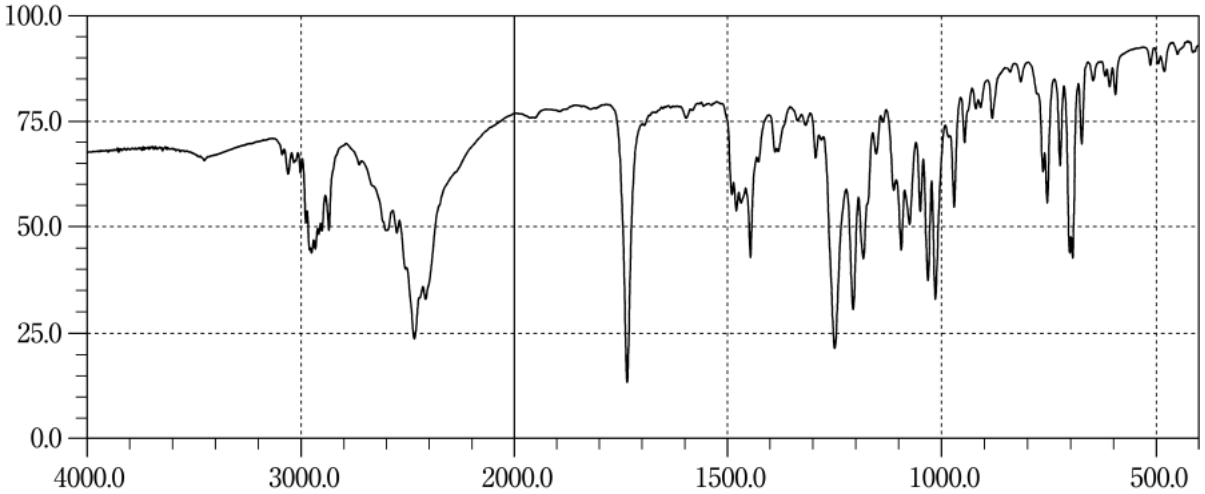
プロチレリン



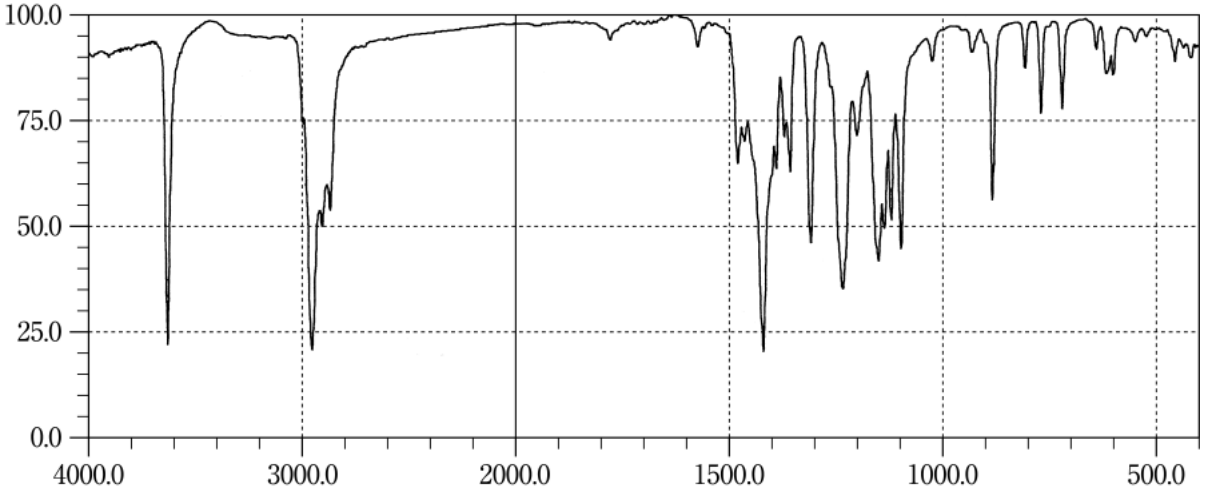
プロパフェノン塩酸塩



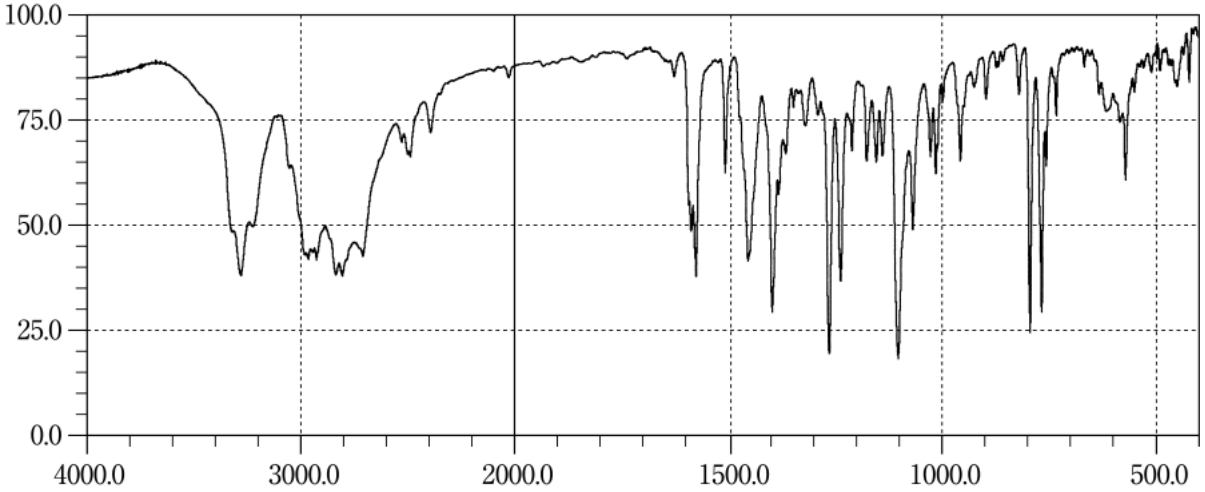
プロピベリン塩酸塩



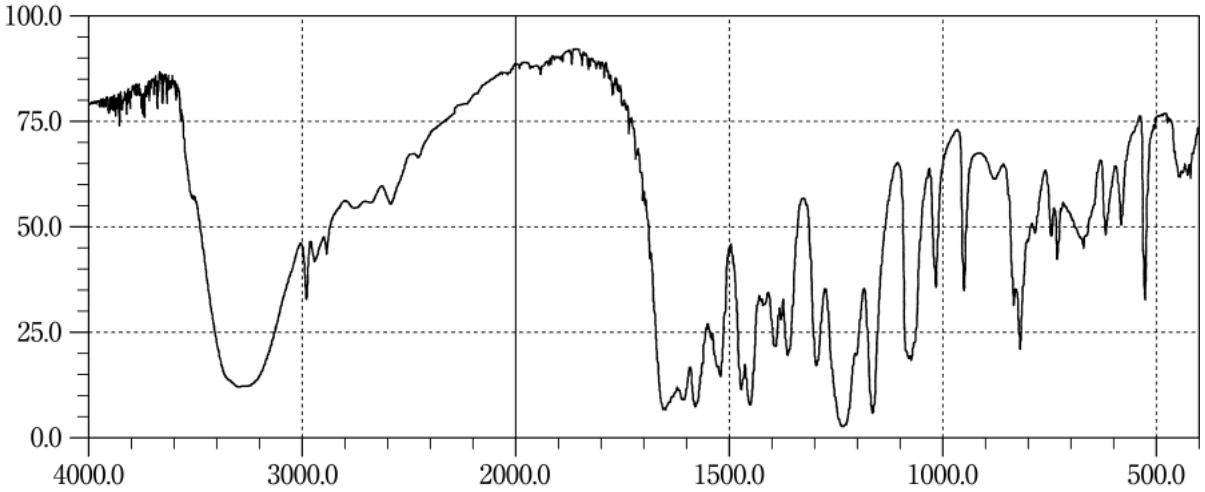
プロブコール



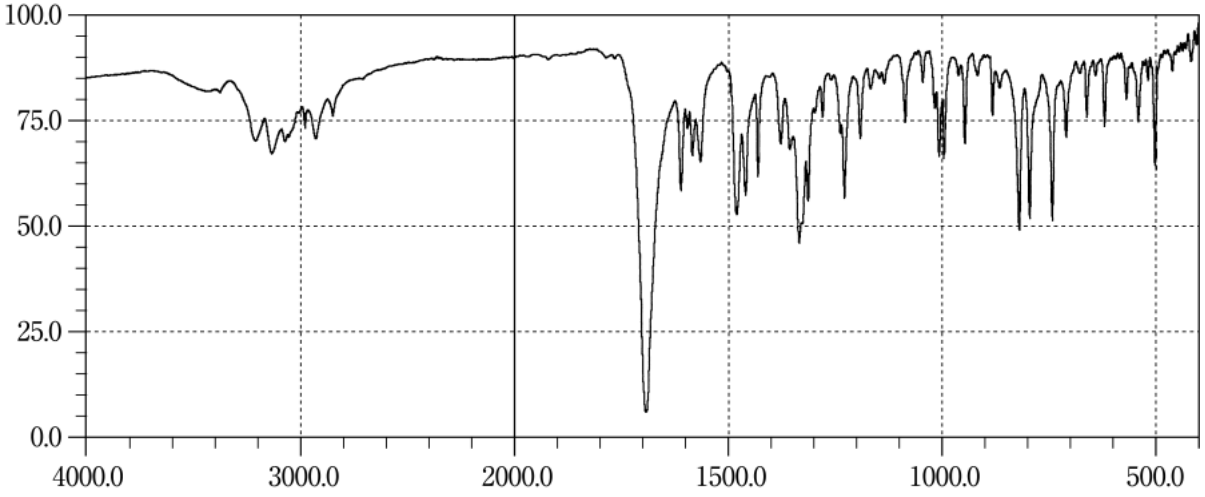
プロプラノロール塩酸塩



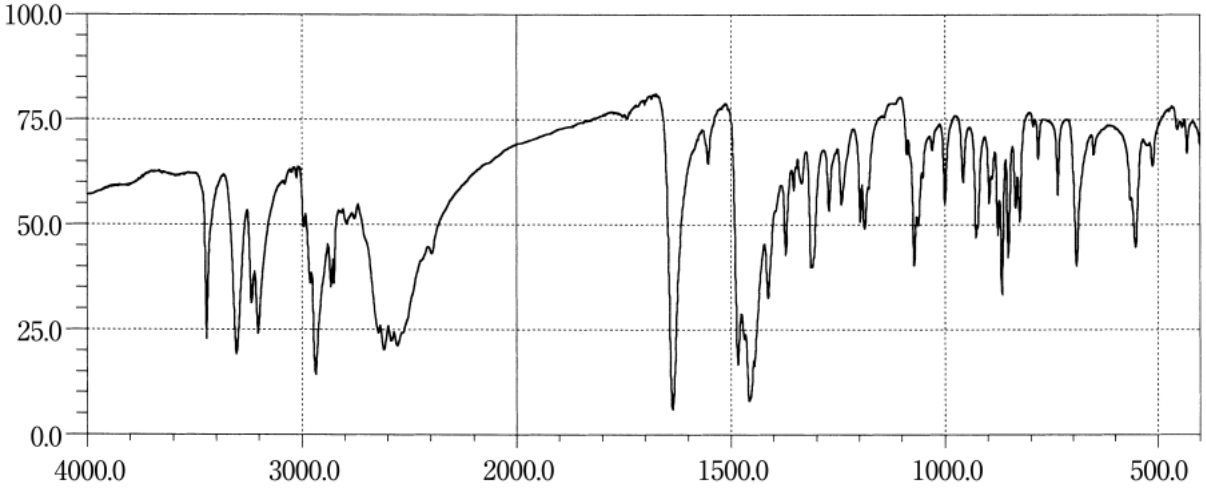
フロプロピオン



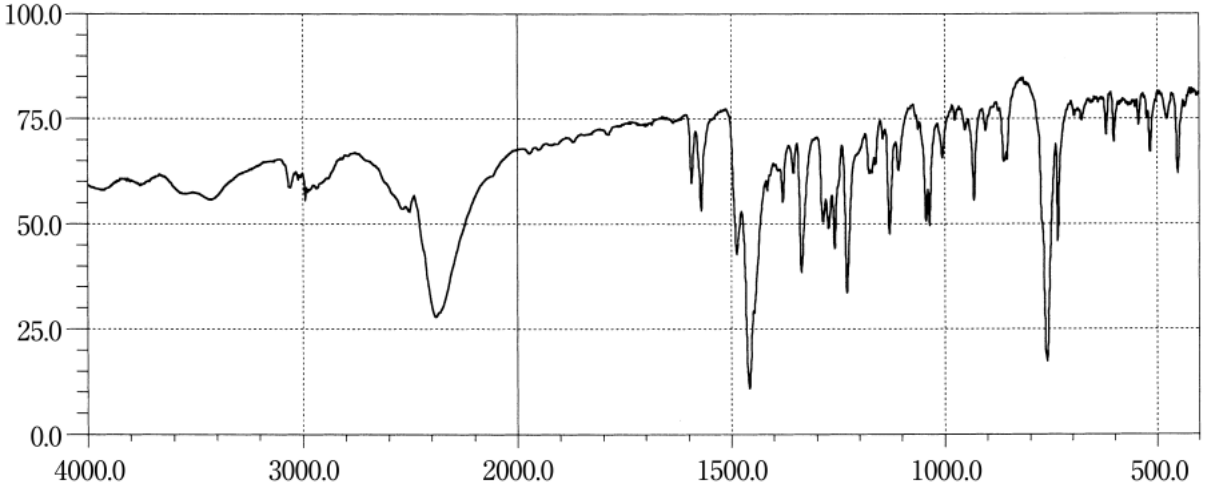
ブロマゼパム



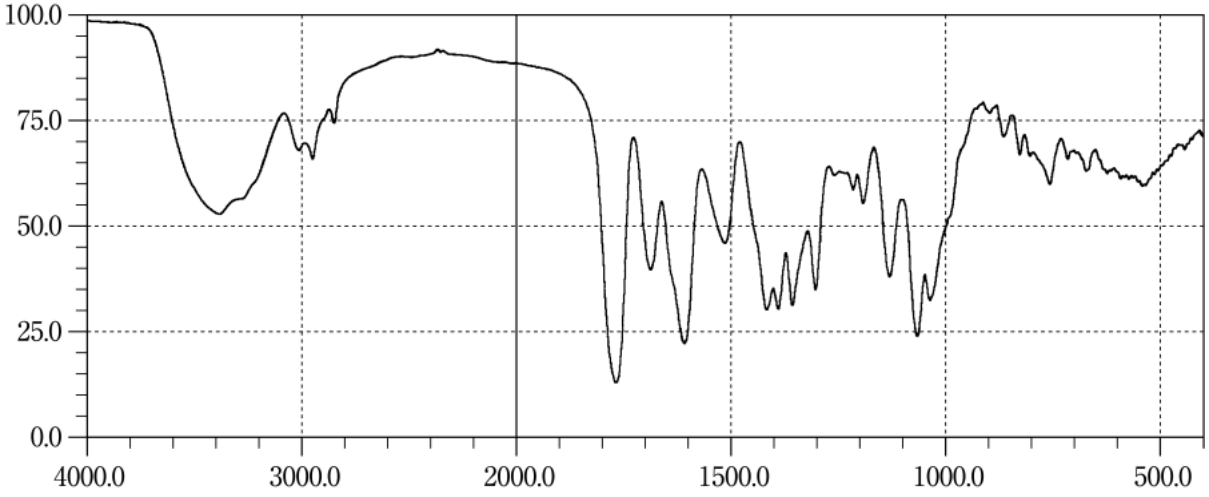
ブロムヘキシン塩酸塩



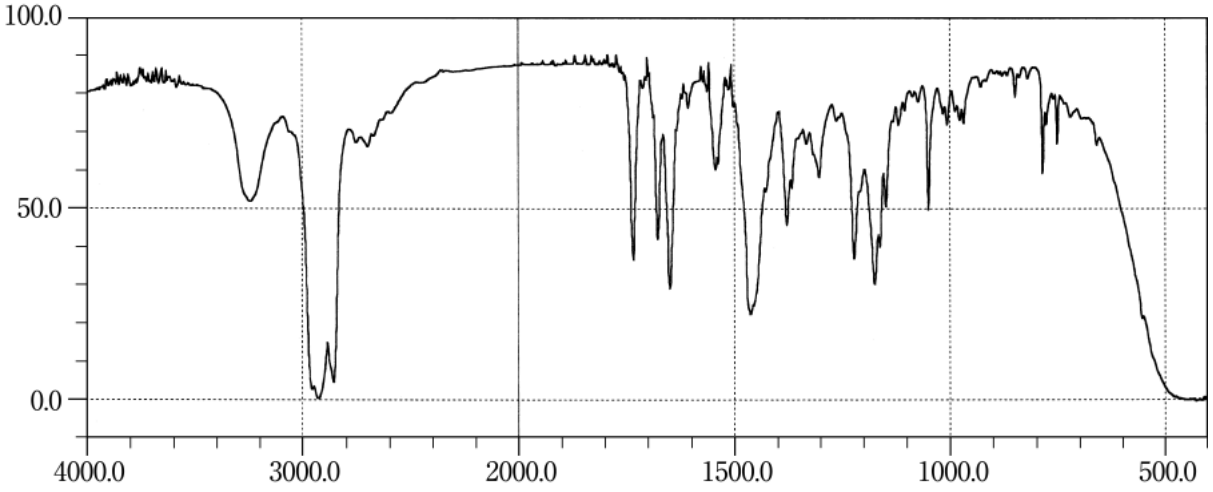
プロメタジン塩酸塩



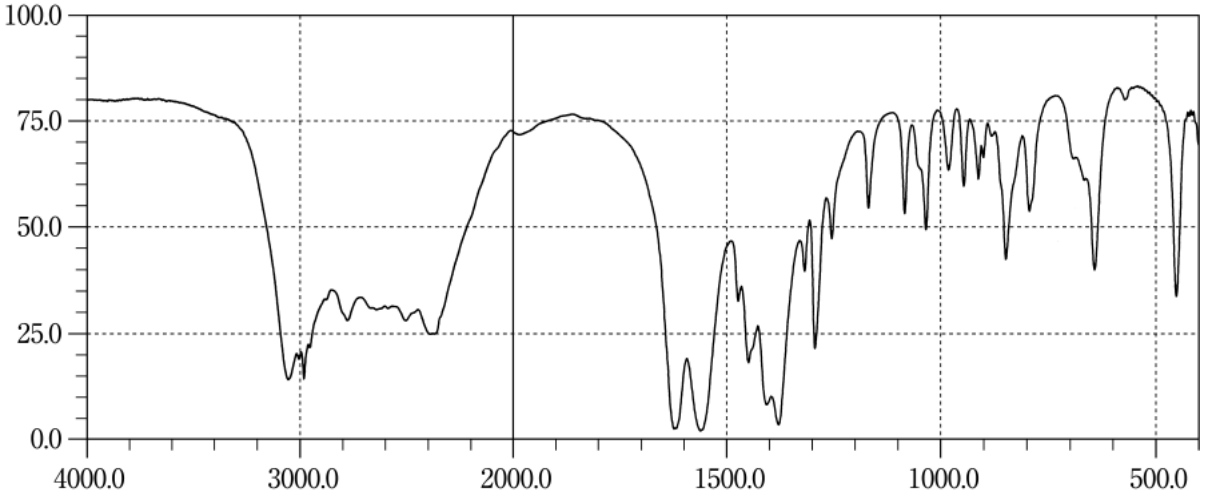
フロモキセフナトリウム



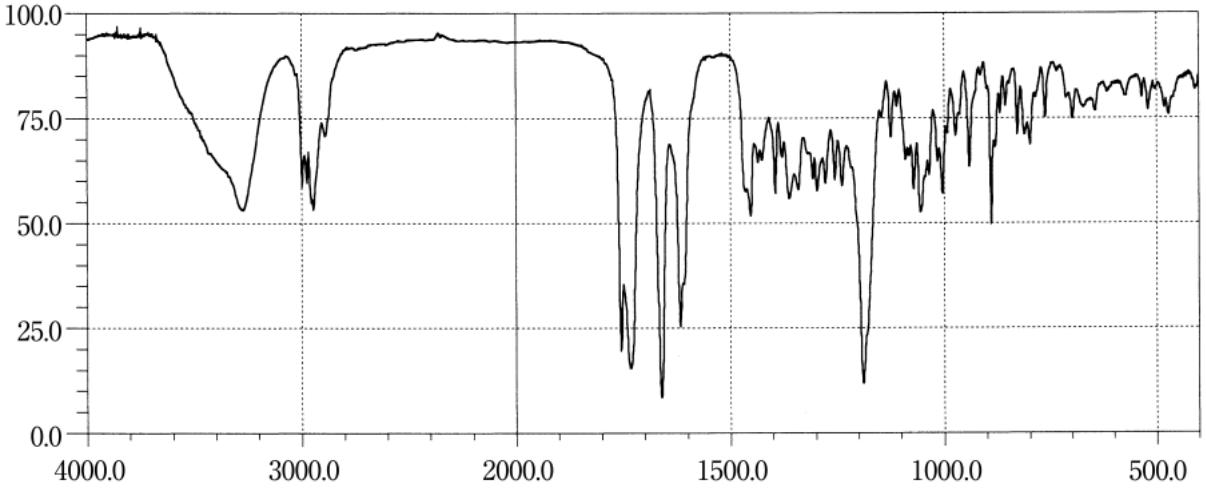
ブロモクリプチンメシル酸塩



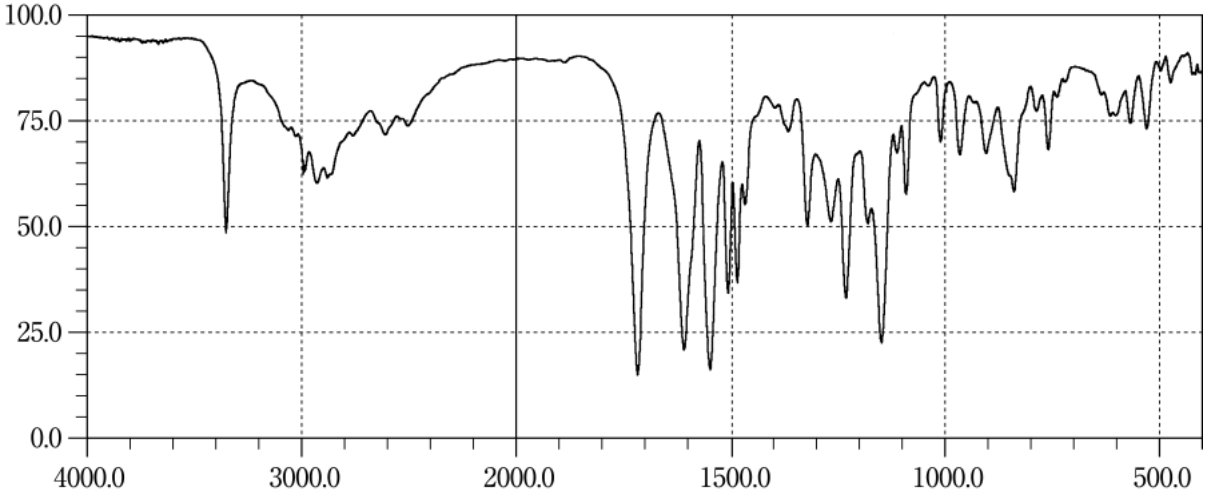
L－プロリン



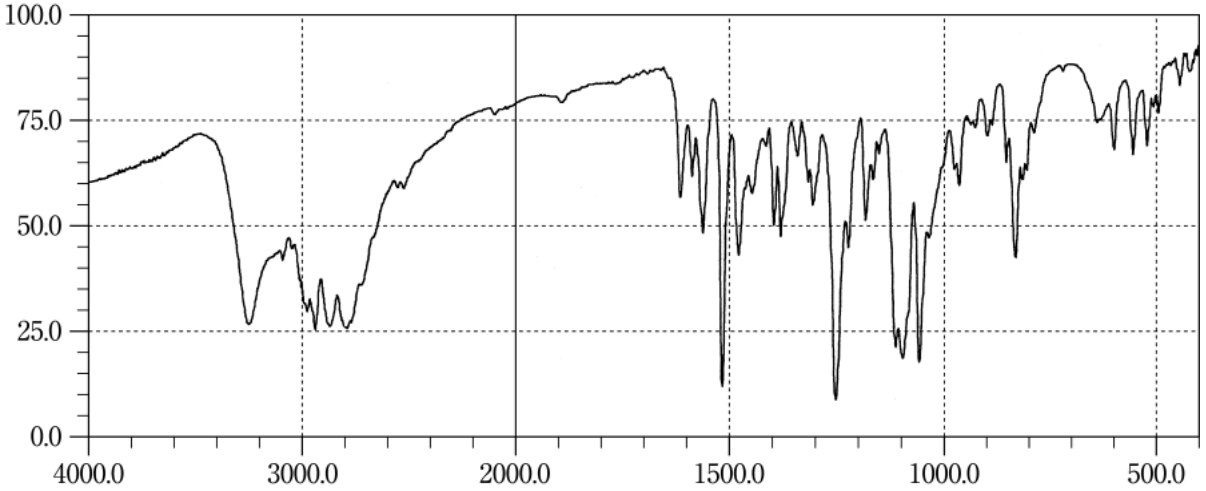
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル



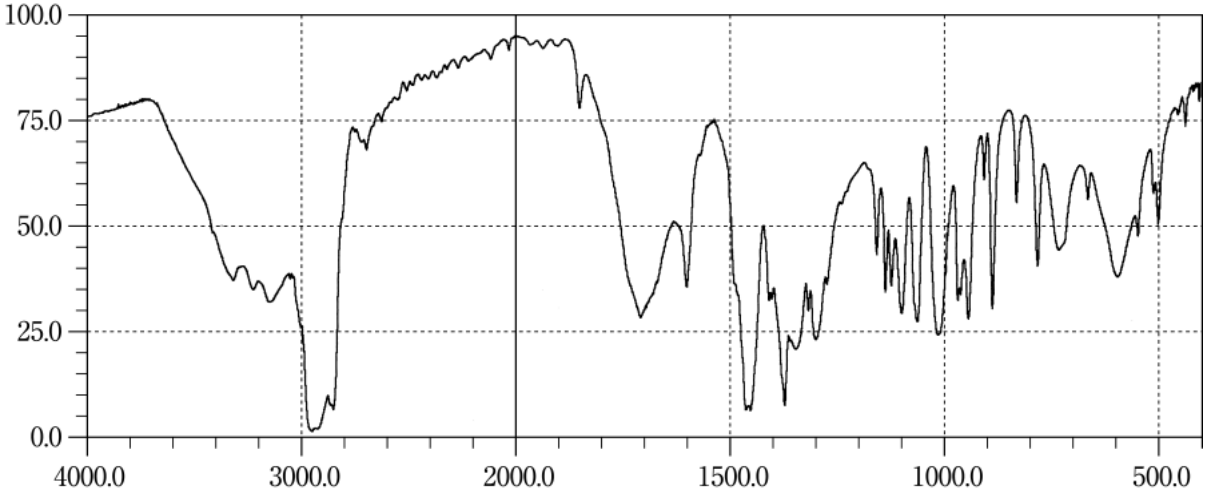
ベザフィブラート



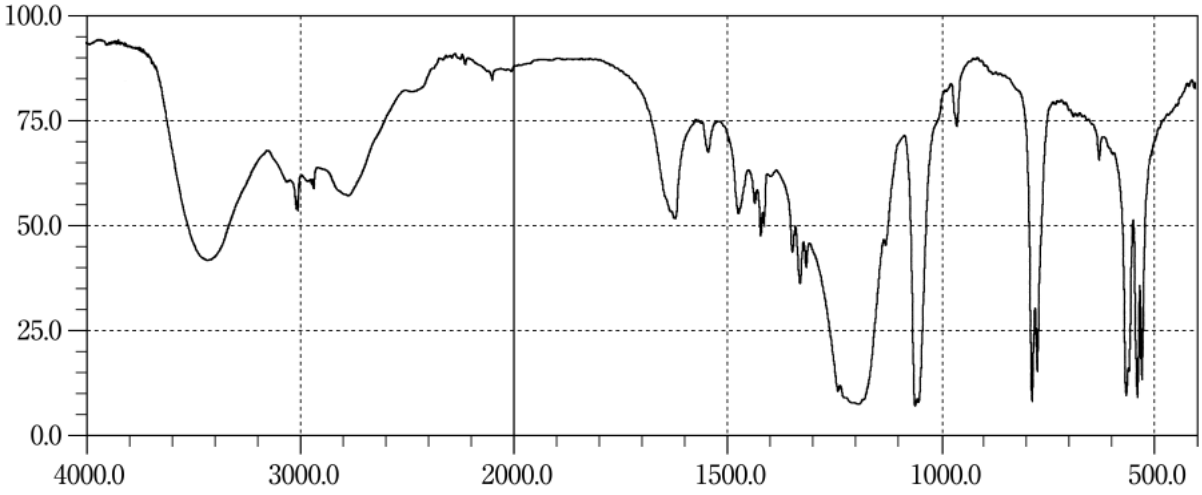
ベタキソロール塩酸塩



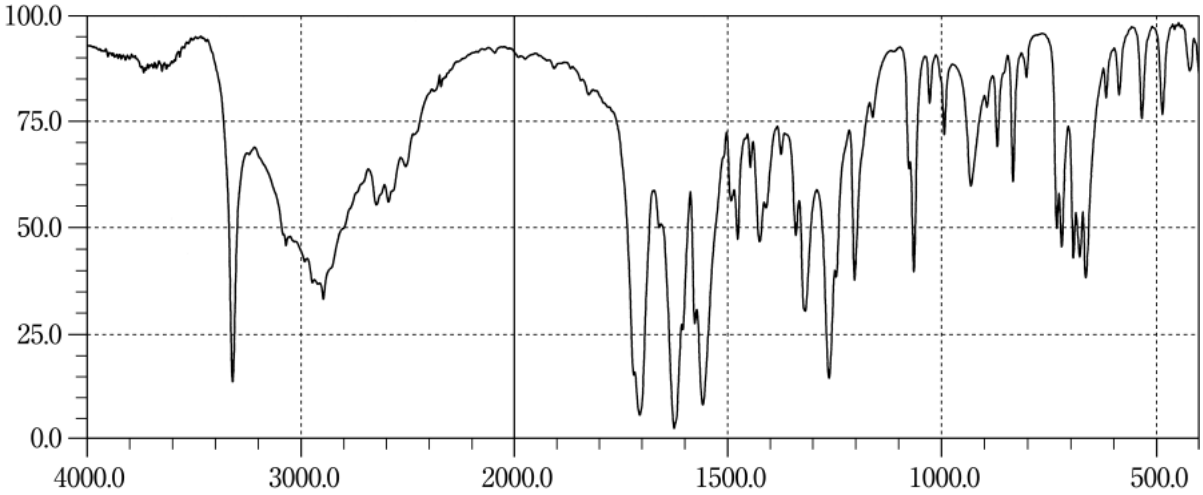
ベタネコール塩化物



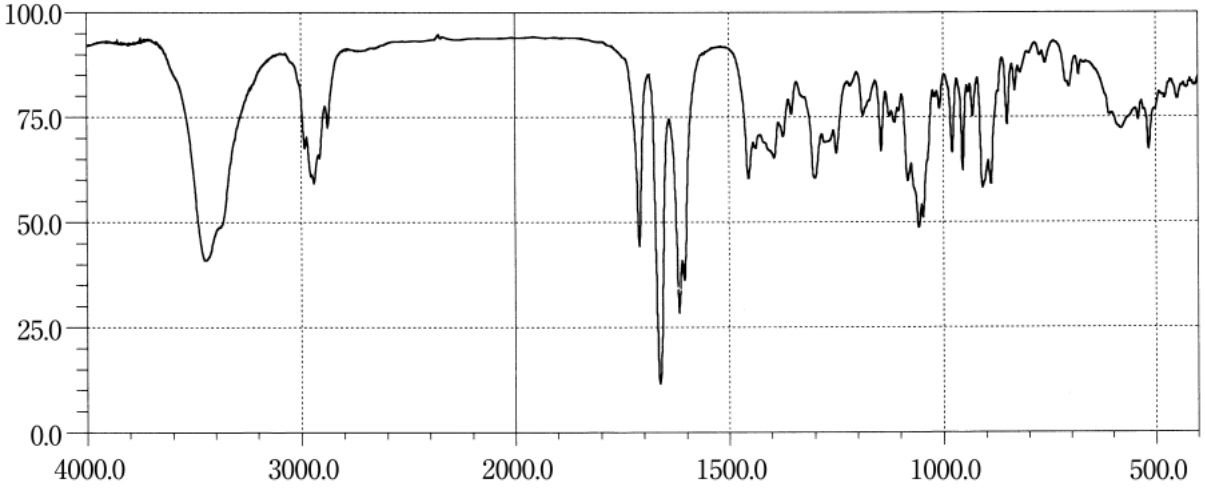
ベタヒスチンメシル酸塩



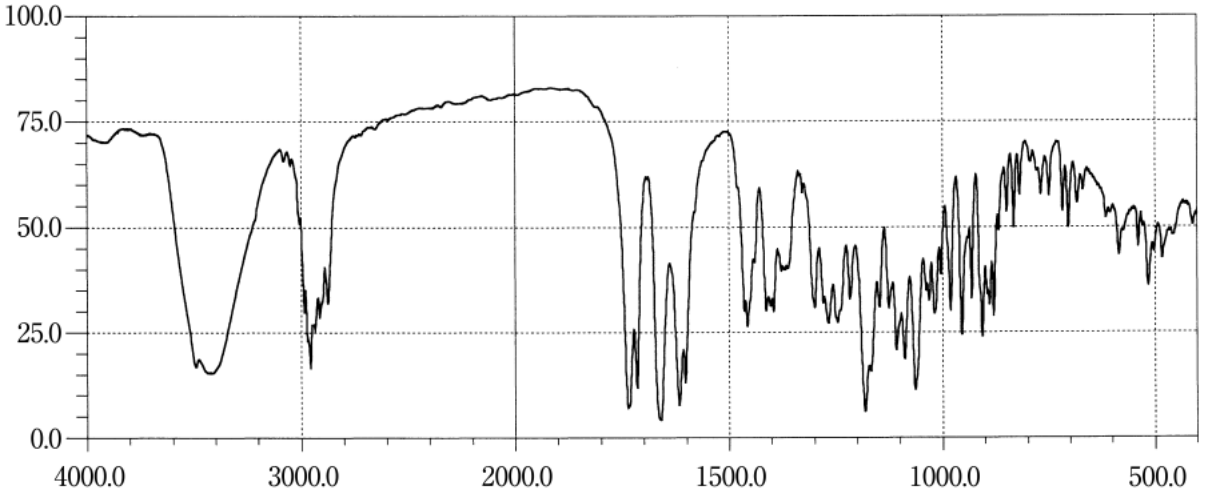
ベタミプロン



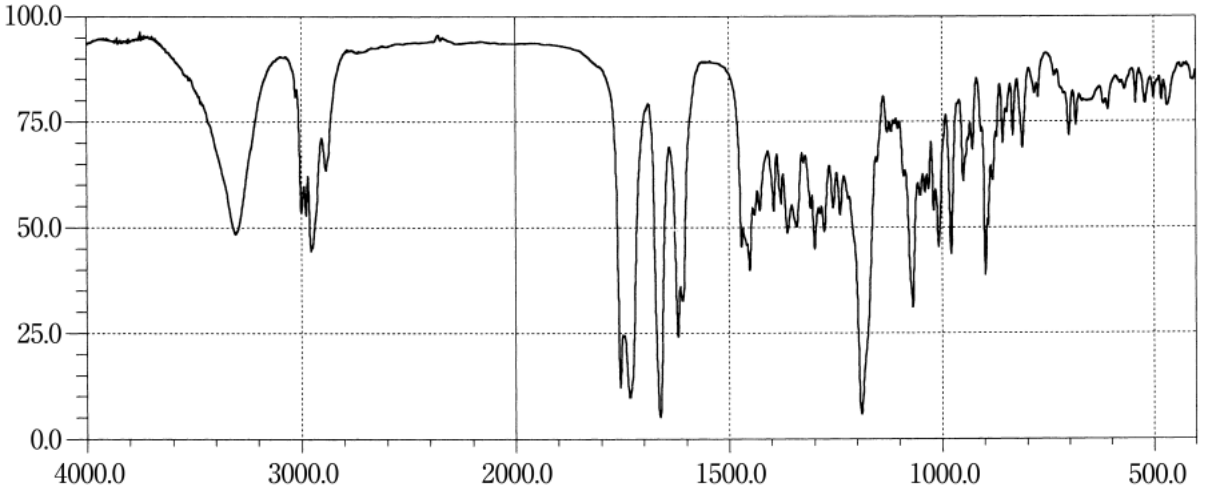
ベタメタゾン



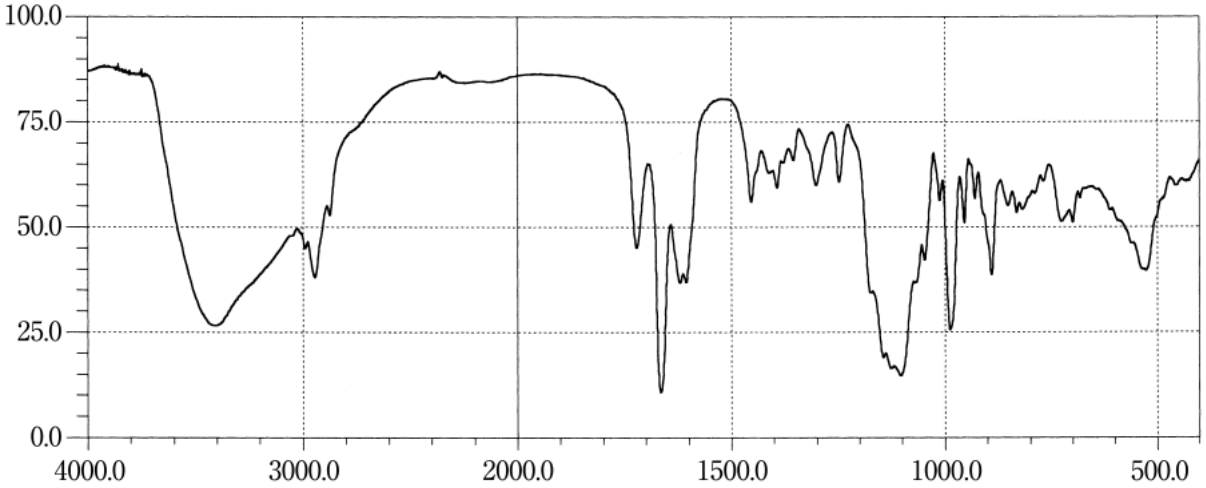
ベタメタゾン吉草酸エステル



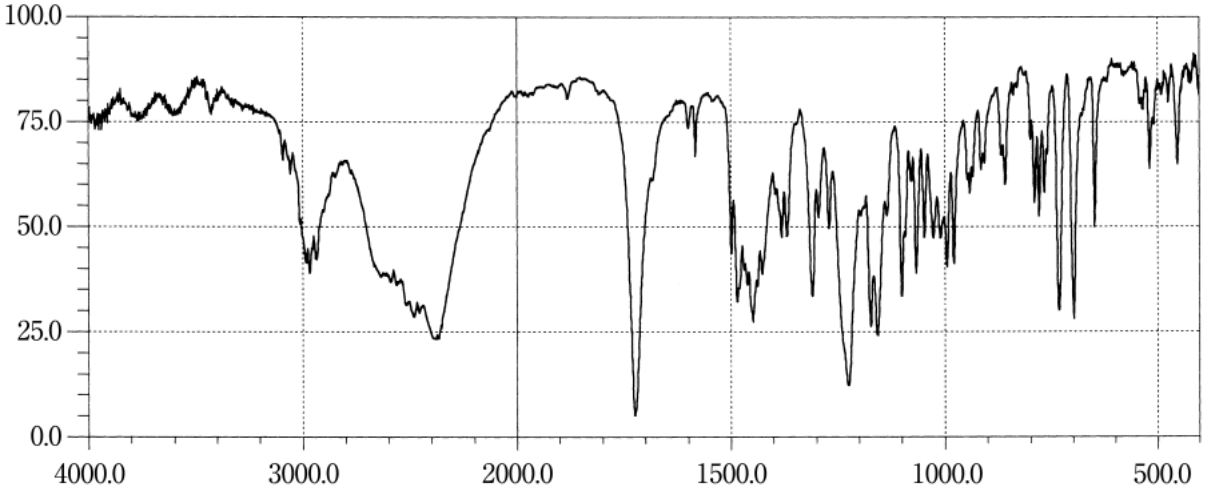
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル



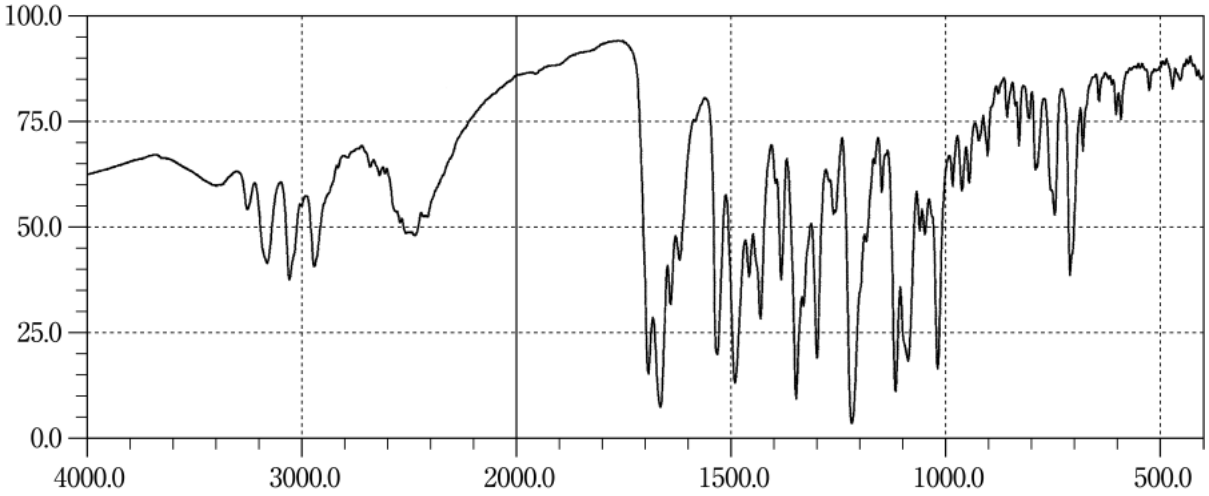
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム



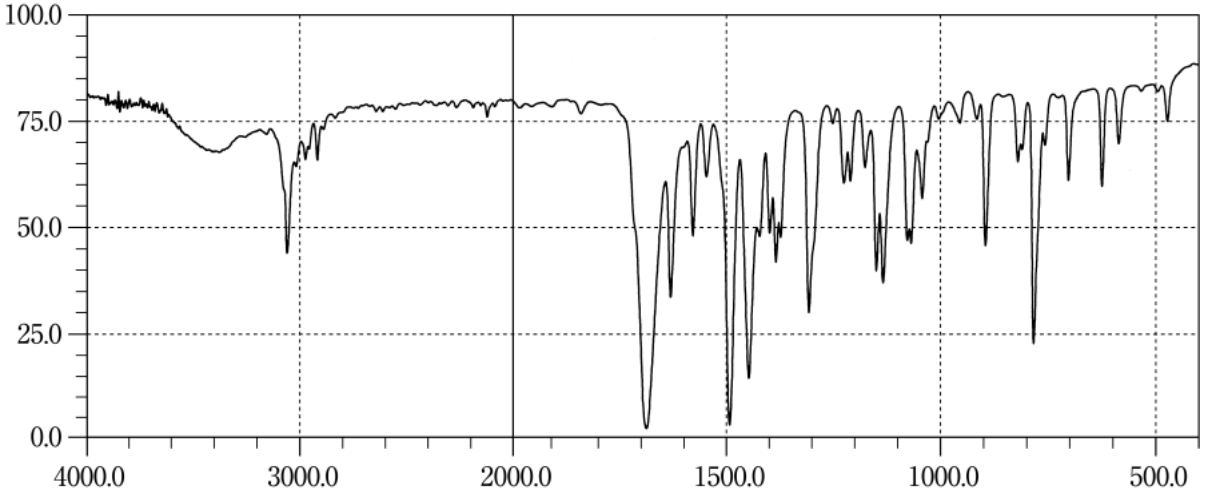
ペチジン塩酸塩



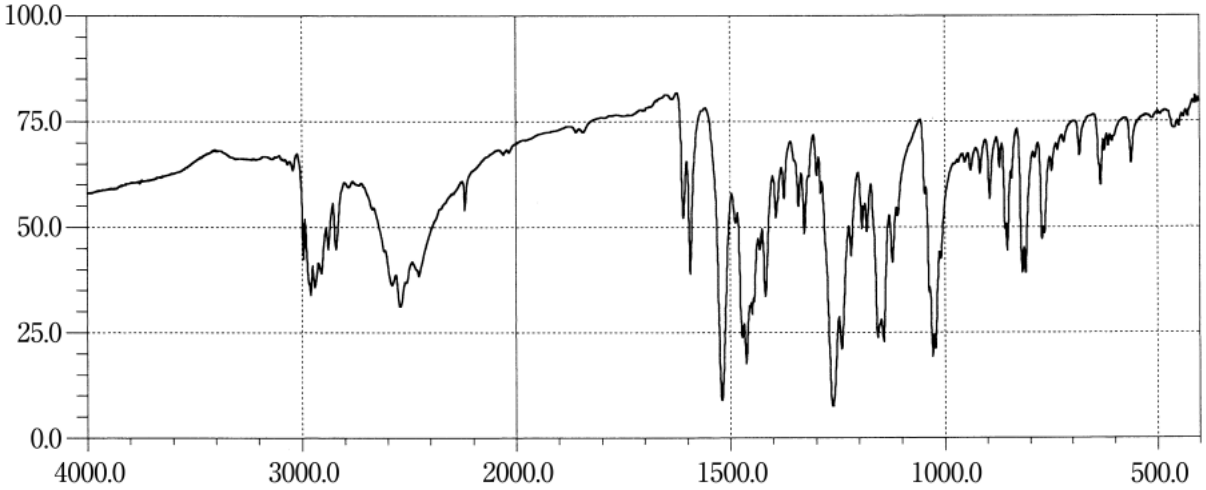
ベニジピン塩酸塩



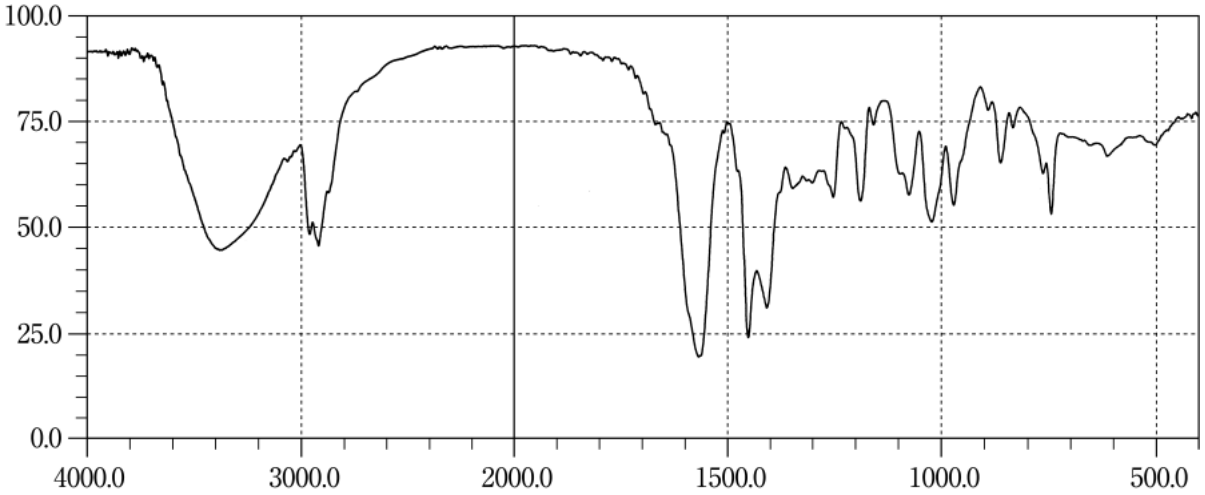
ペミロラストカリウム



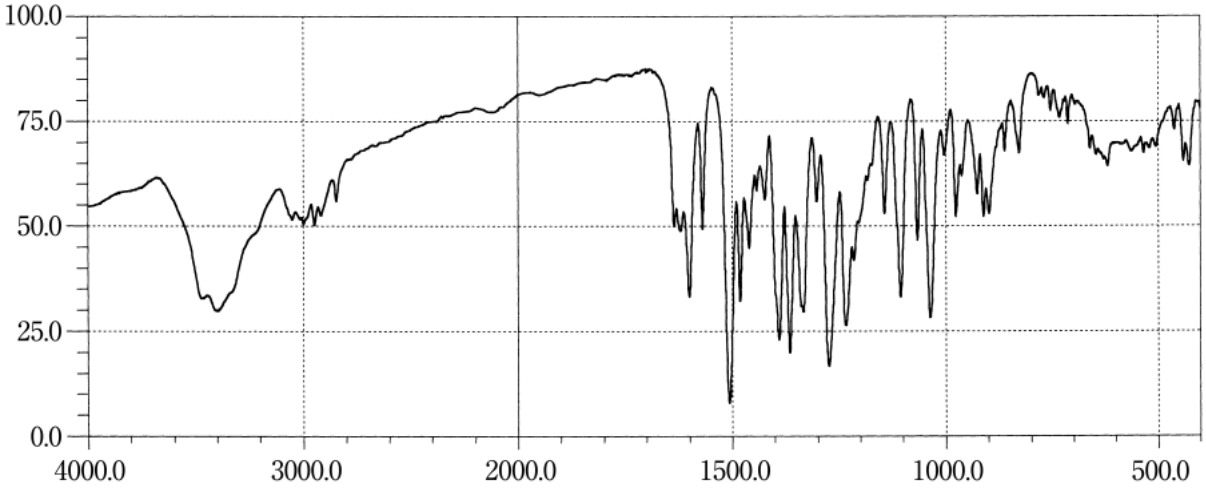
ベラパミル塩酸塩



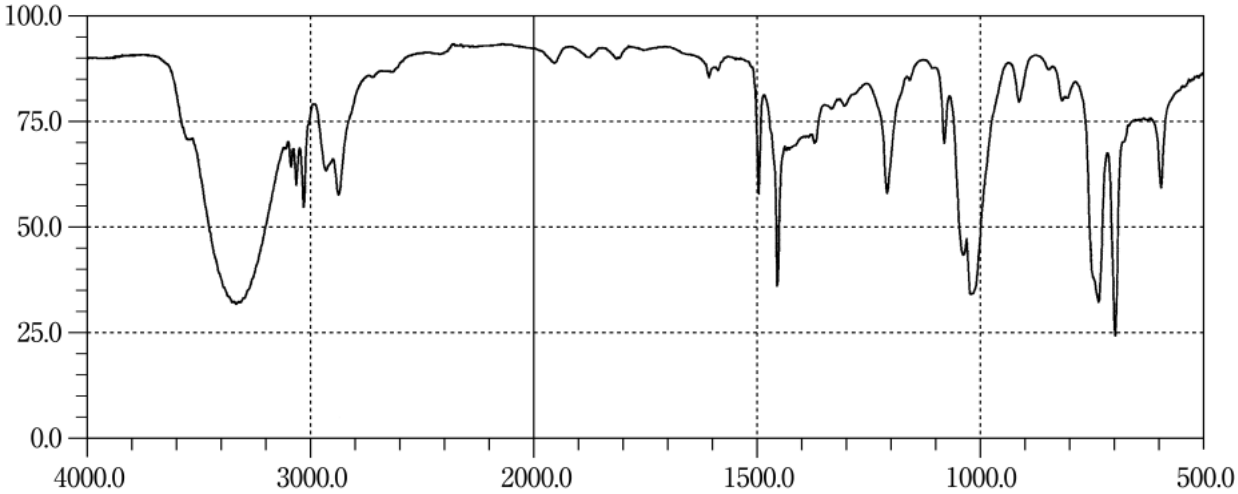
ベラプロストナトリウム



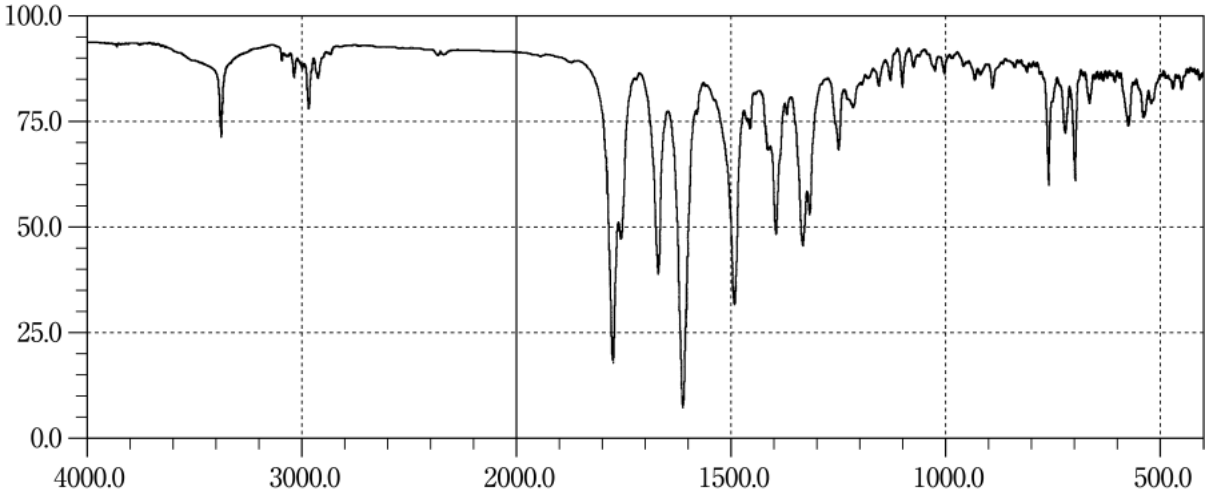
ベルベリン塩化物水和物



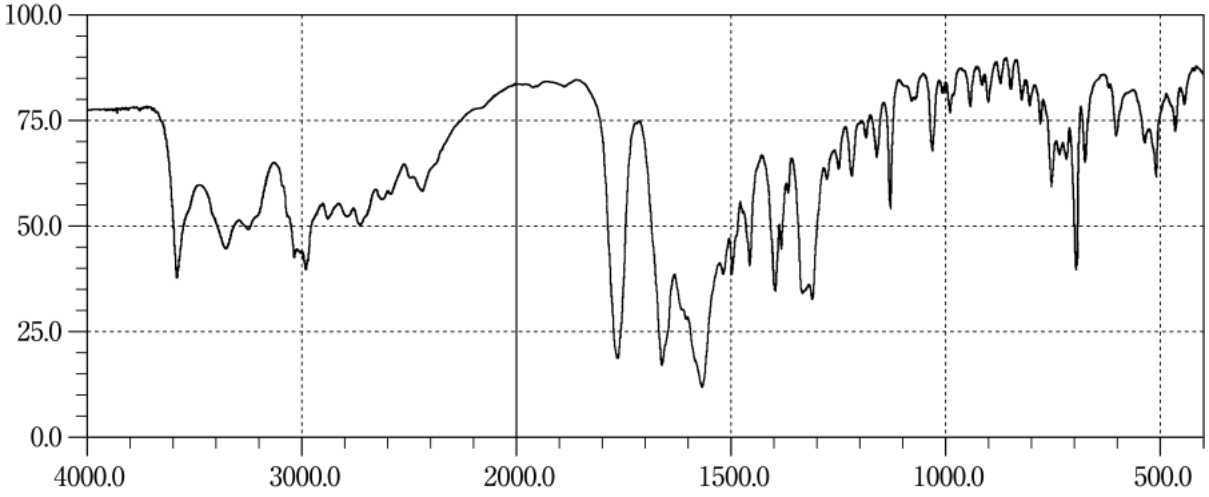
ベンジルアルコール



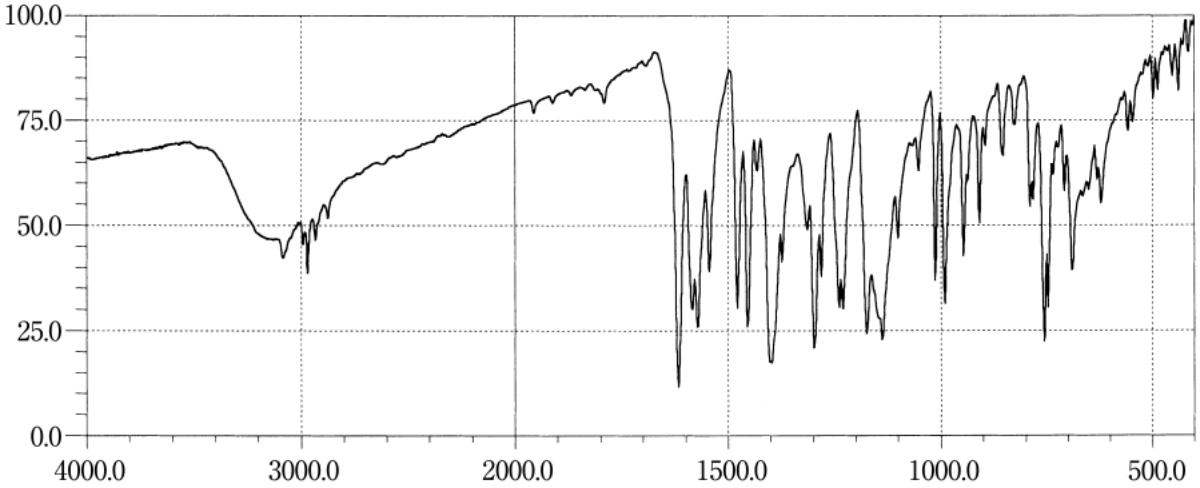
ベンジルペニシリンカリウム



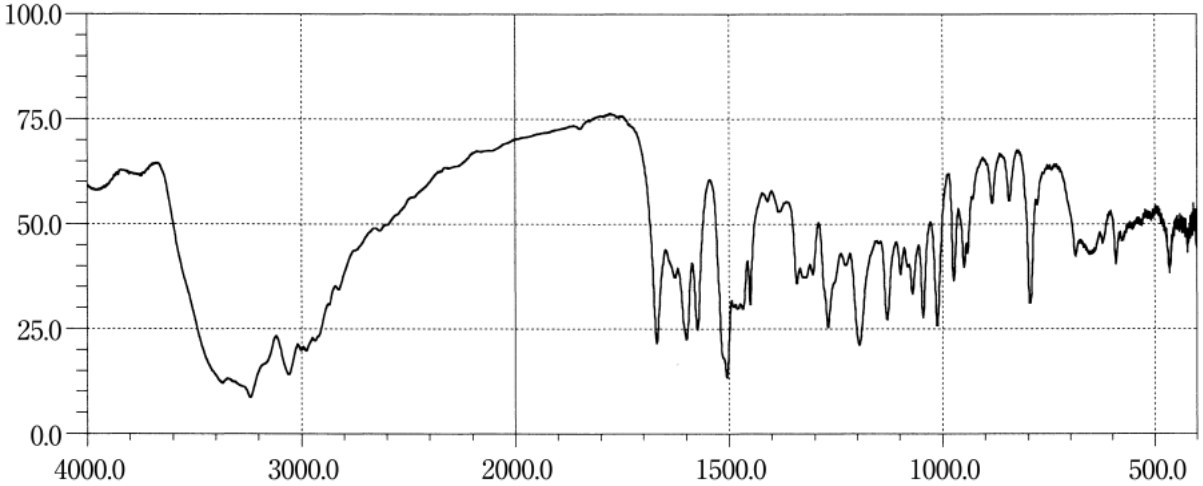
ベンジルペニシリンベンザチン水和物



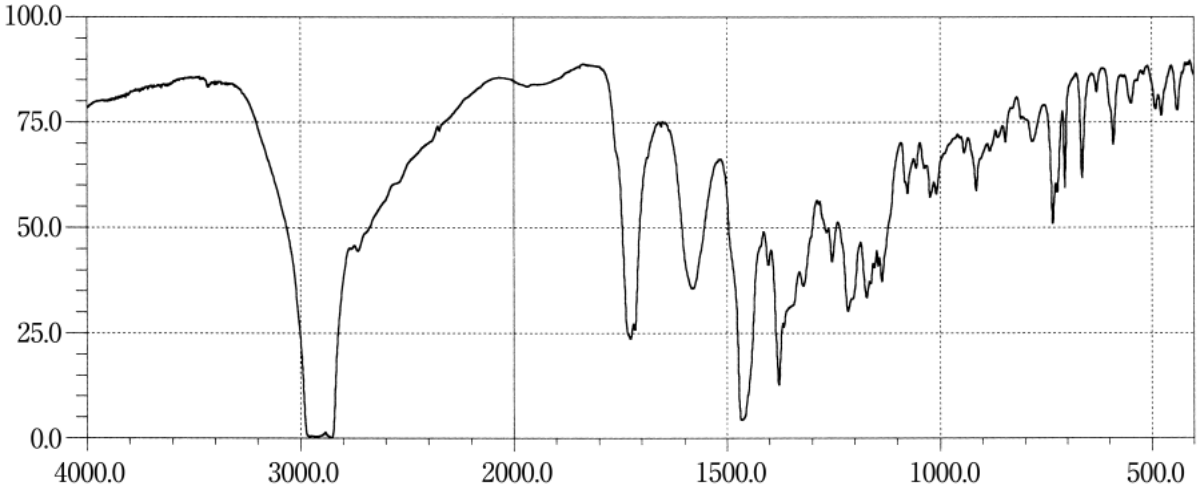
ベンズブロマロン



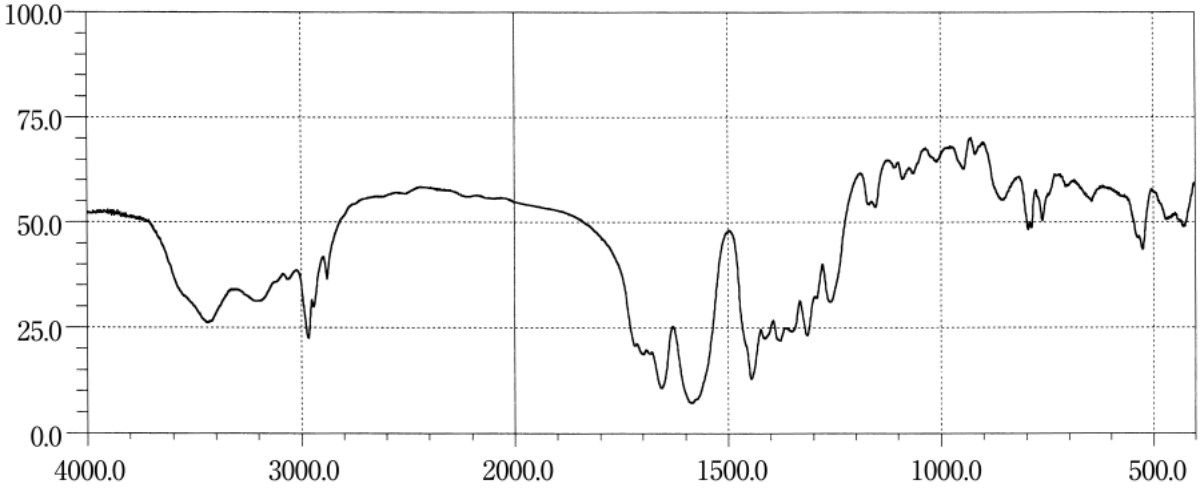
ベンセラジド塩酸塩



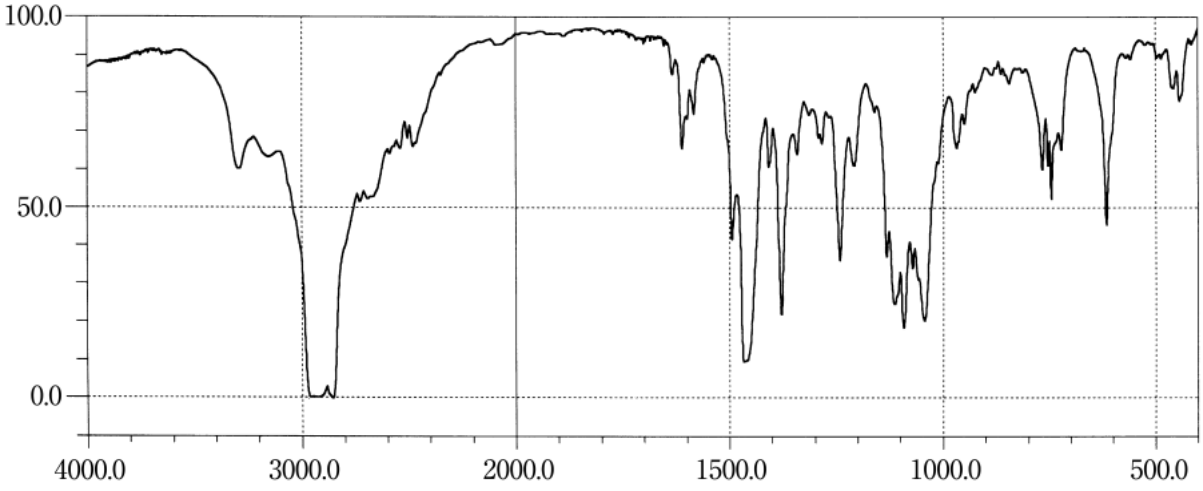
ペントキシベリンクエン酸塩



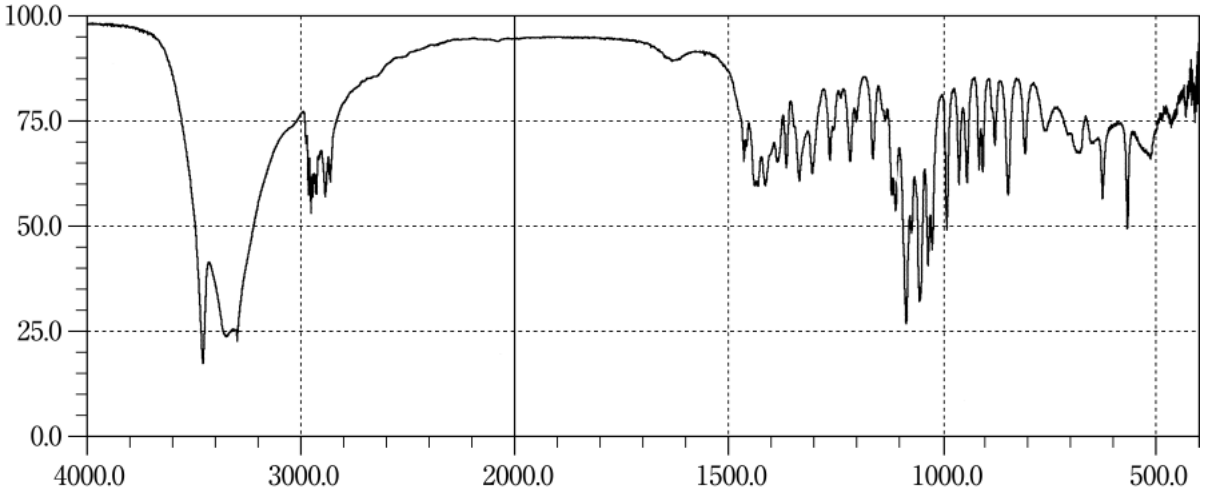
ペントバルビタールカルシウム



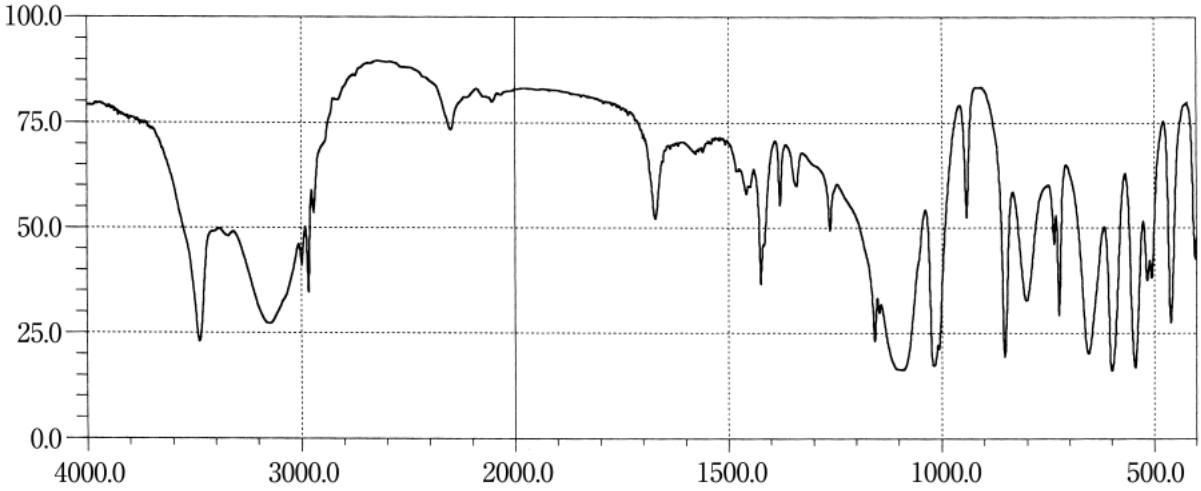
ペンブトロール硫酸塩



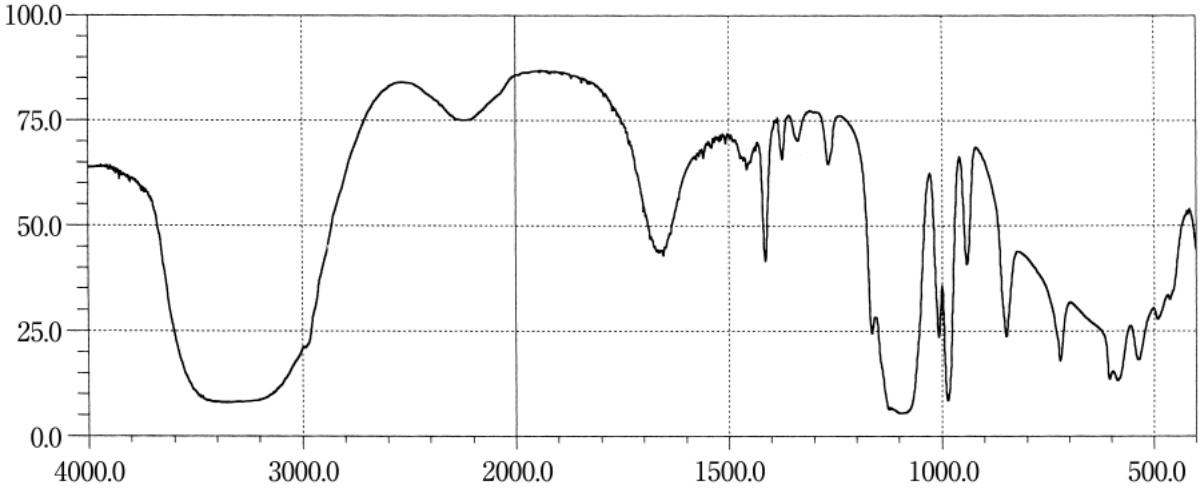
ボグリボース



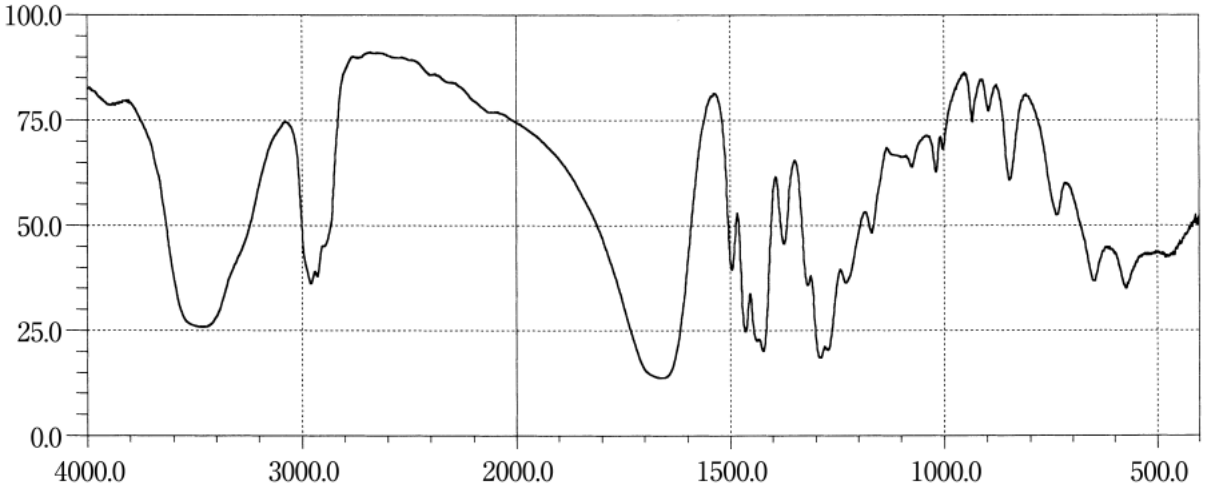
ホスホマイシンカルシウム水和物



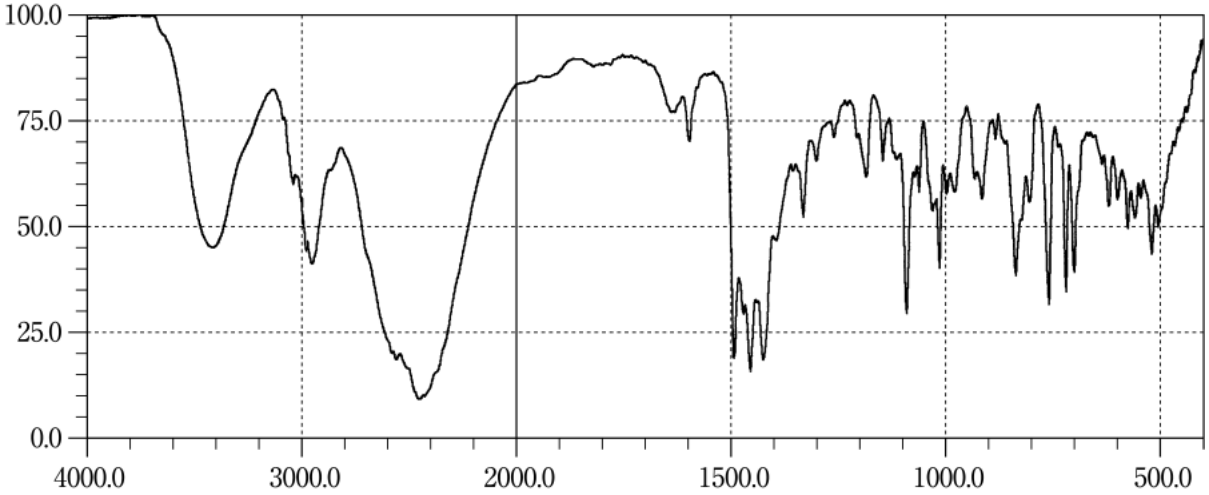
ホスホマイシンナトリウム



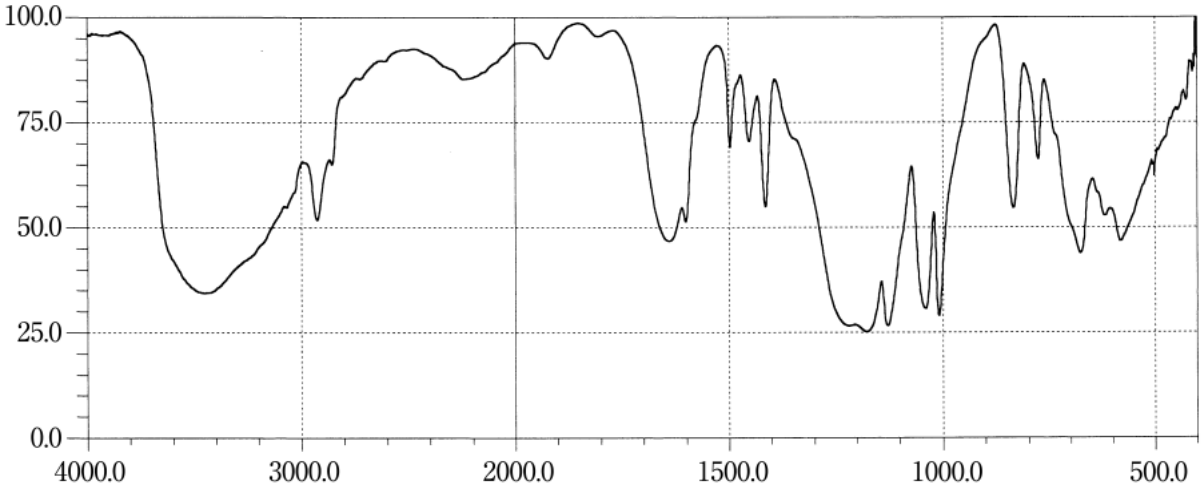
ポビドン



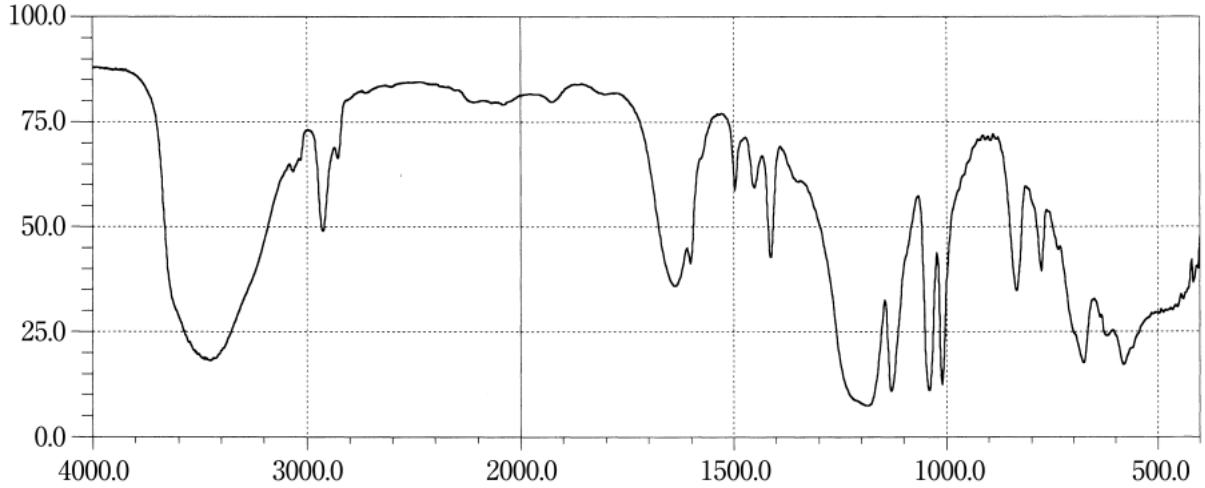
ホモクロルシクリジン塩酸塩



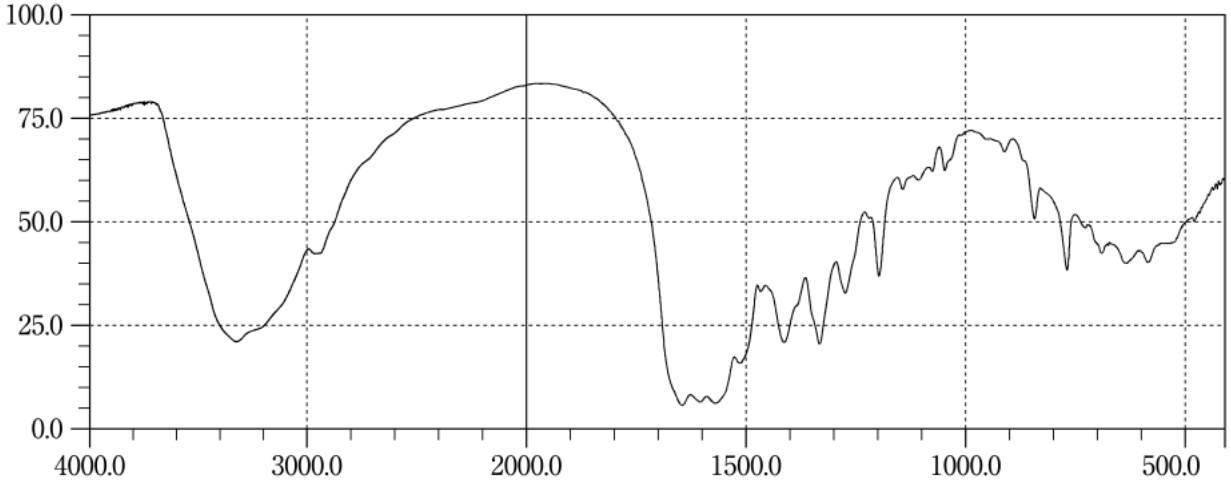
ポリスチレンスルホン酸カルシウム



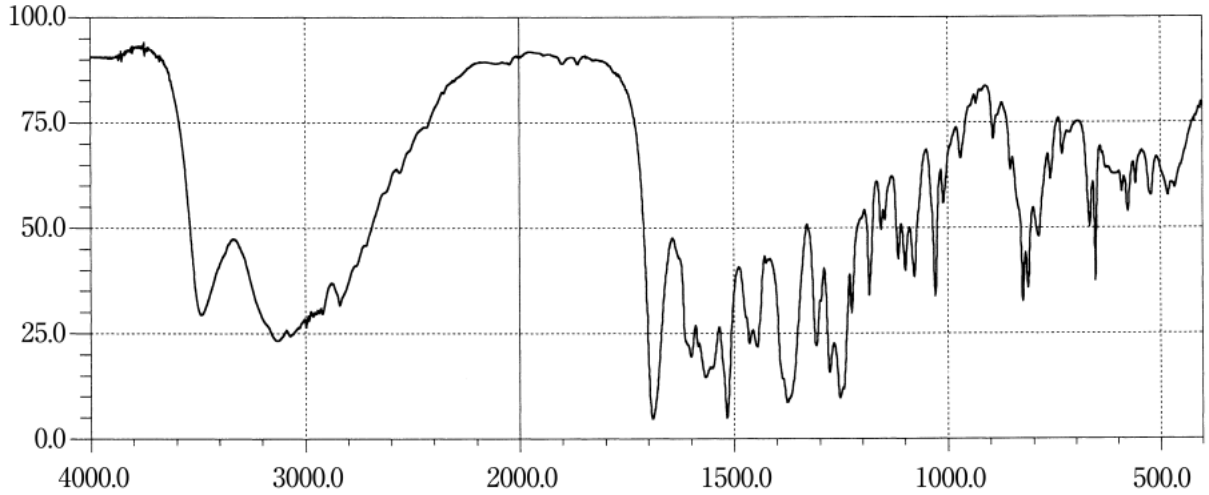
ポリスチレンスルホン酸ナトリウム



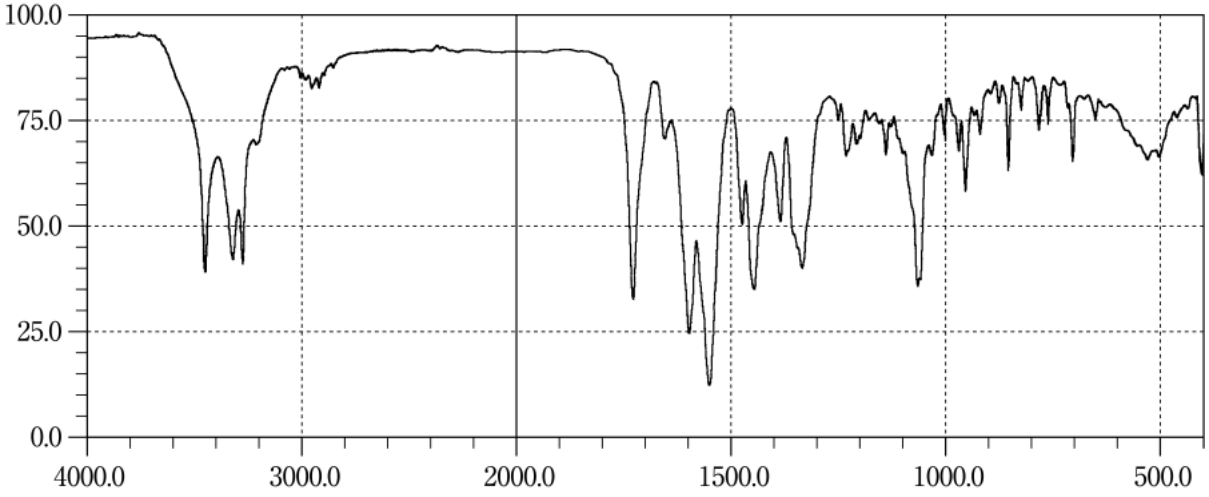
ホリナートカルシウム



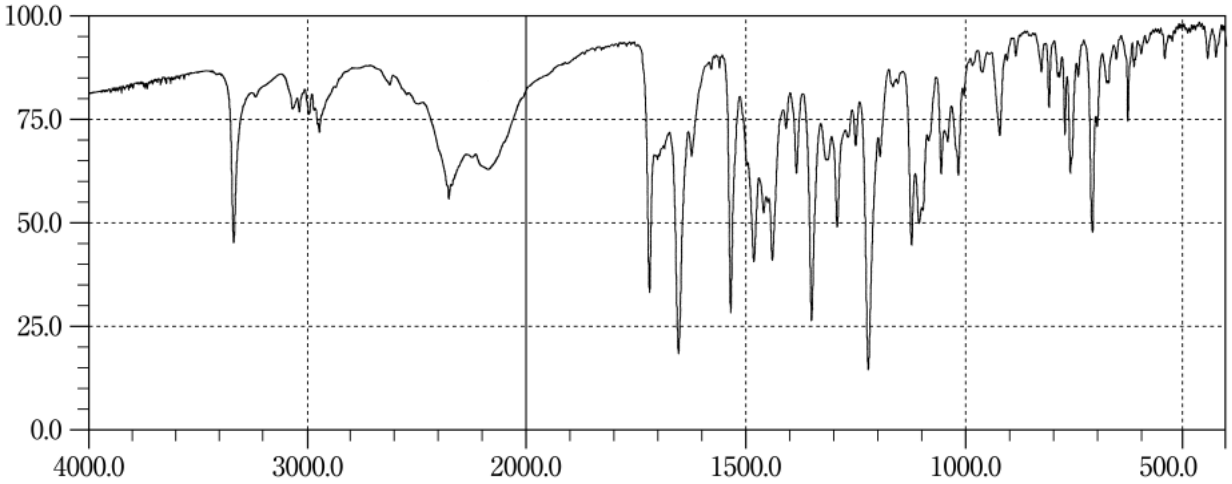
ホルモテロールフマル酸塩水和物



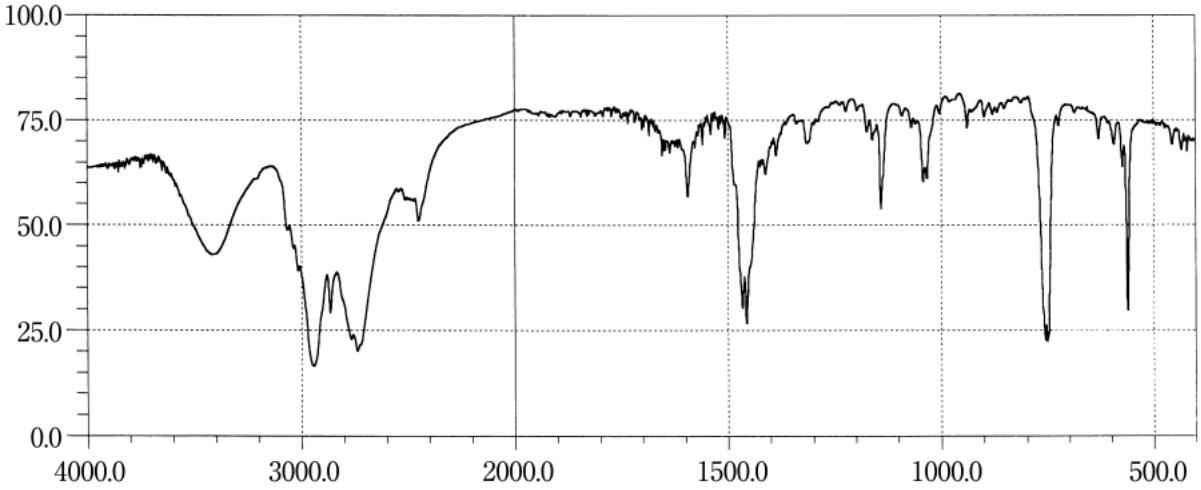
マイトマイシンC



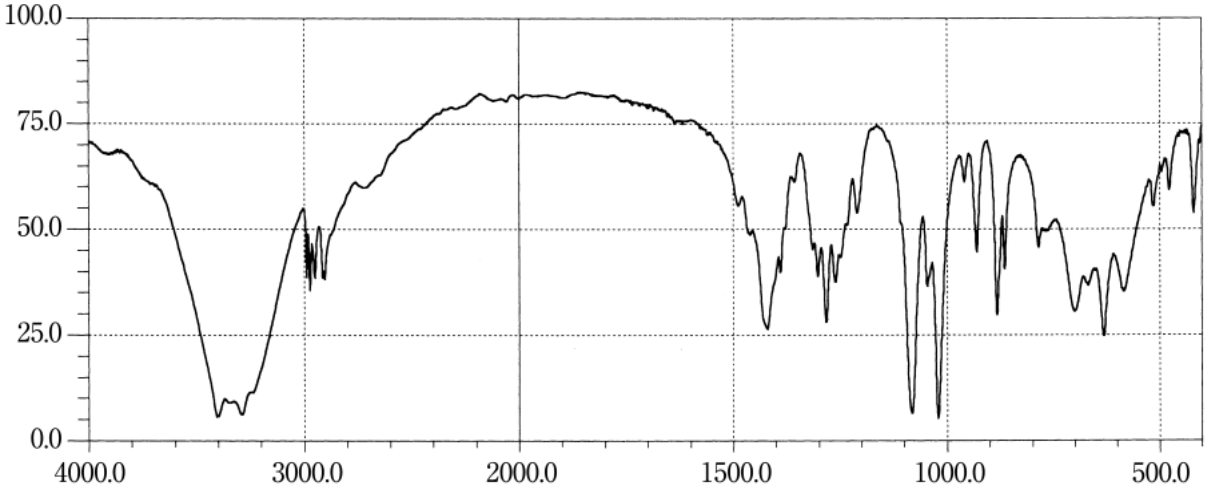
マニジピン塩酸塩



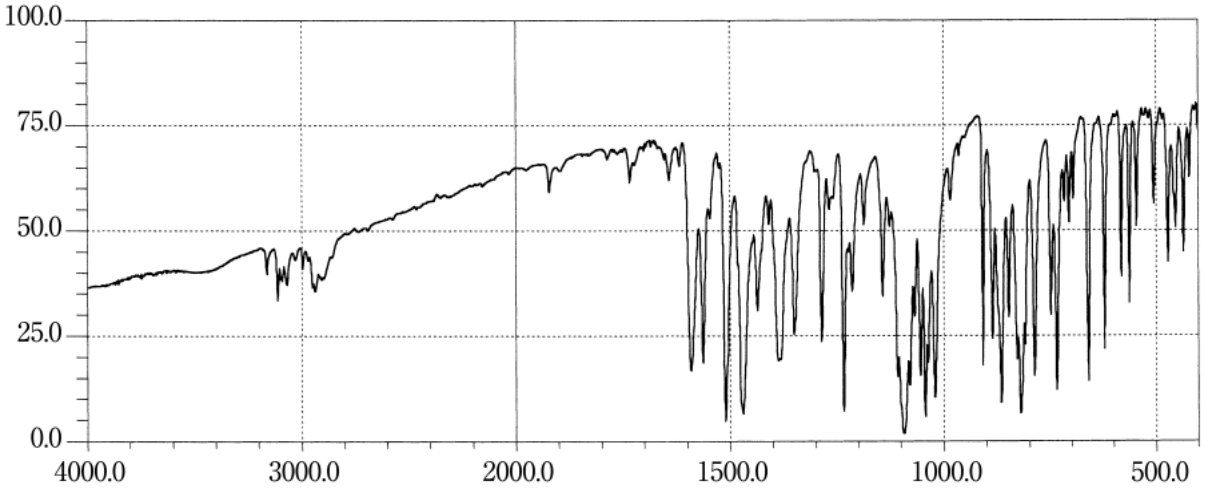
マプロチリン塩酸塩



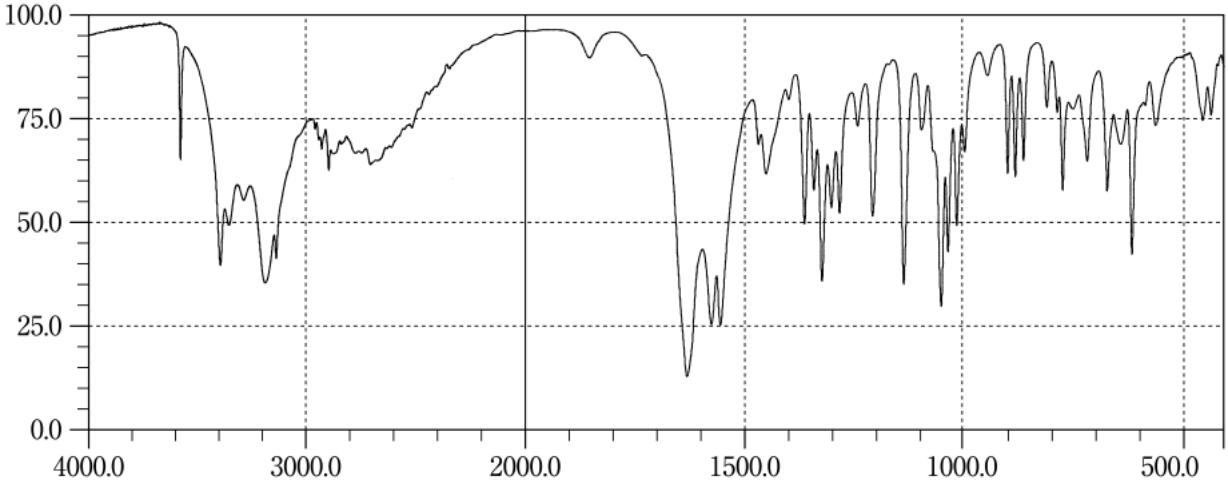
D－マンニトール



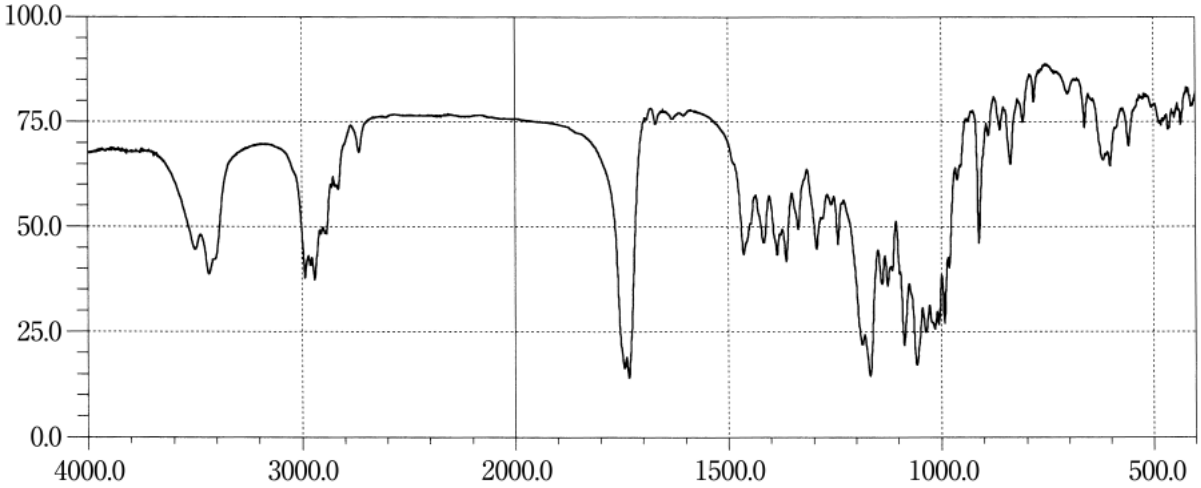
ミコナゾール



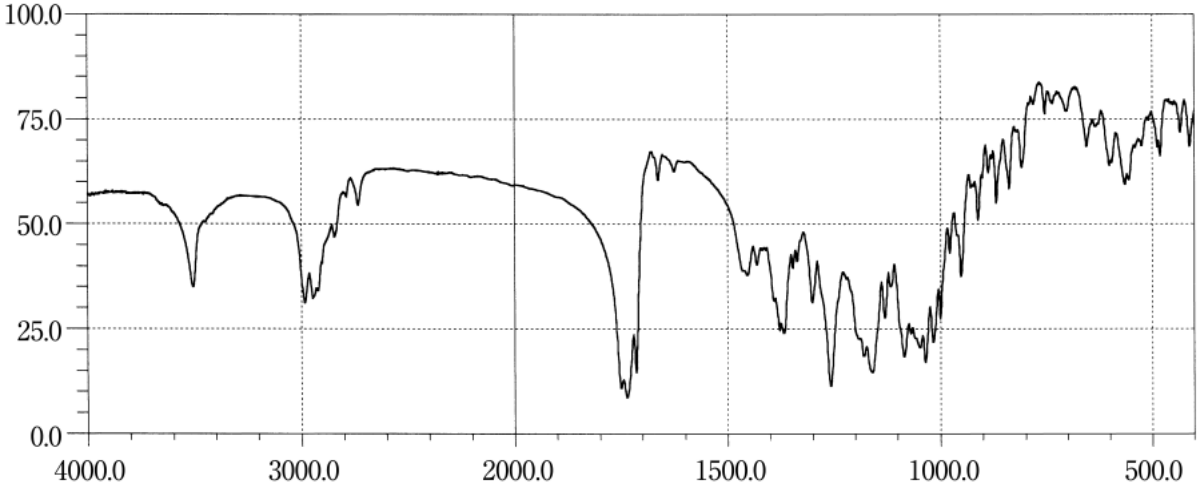
ミゾリビン



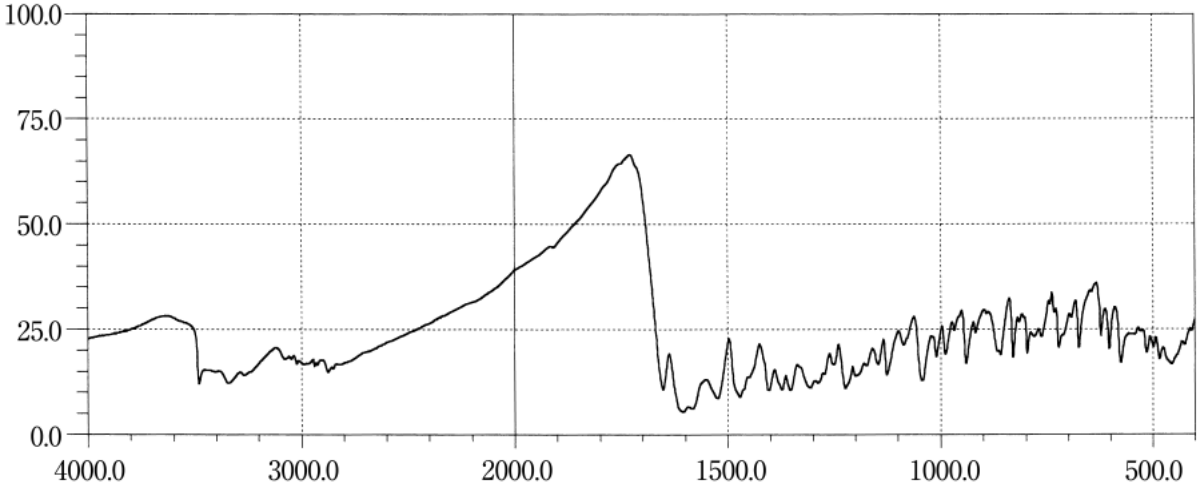
ミデカマイシン



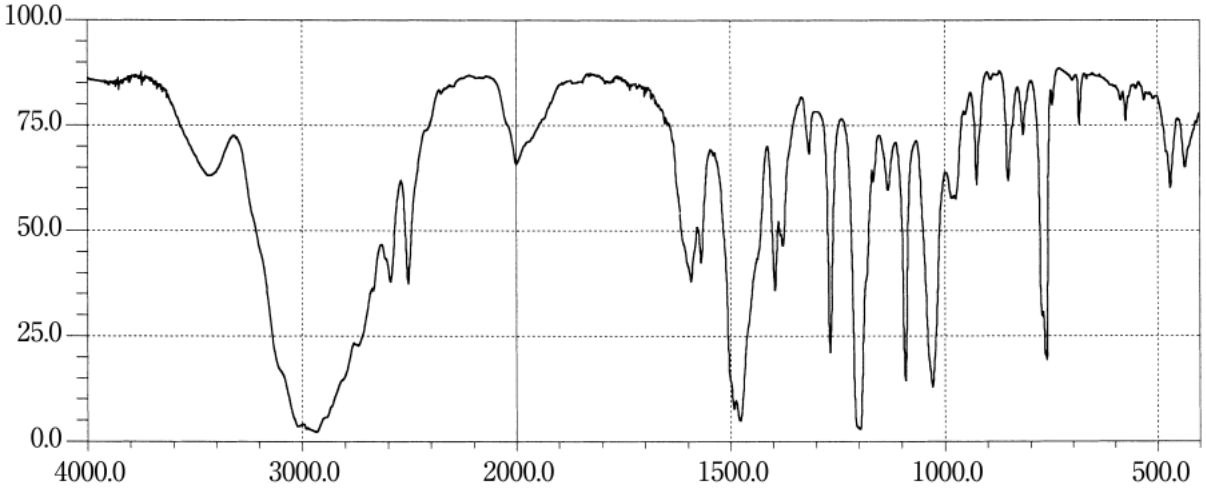
ミデカマイシン酢酸エステル



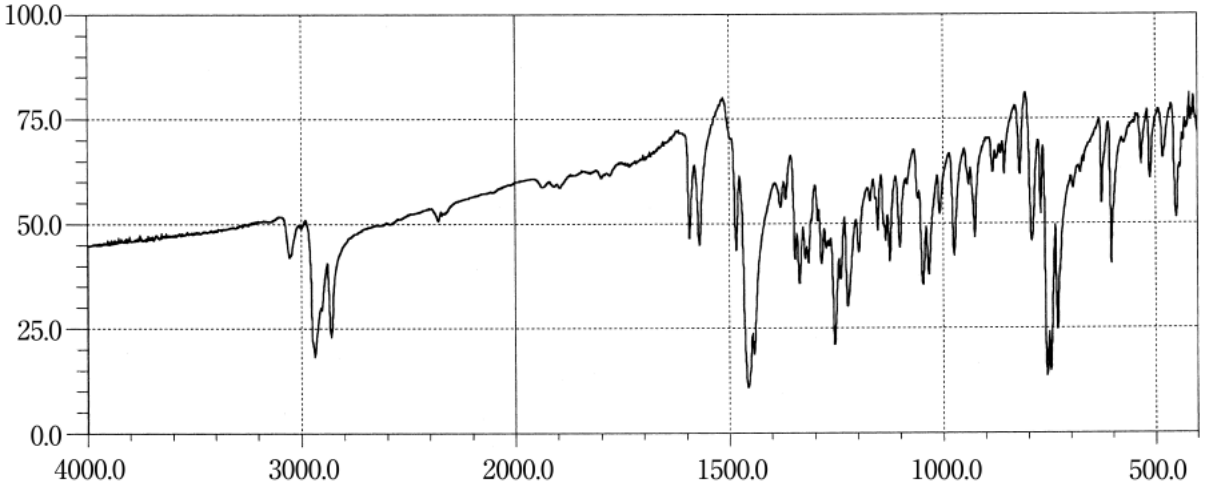
ミノサイクリン塩酸塩



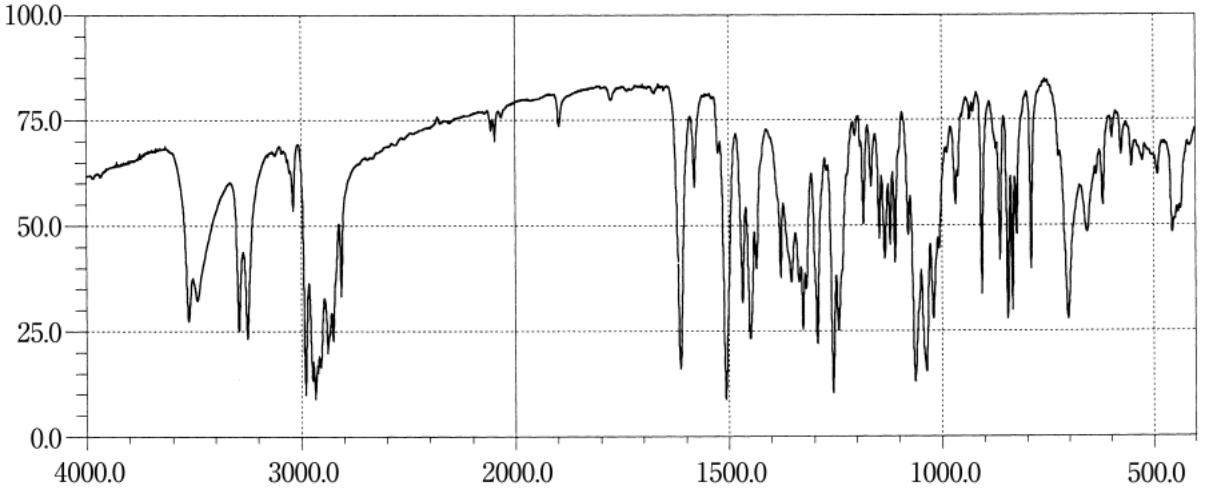
メキシレチン塩酸塩



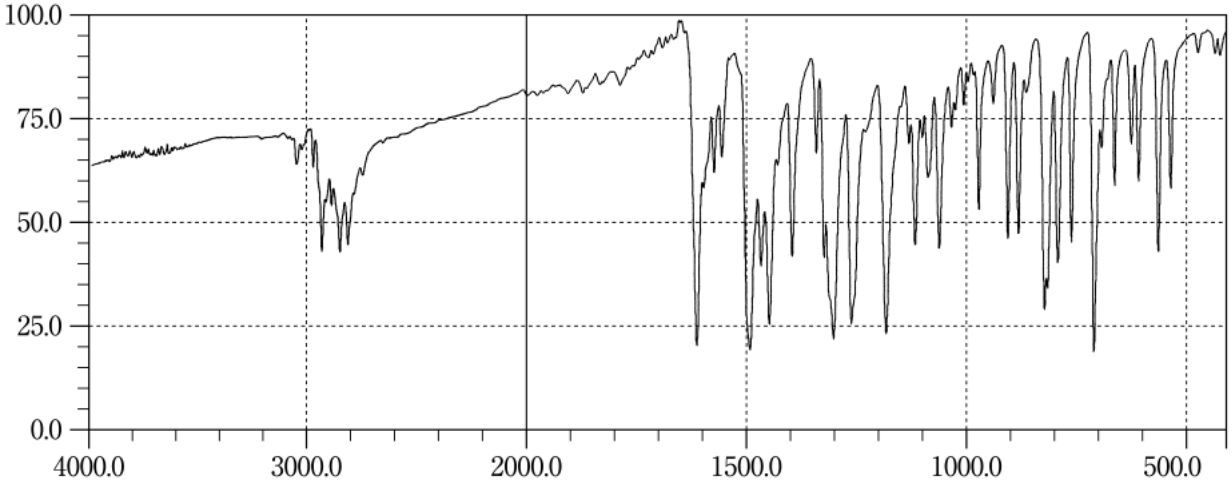
メキタジン



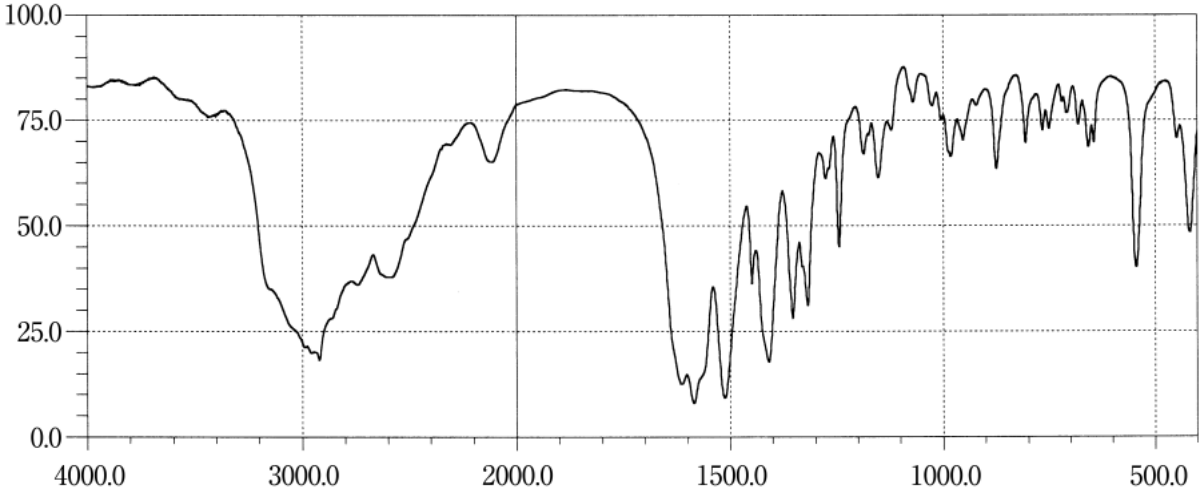
メストラノール



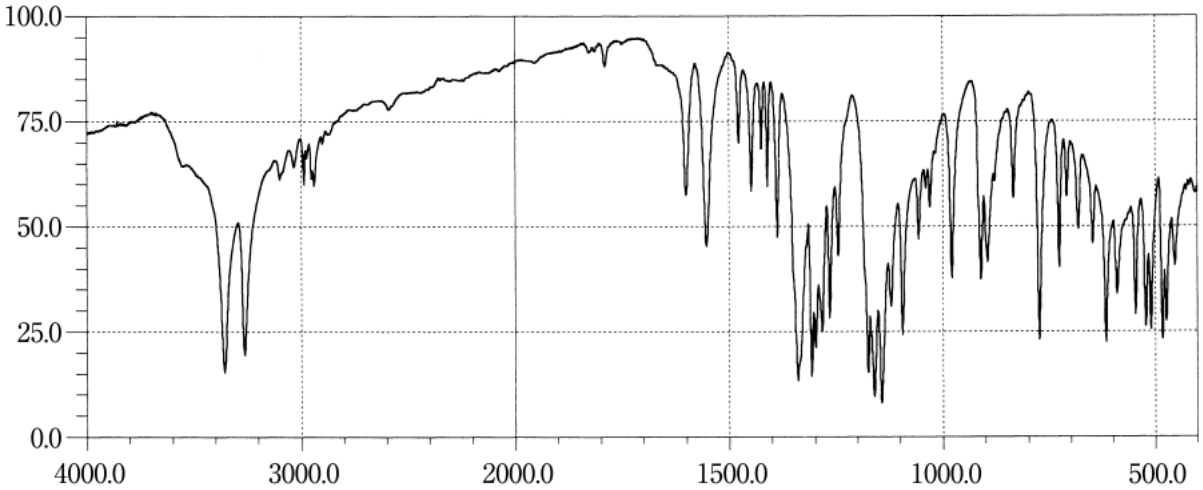
メダゼパム



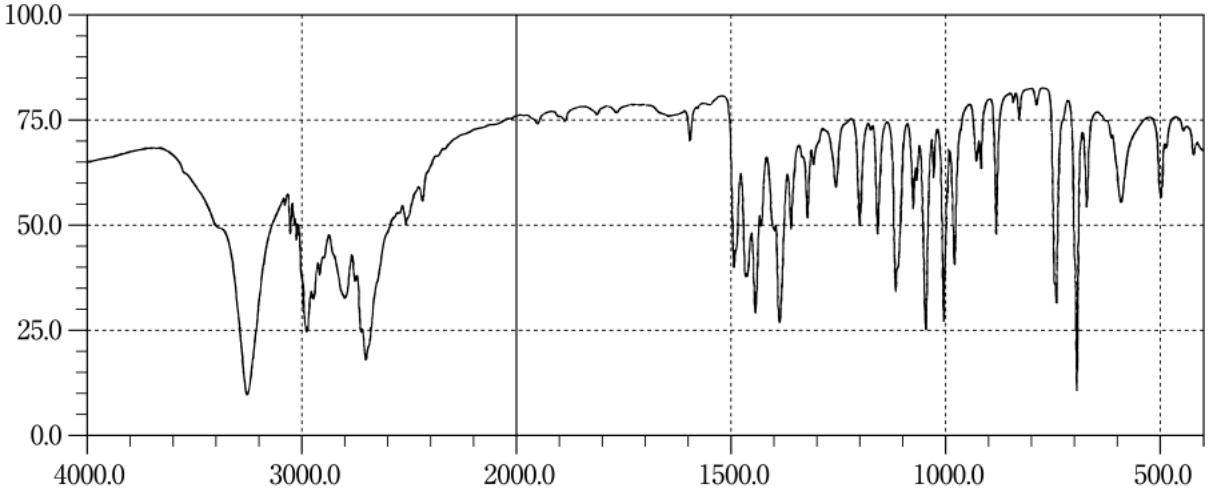
L－メチオニン



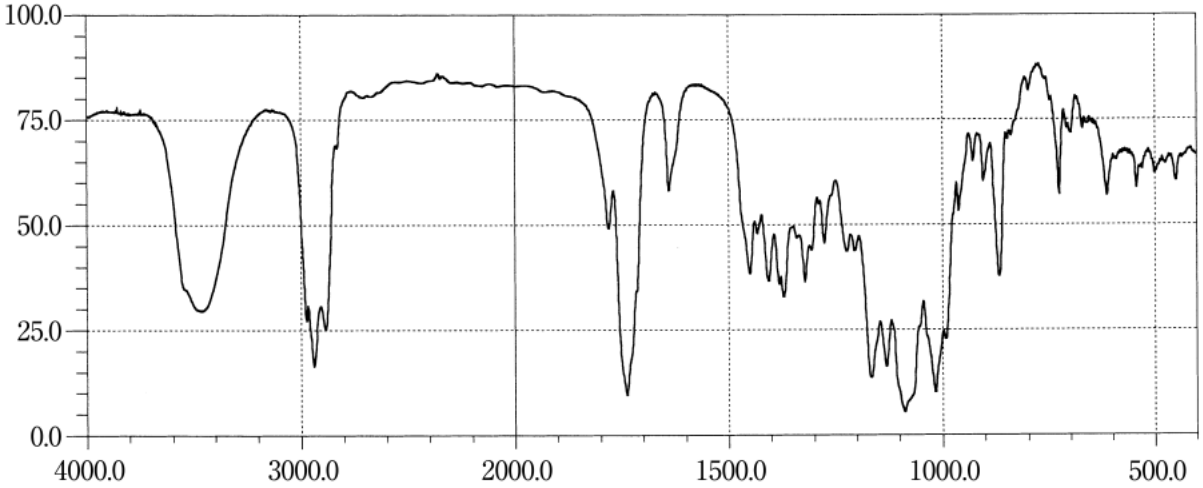
メチクラン



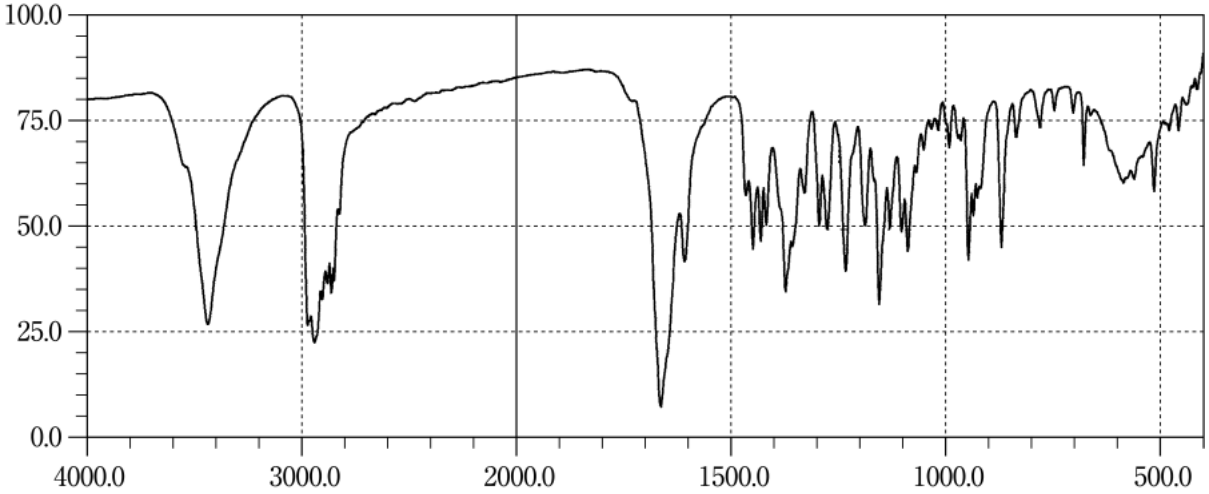
dl－メチルエフェドリン塩酸塩



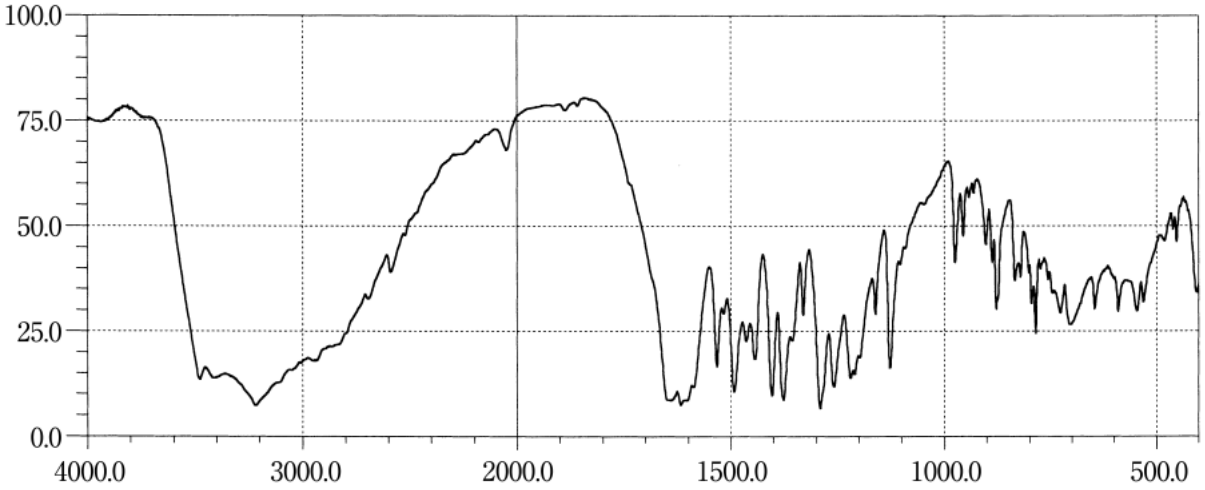
メチルジゴキシン



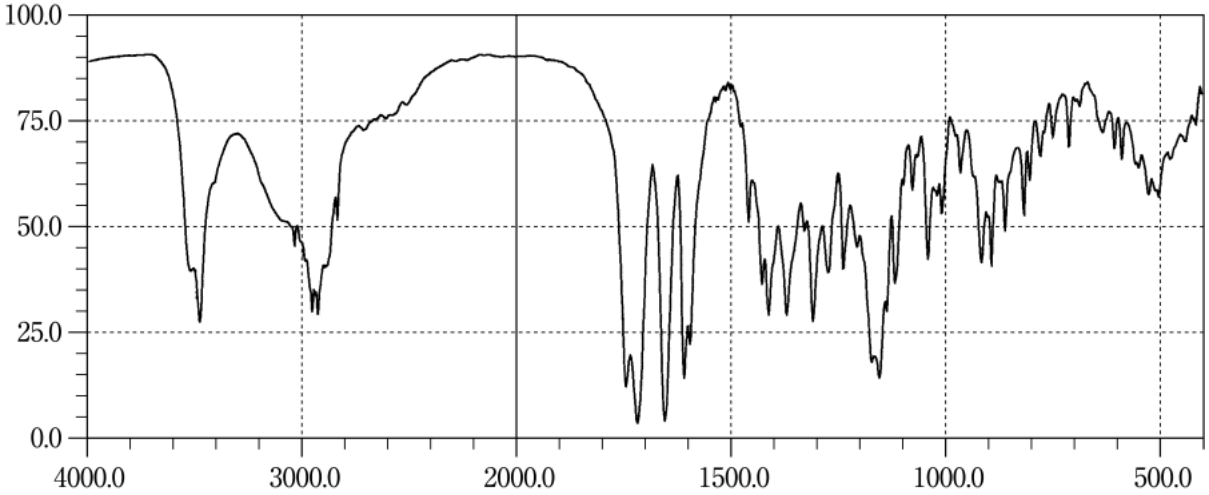
メチルテストステロン



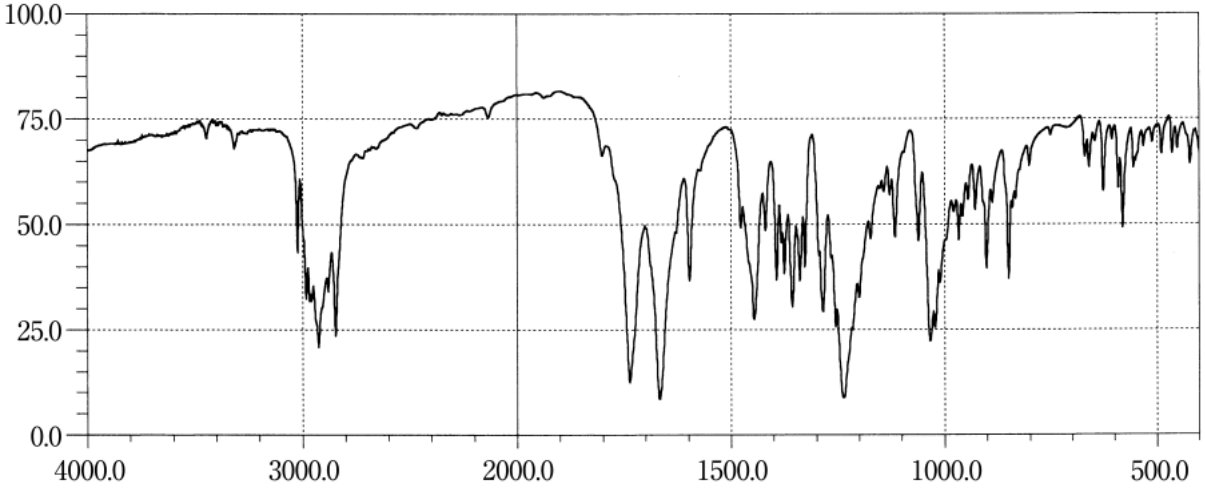
メチルドパ水和物



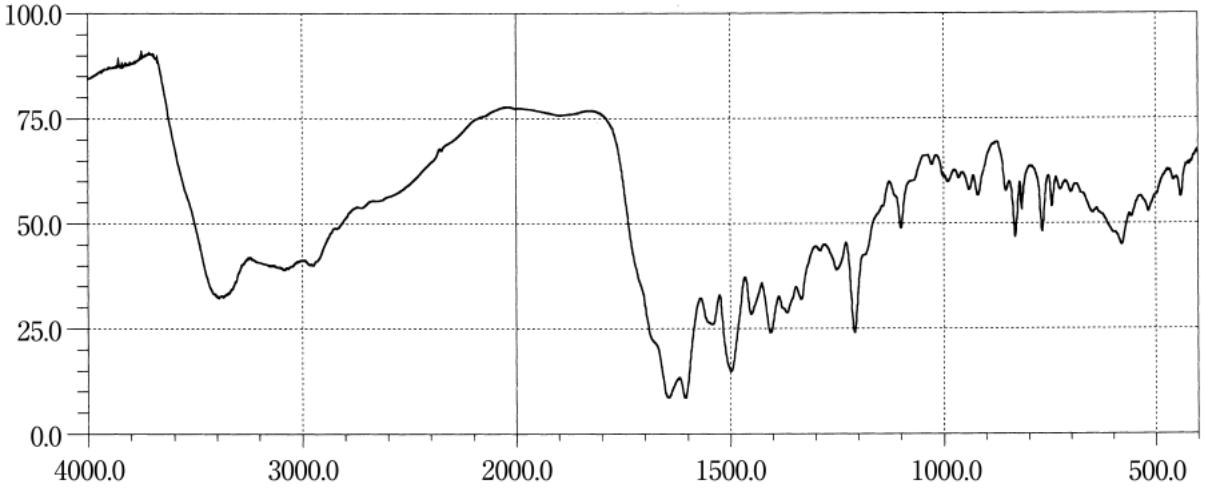
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル



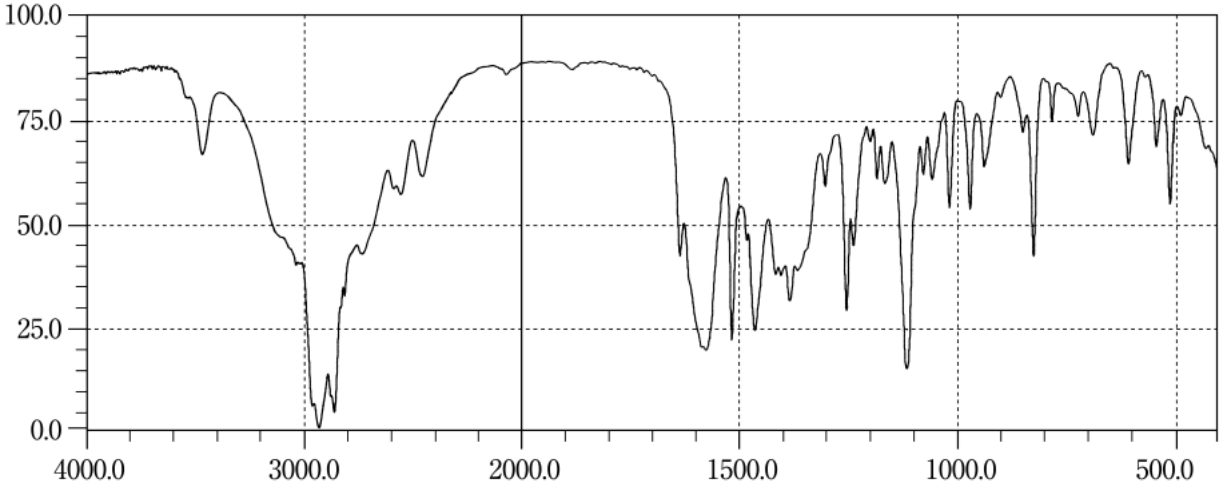
メテノロン酢酸エステル



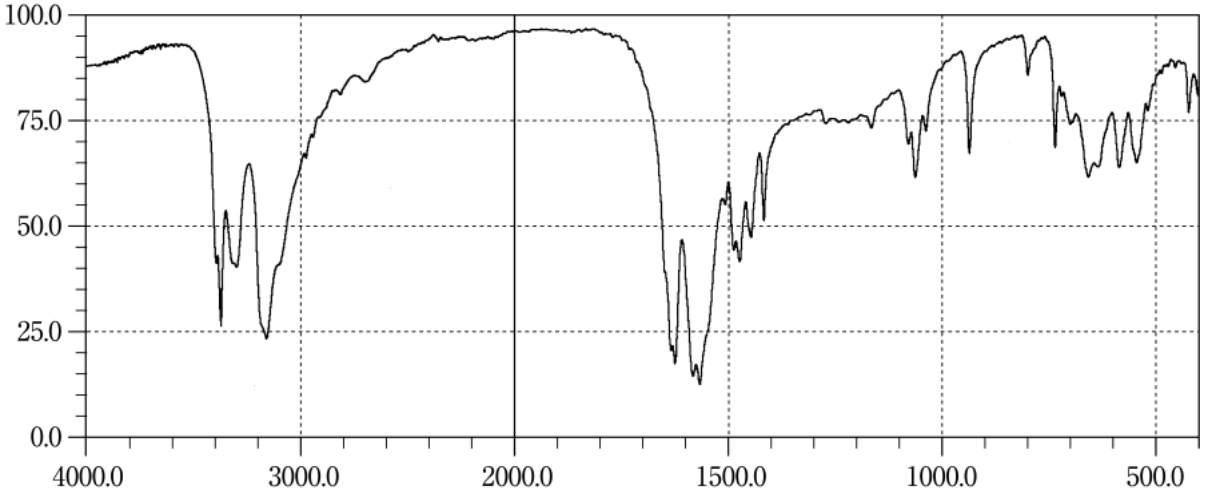
メトトレキサート



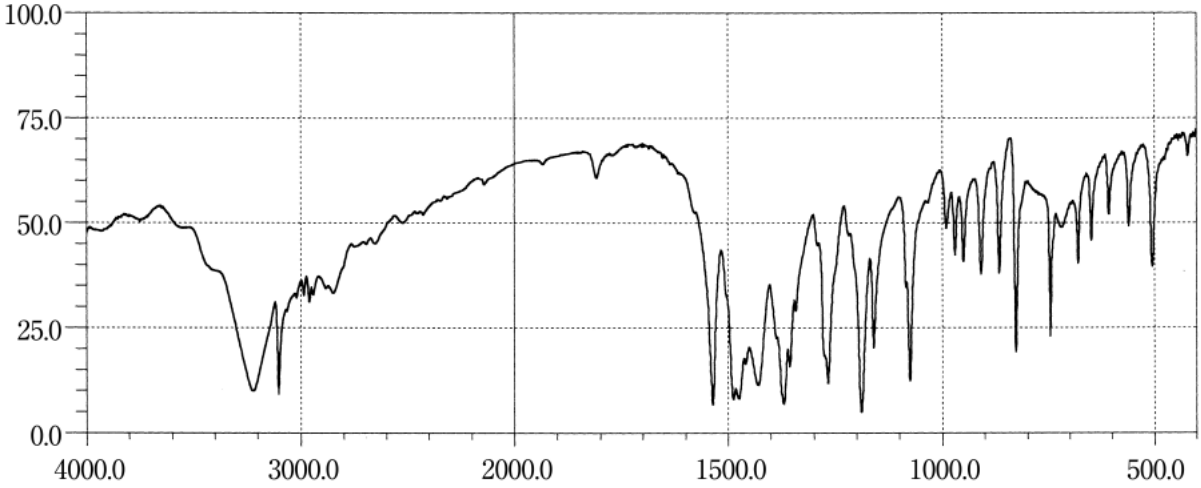
メトプロロール酒石酸塩



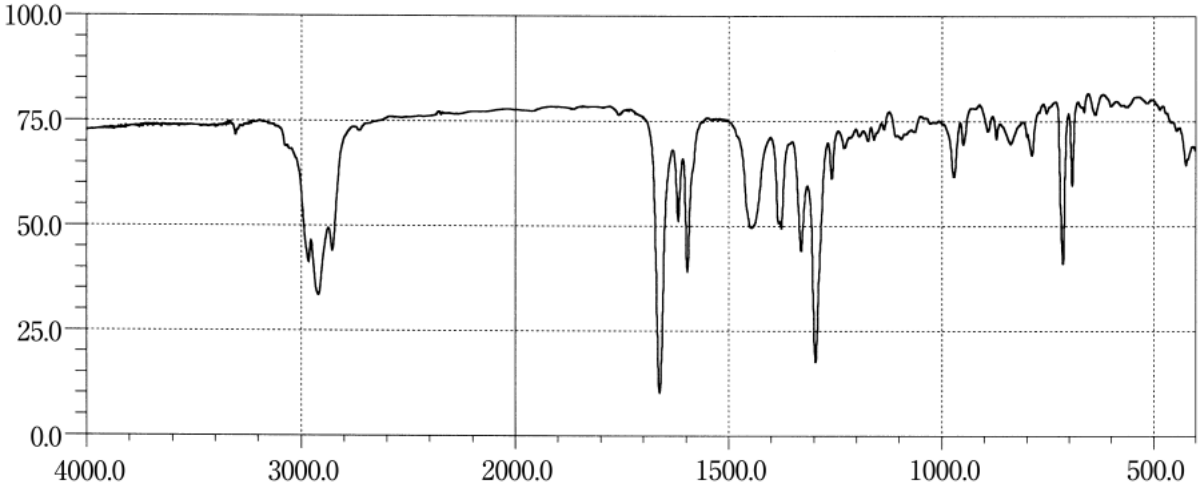
メトホルミン塩酸塩



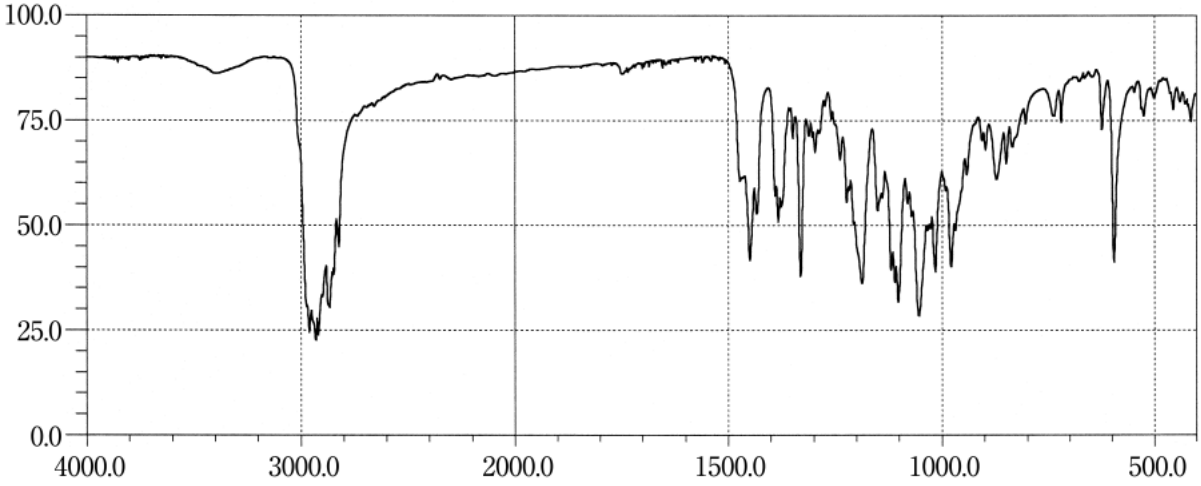
メトロニダゾール



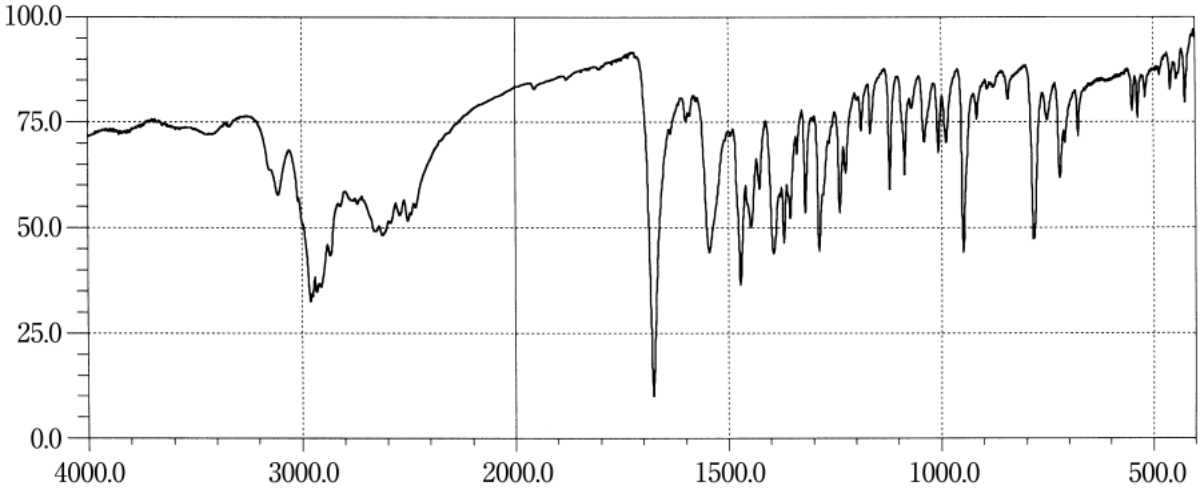
メナテトレノン



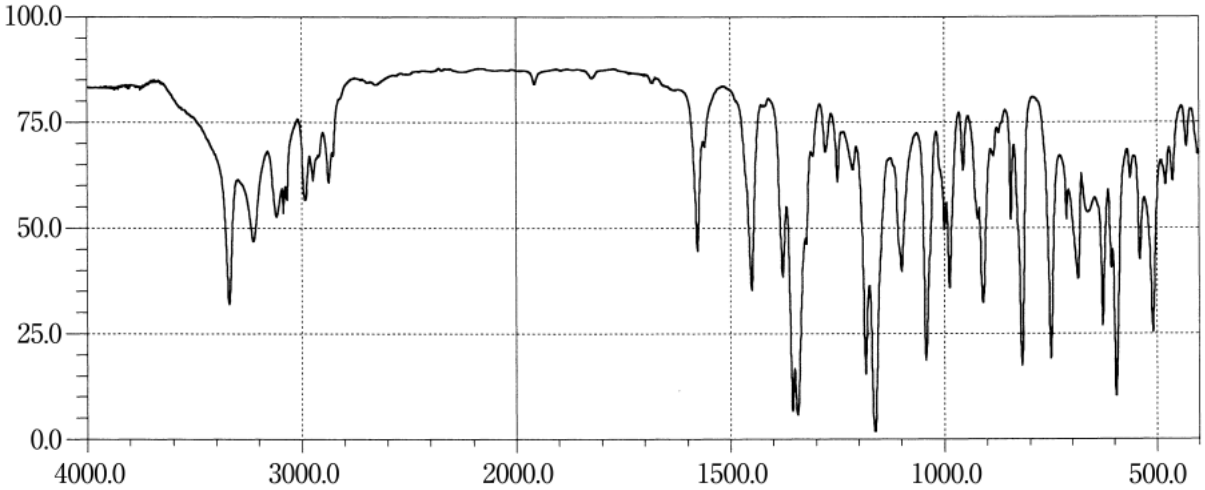
メピチオスタン



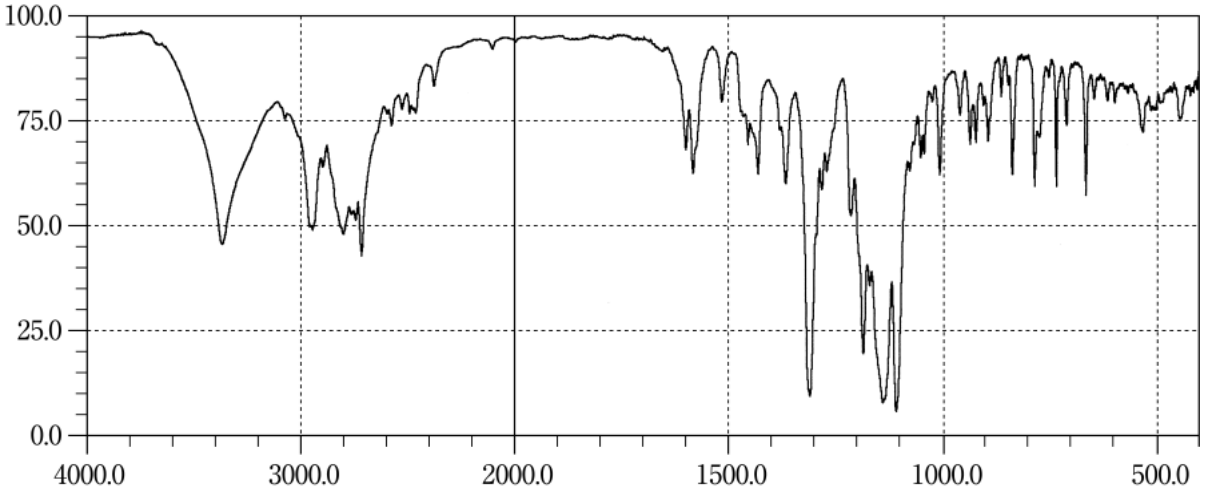
メピバカイン塩酸塩



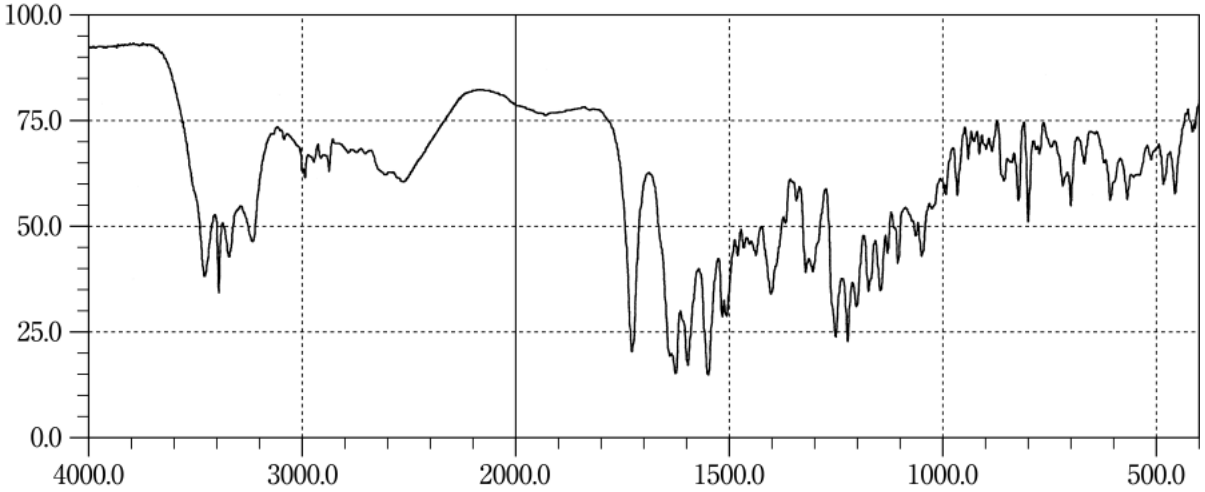
メフルシド



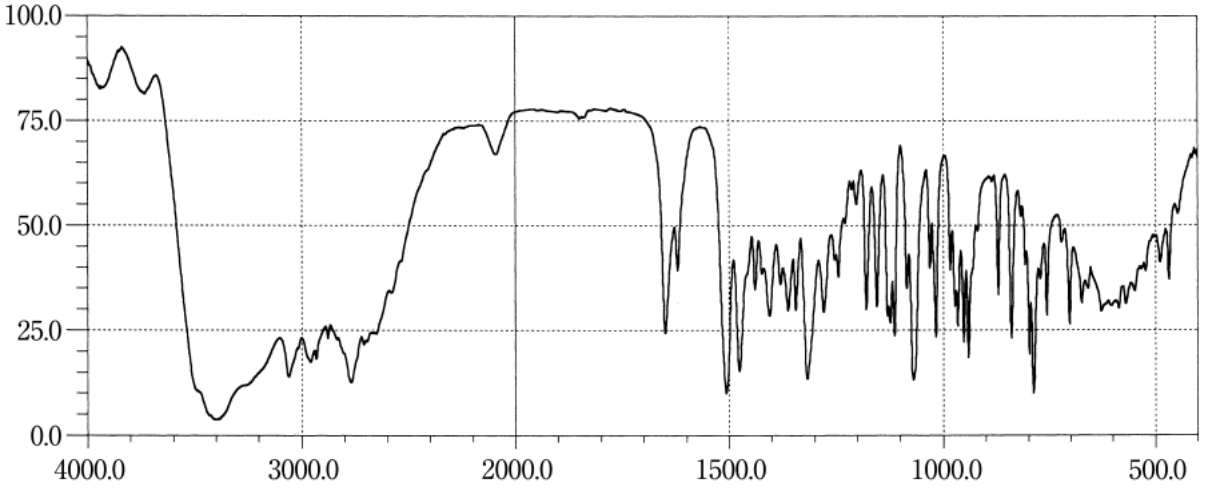
メフロキン塩酸塩



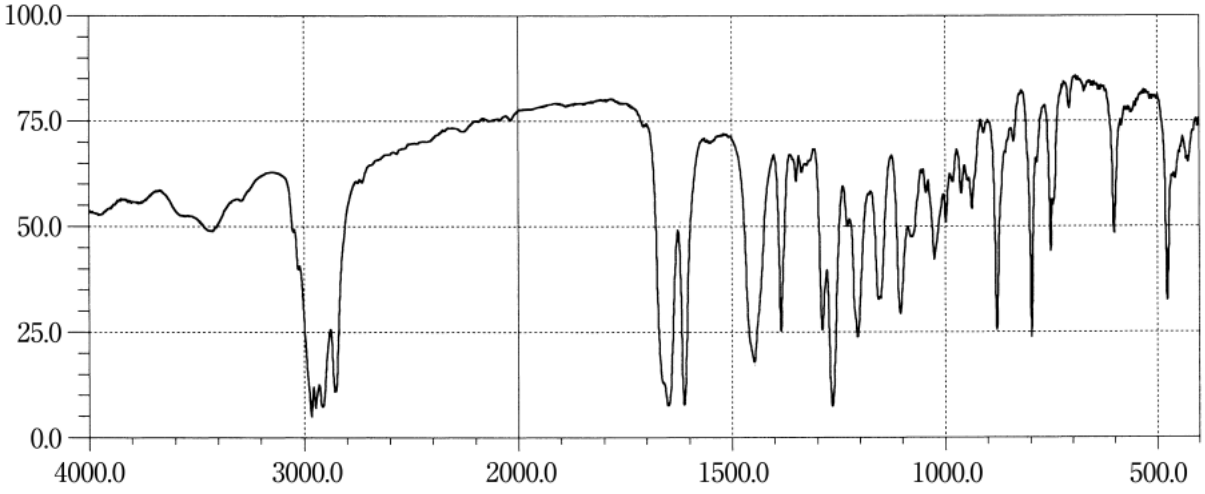
モサプリドクエン酸塩水和物



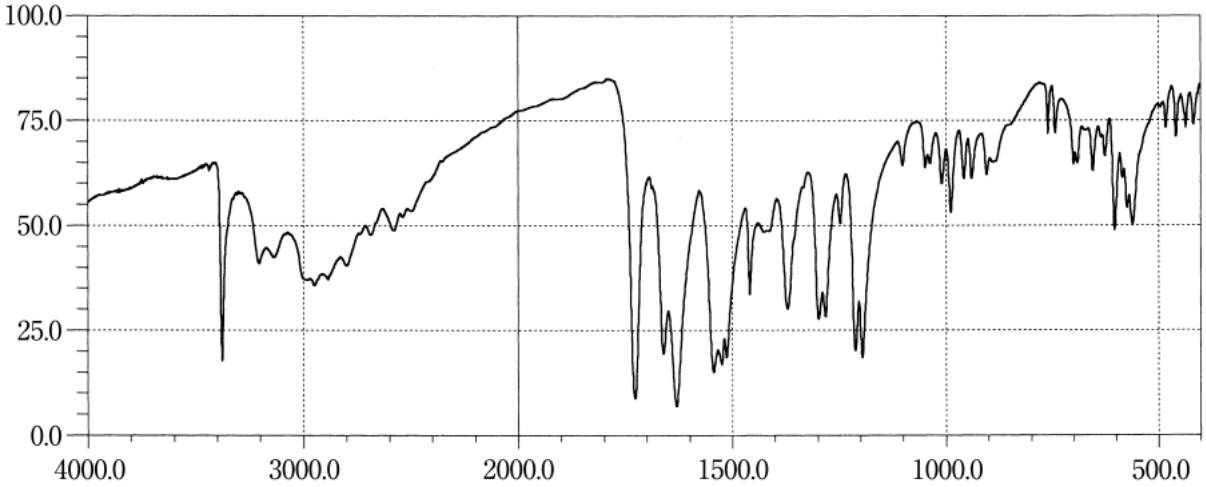
モルヒネ塩酸塩水和物



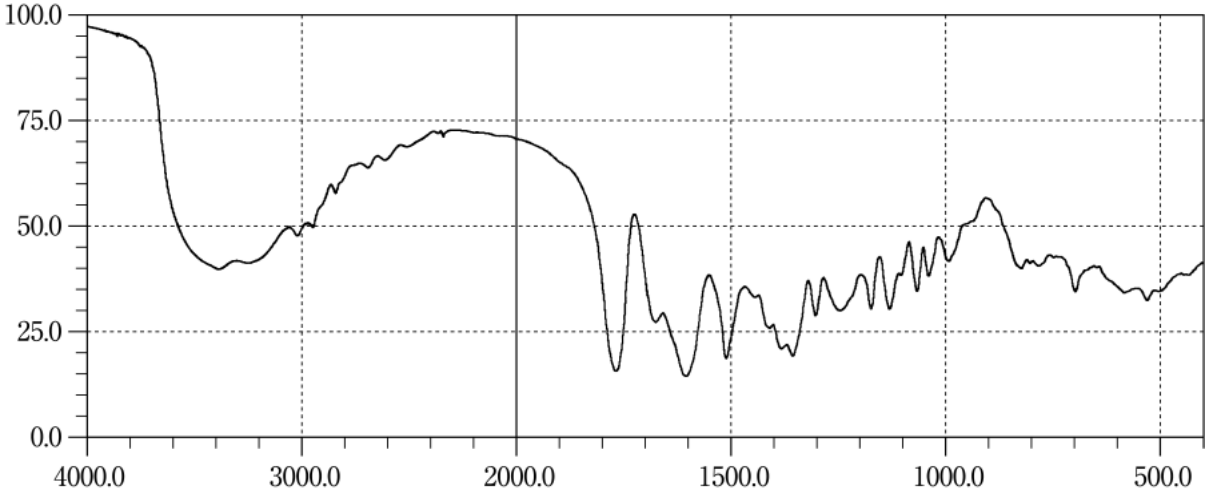
ユビデカレノン



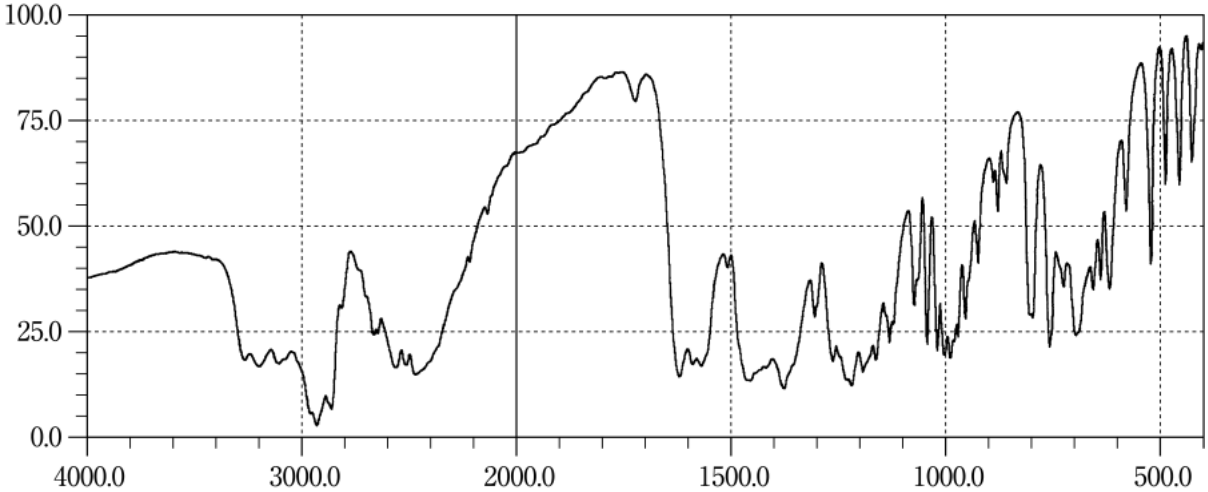
ヨーダミド



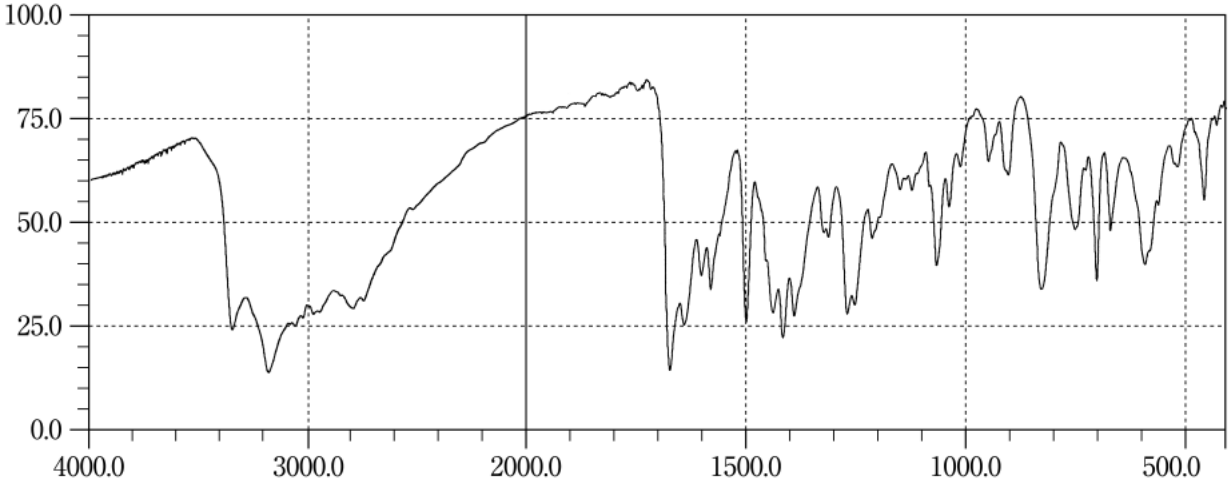
ラタモキセフナトリウム



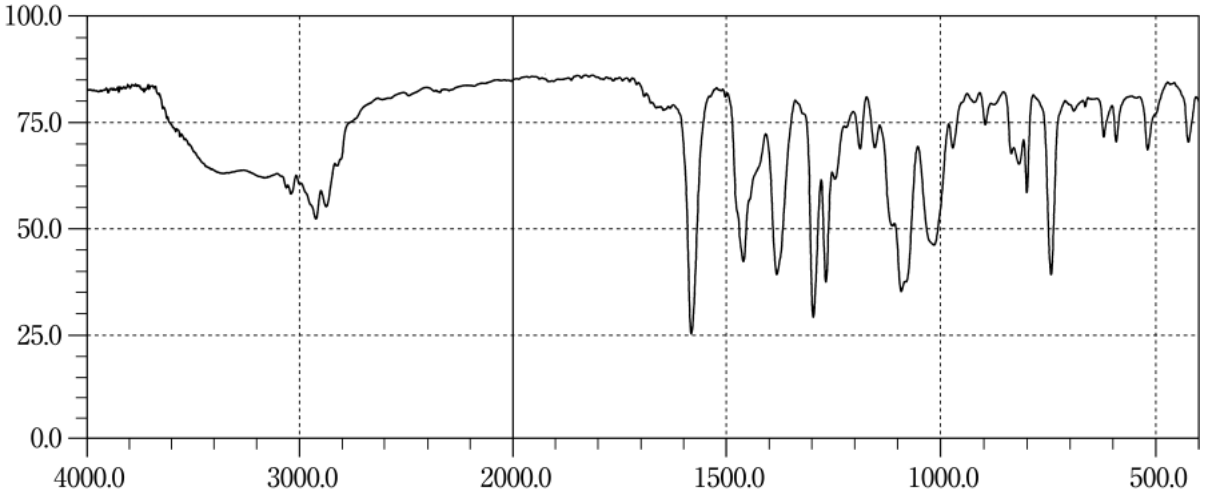
ラニチジン塩酸塩



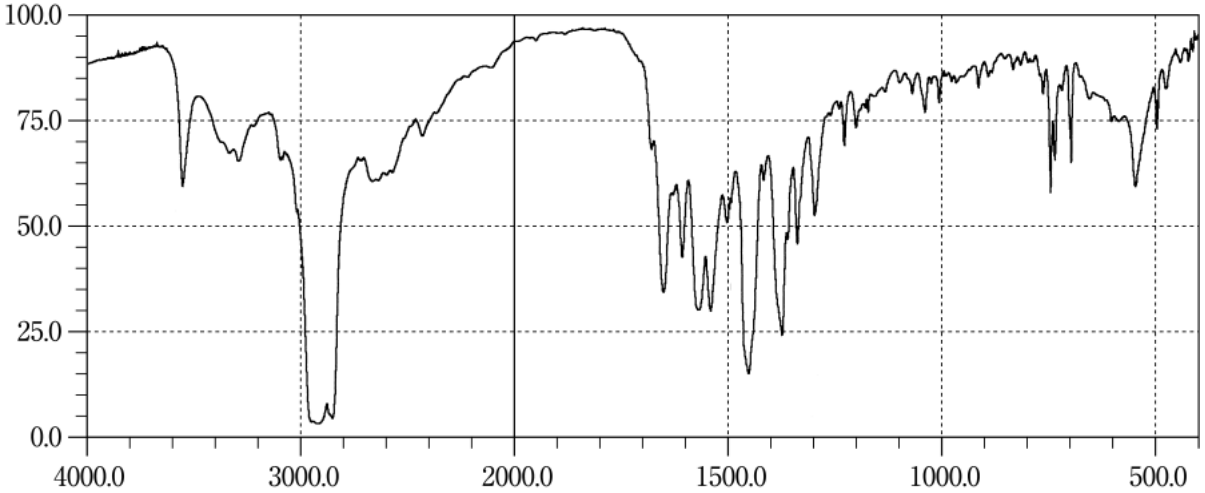
ラベタロール塩酸塩



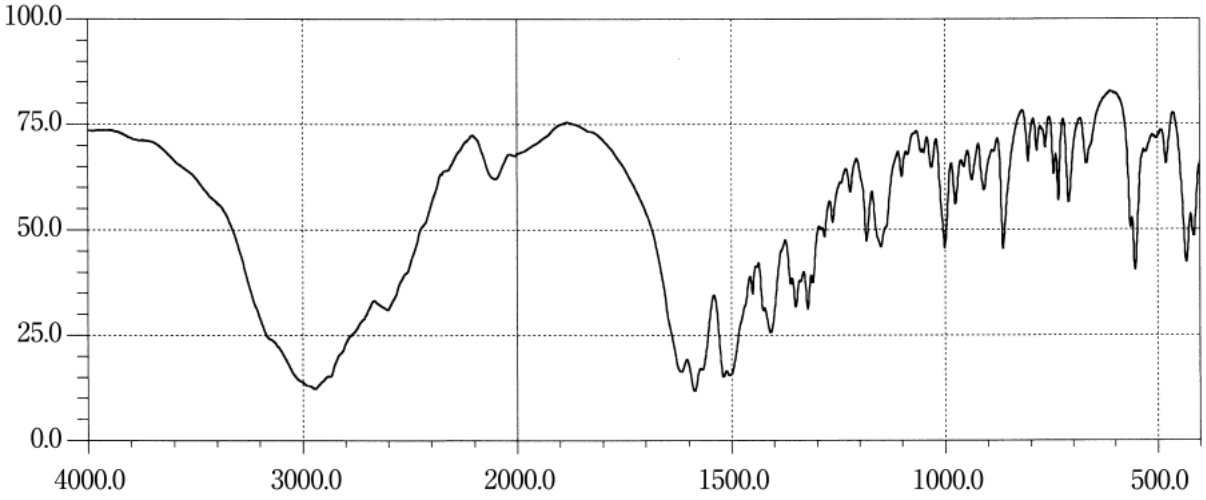
ラベプラゾールナトリウム



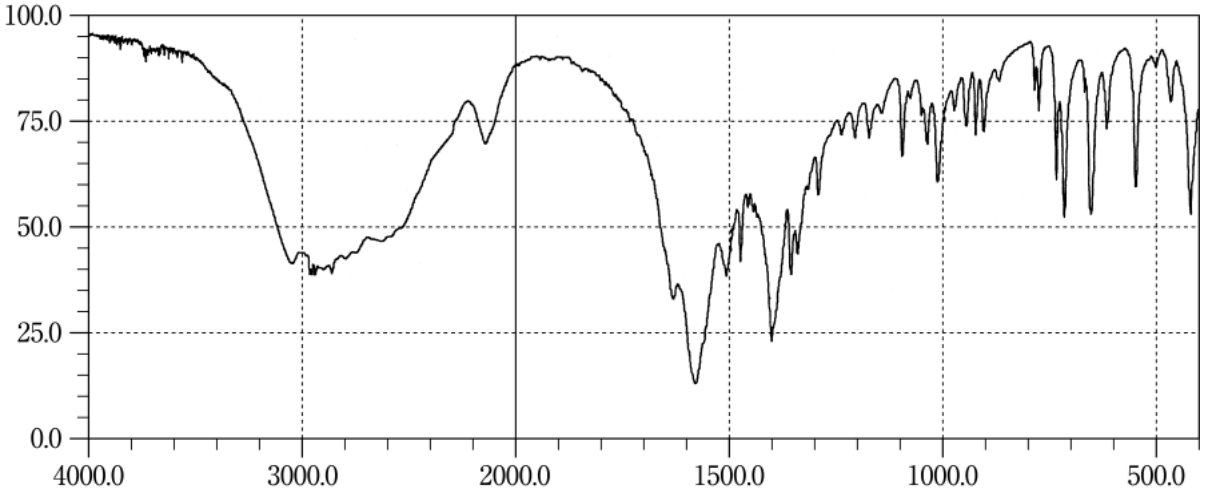
リシノプリル水和物



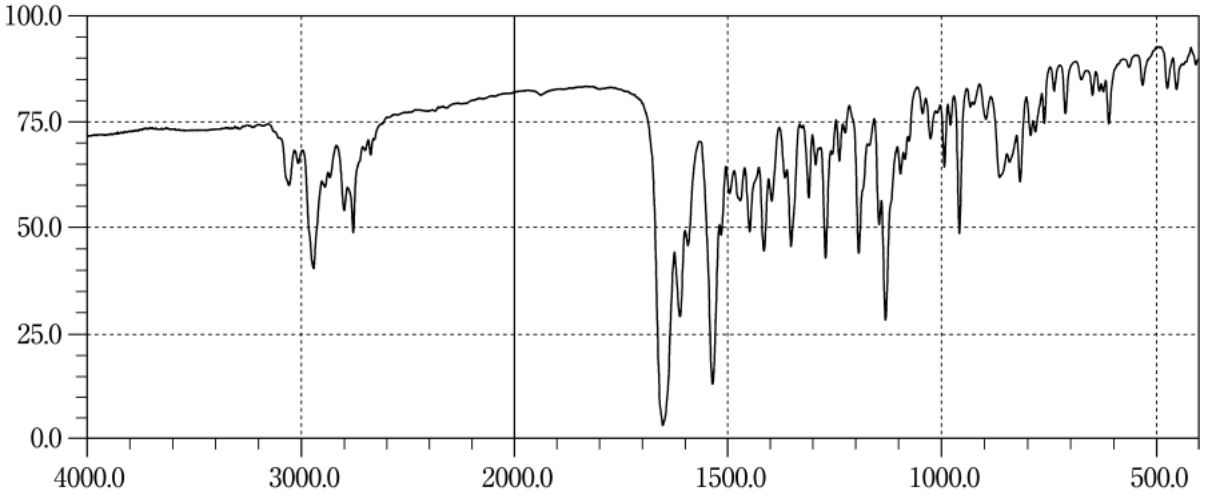
L－リシン塩酸塩



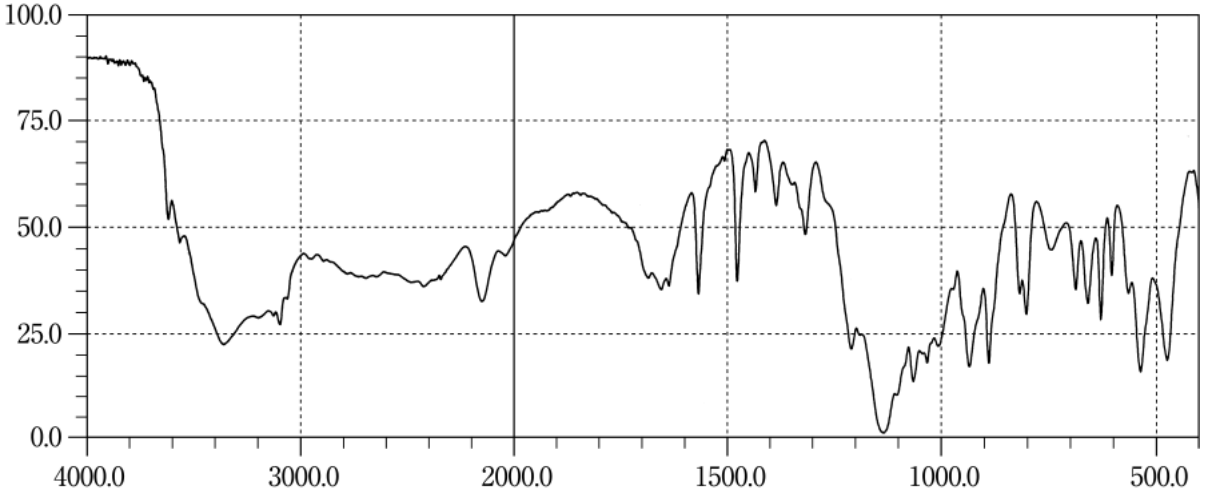
L－リシン酢酸塩



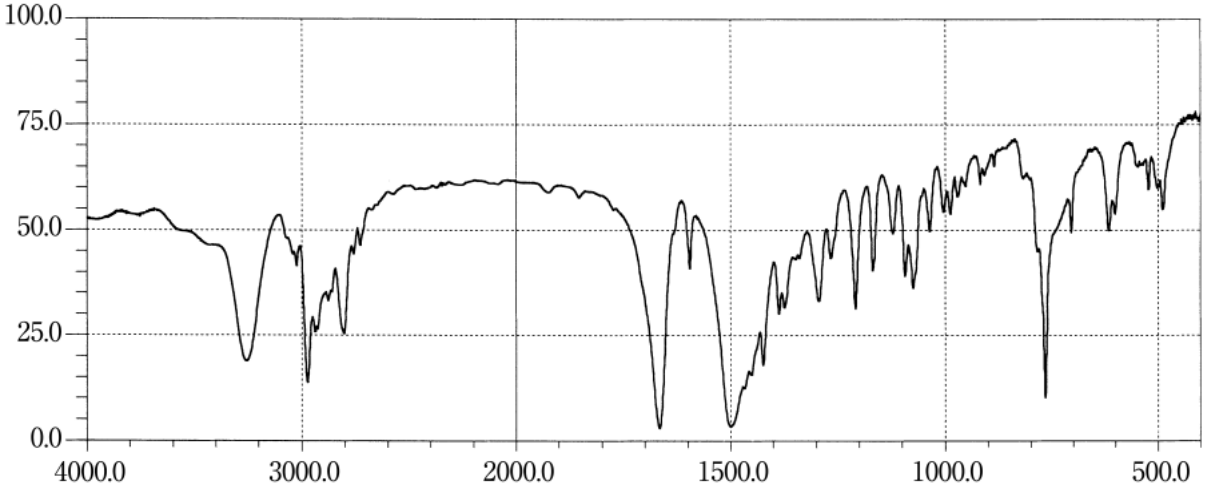
リスペリドン



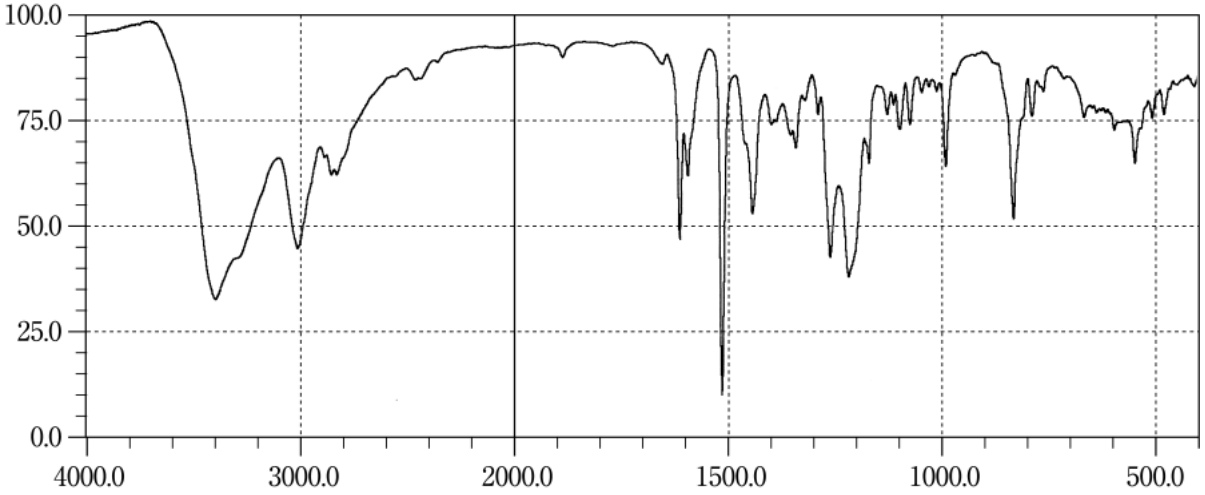
リセドロン酸ナトリウム水和物



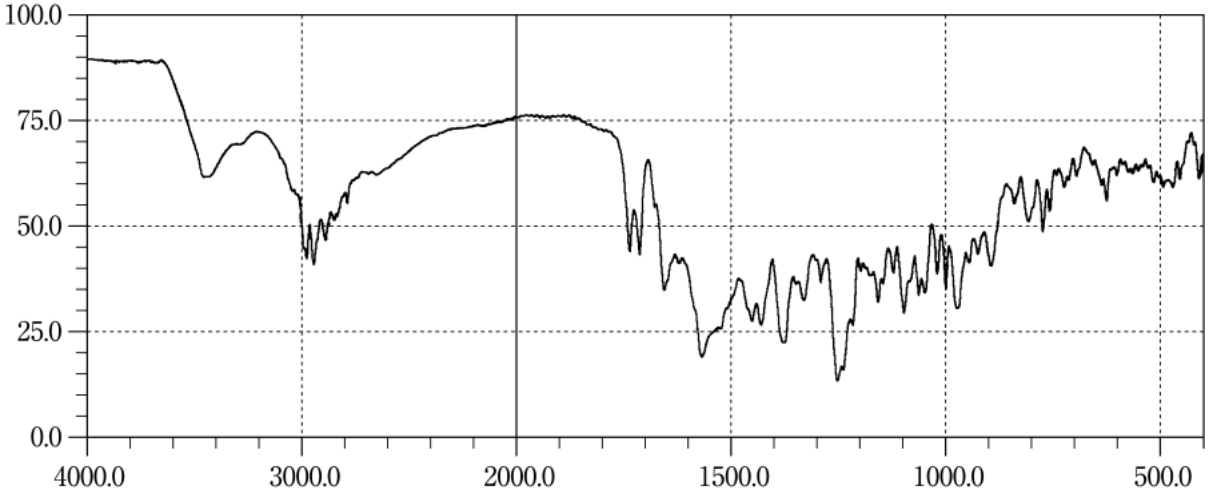
リドカイン



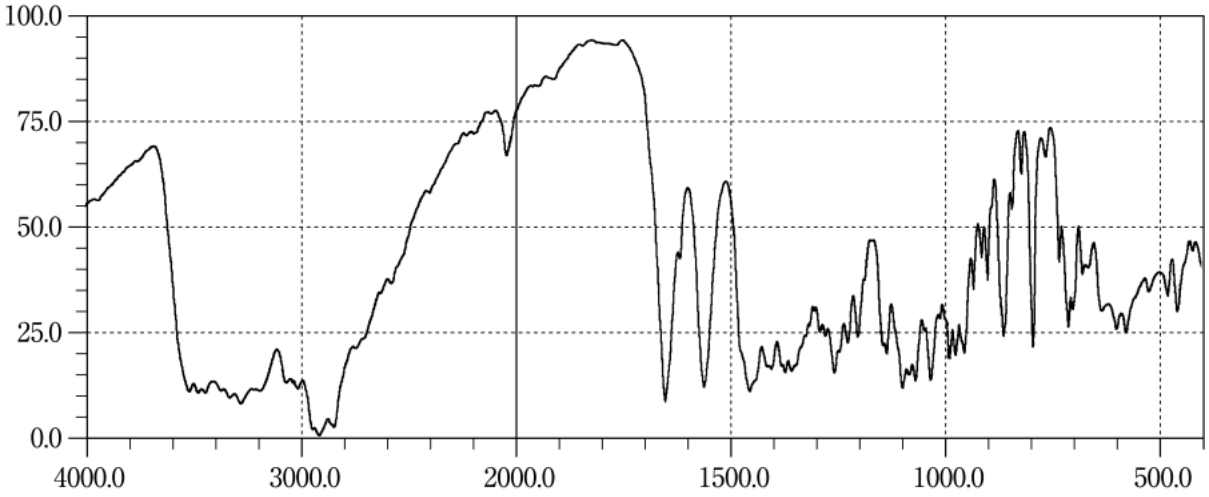
リトドリン塩酸塩



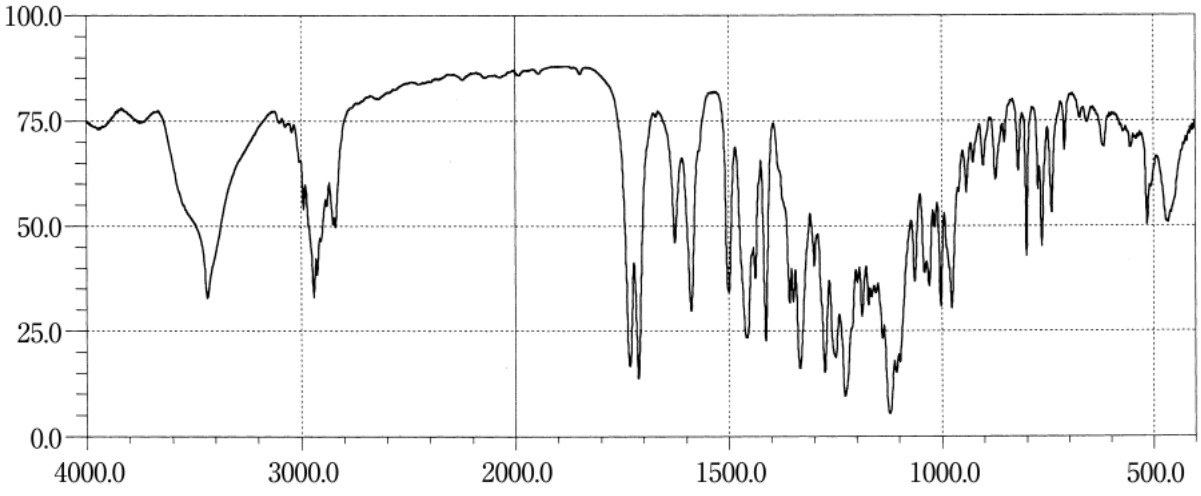
リファンピシン



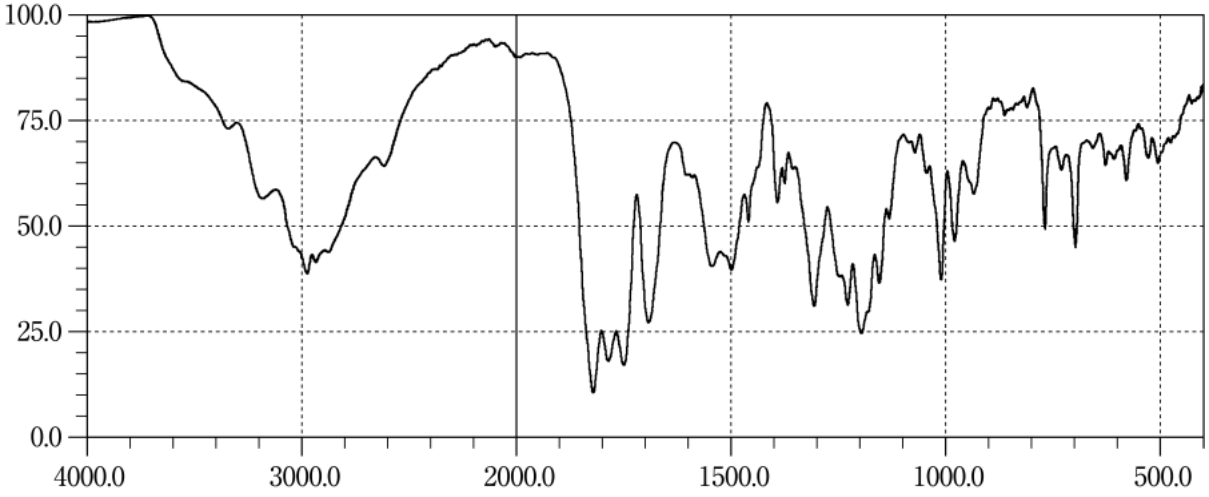
リンコマイシン塩酸塩水和物



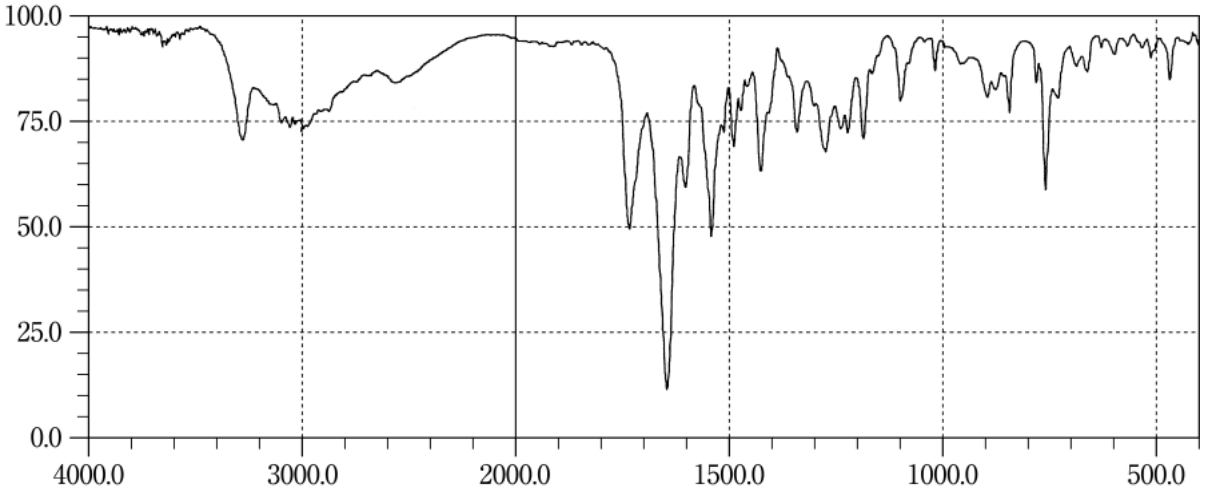
レセルピン



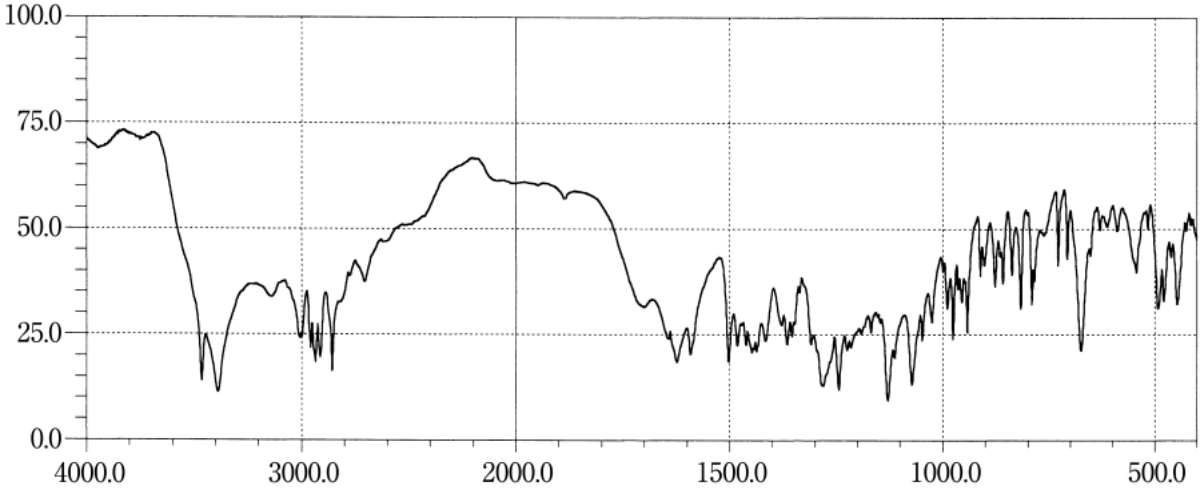
レナンピシリン塩酸塩



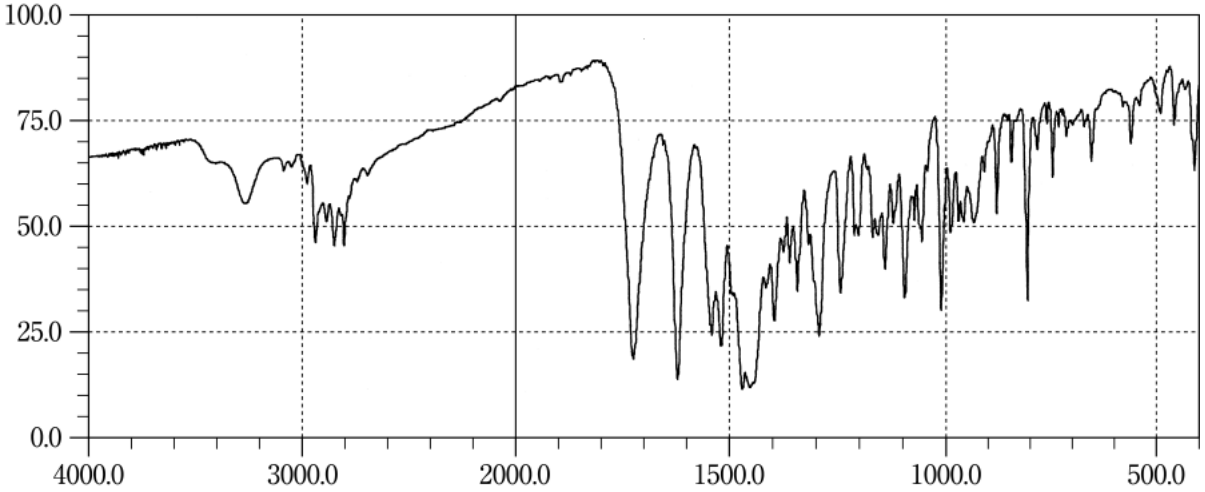
レバミピド



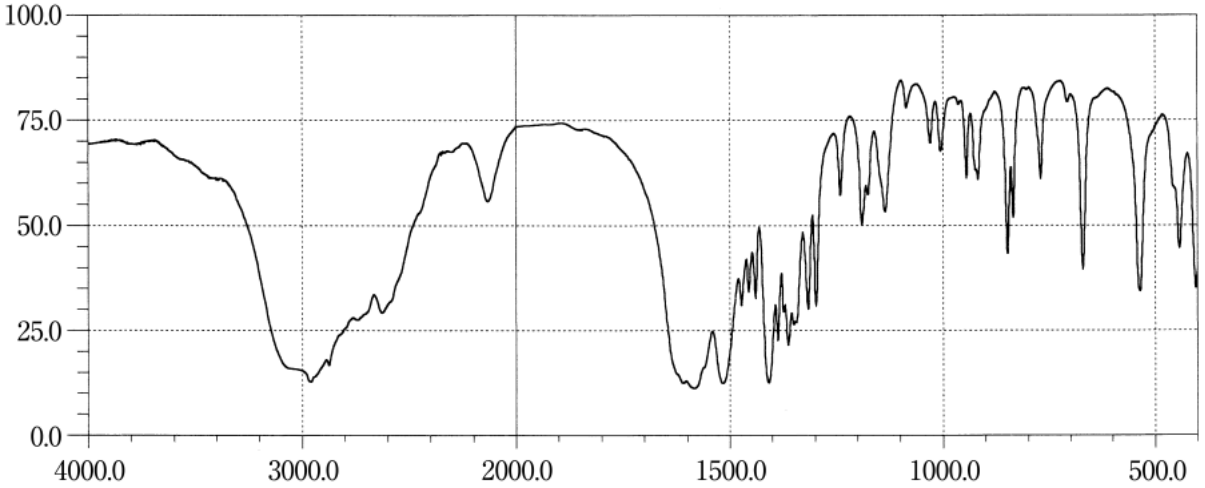
レバロルファン酒石酸塩



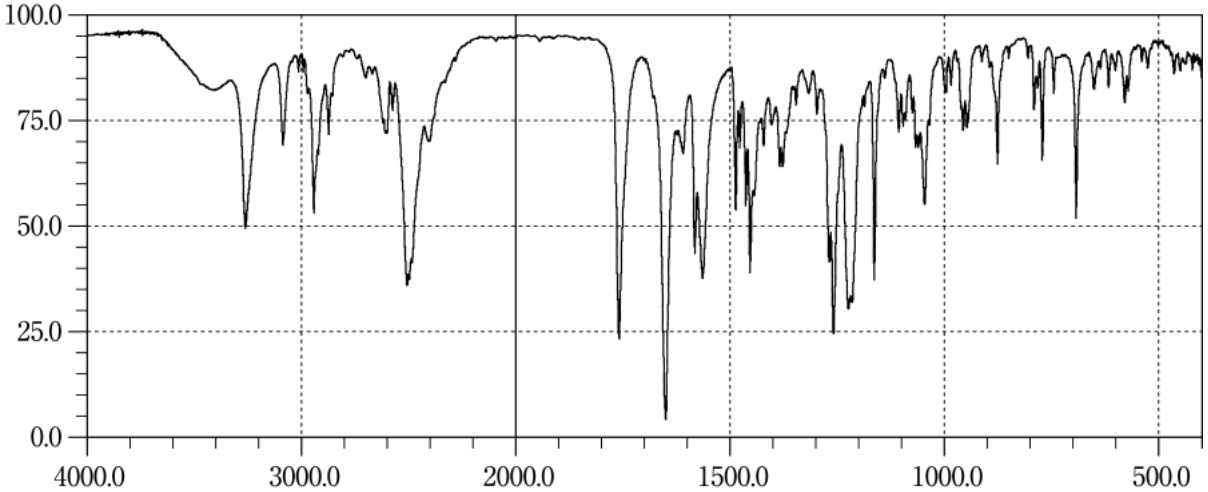
レボフロキサシン水和物



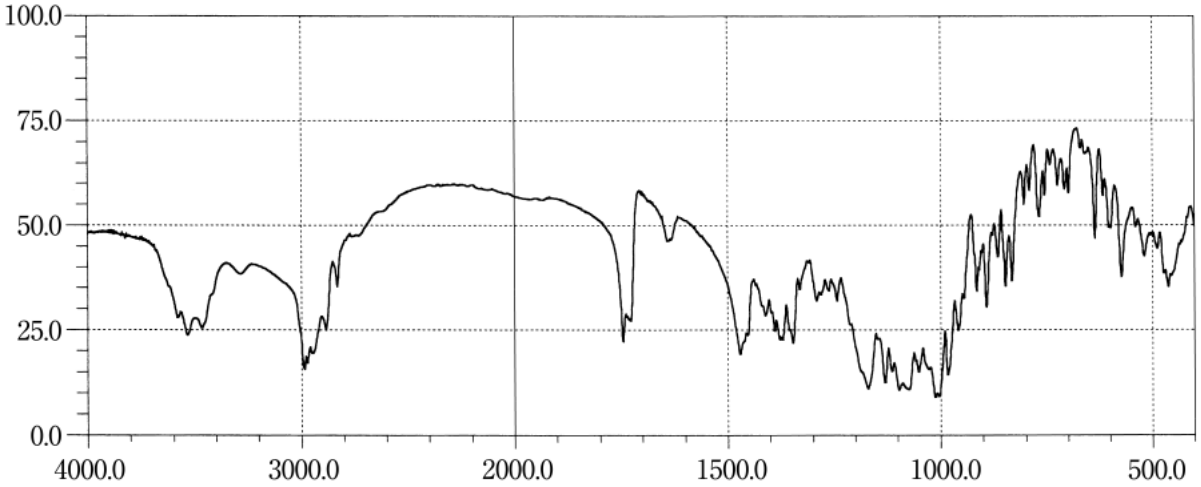
L－ロイシン



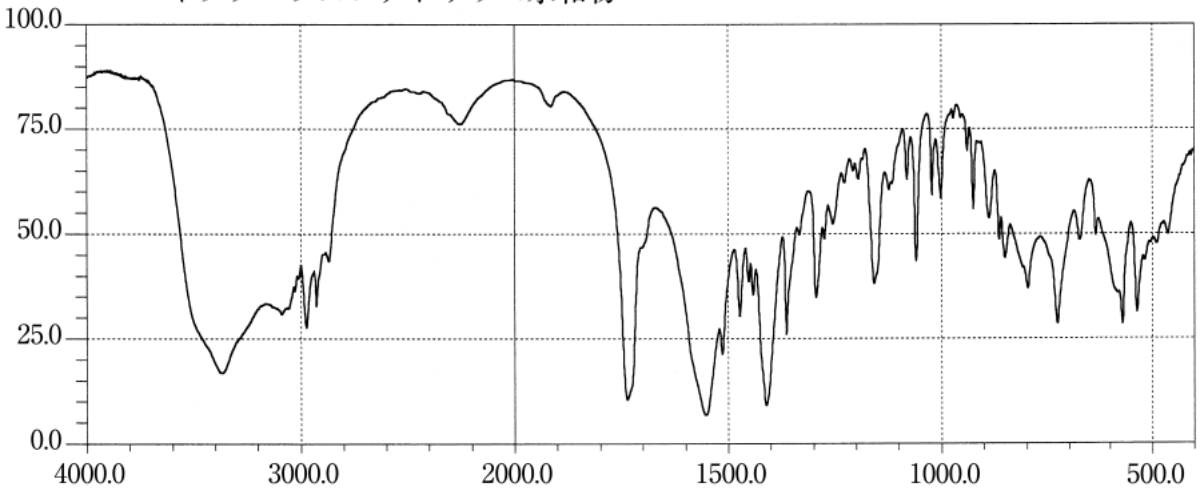
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩



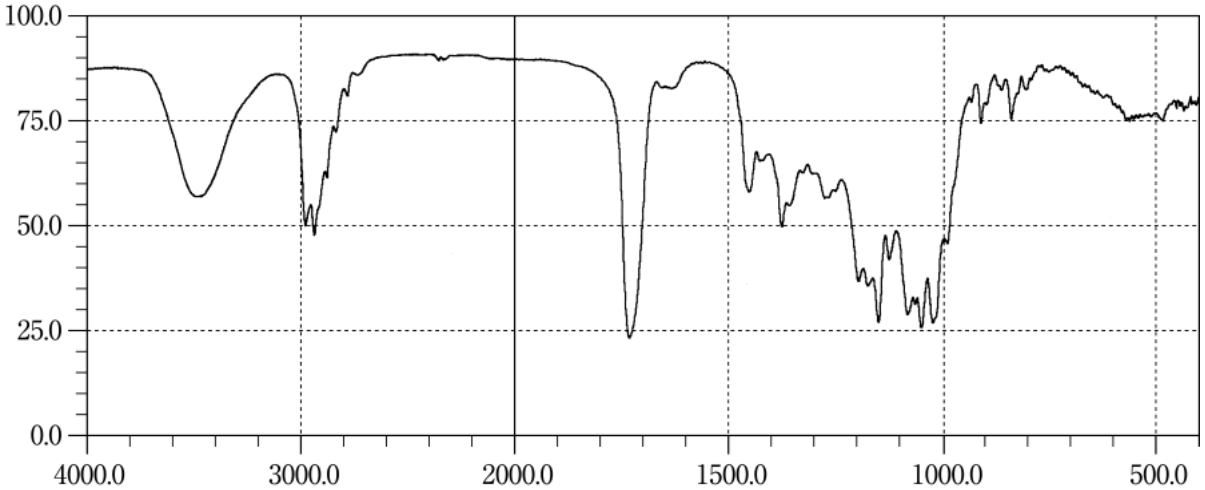
ロキシスロマイシン



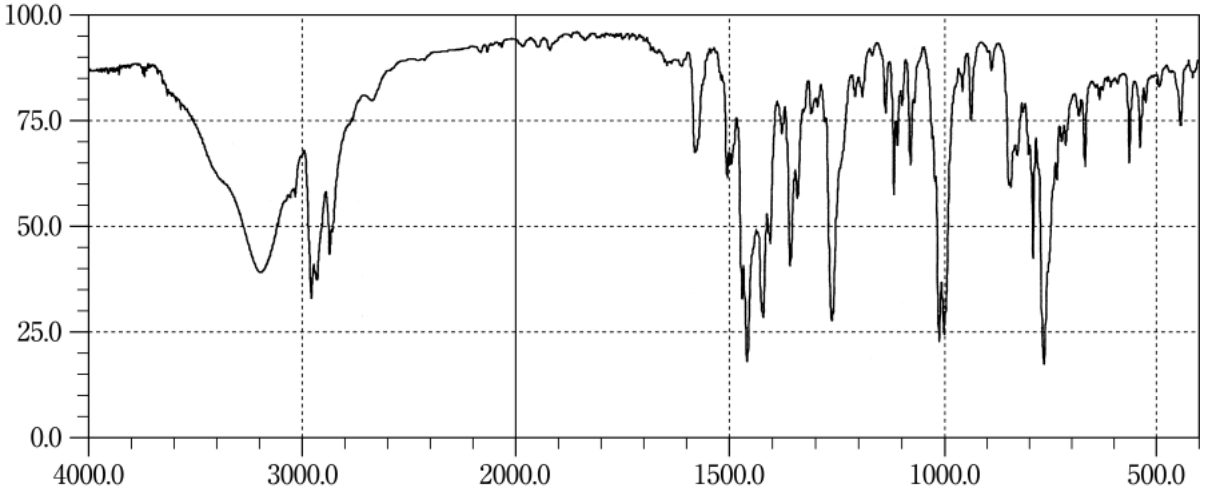
ロキソプロフェンナトリウム水和物



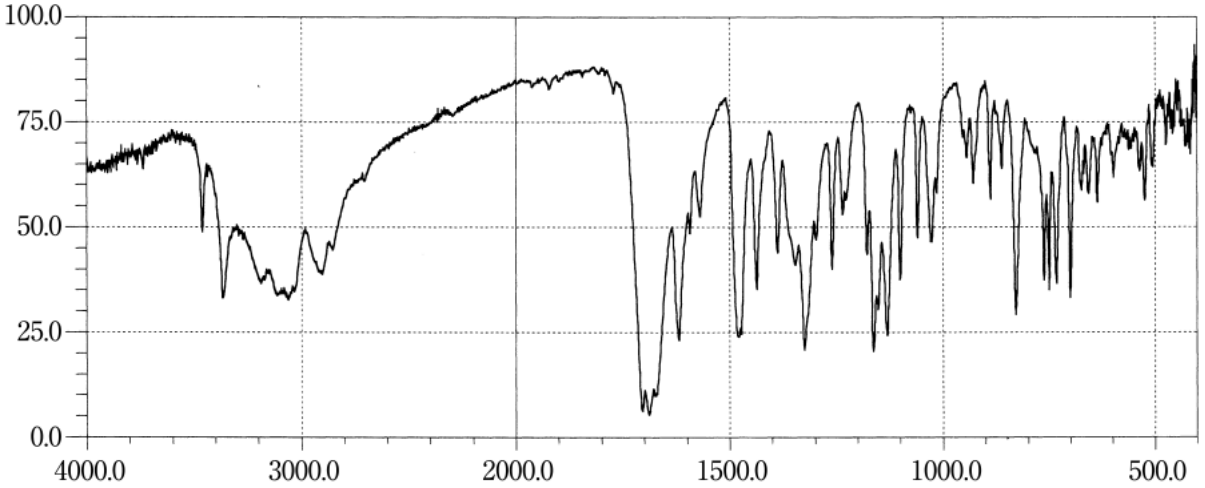
ロキタマイシン



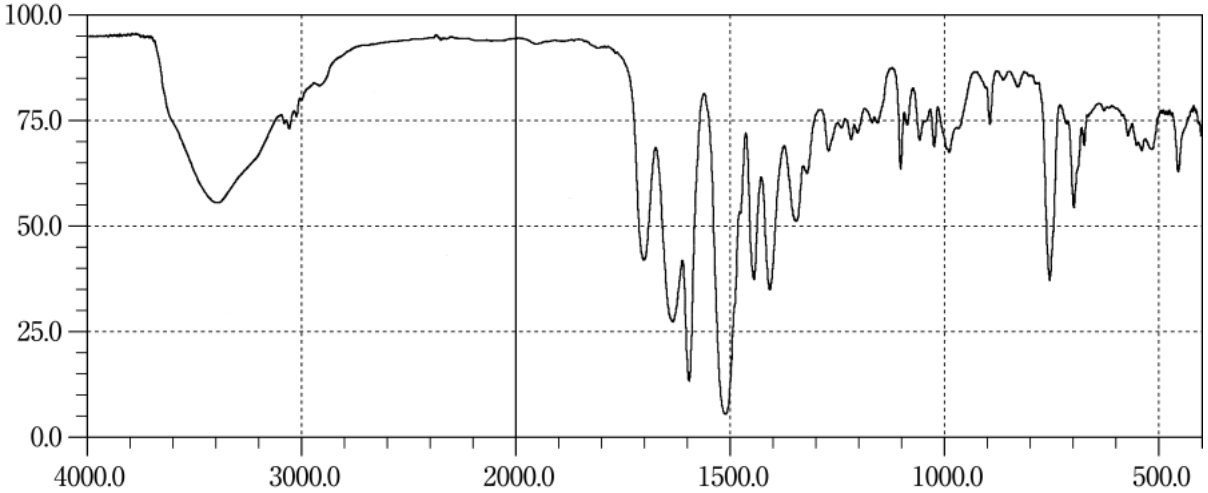
ロサルタンカリウム



ロラゼパム



ワルファリンカリウム



参考情報

G1.　理化学試験関連

胃腸薬のpH試験法

胃腸薬のpH試験法は，制酸の効果を標榜する胃腸薬を0.1mol/L塩酸の一定量中で一定時間かき混ぜ，この液のpHを求める試験法である．胃腸薬のpHは，製剤の用法及び用量の1回服用量(1回服用量に幅がある場合には，最小の1回服用量をいう)に対応する量をとり，次の方法により試験を行うとき得られるpH値で示す．

1.　試料の調製

固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合するものは，そのまま試料とする．ただし，分包されているものは，その20包以上をとり，その内容物の質量を精密に量り，1回服用量当たりの内容物の平均質量を算出し，均一に混合して試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されている顆粒剤などは，その20包以上をとり，その内容物の質量を精密に量り，1回服用量当たりの内容物の平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されていない顆粒剤などは，その20回服用量以上をとり，粉末とし，試料とする．カプセル剤，錠剤などは，その20回服用量以上をとり，その質量を精密に量り1回服用量当たりの内容物の平均質量，又は平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．

液体製剤は，よく振り混ぜ，試料とする．

2.　操作法

ファクターを1.000に調整した0.1mol/L塩酸50mL又はこれに対応する0.1mol/L塩酸の容量を正確に量り，100mLのビーカーに入れ，マグネチックスターラー及びマグネチックスターラー回転子(長さ35mm，径8mm)を用い，1分間に約300回転の割合でかき混ぜながら，これに試料の1回服用量を正確に量って加え，10分後のpHをpH測定法により測定する．ただし，操作中，液温を37±2℃に保つ．

医薬品の残留溶媒ガイドライン及び残留溶媒試験法記載例

1.　医薬品の残留溶媒ガイドライン

「医薬品の残留溶媒ガイドライン」(平成10年3月30日医薬審第307号)を参照する．

「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に，患者の安全のために勧告された残留溶媒の許容量が示されている．医薬品中の残留溶媒は，特別な場合を除き，この値を超えてはならない．

医薬品の製造業者は，「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に規定されている許容量と自社製品中の残留量の実測値に基づいて対象となる残留溶媒に適切な規格限度値あるいは管理基準値を設定して，残留溶媒試験法に準じて自社製品の試験を行い，製造する医薬品の品質を確保することが肝要である．

2.　残留溶媒試験

通例，残留溶媒試験法〈*2.46*〉により試験を行う．ヒトに対して低毒性と考えられるクラス3の溶媒のみが存在する場合には，乾燥減量試験法〈*2.41*〉により得られる乾燥減量値が0.5%以下であることを示すことで許容される．

ガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉では，欧州薬局方(EP)及び米国薬局方(USP)に収載されている残留溶媒試験法(EP：2.4.24.Identification and control of residual solvents，USP：〈467〉 Residual Solvents)を用いて試験を行うことができる．ただし，記載方法，システム適合性試験等は日本薬局方の定めにより行う．

3.　残留溶媒試験のためのガスクロマトグラフィーの試験条件及びシステム適合性の例

残留溶媒試験のためのガスクロマトグラフィー試験条件として，EP及びUSPに収載されている代表的な例を示す．ただし，これらはあくまで例示であり，その他の適切な条件を用いることを妨げるものではない．

試験条件には，通例，検出器，カラム，カラム温度，注入口温度，検出器温度，キャリヤーガス，流量及び面積測定範囲等を，システム適合性には，通例，検出の確認，システムの性能及びシステムの再現性など試験に必要な事項を規定する．試験条件及びシステム適合性は，必要に応じて次のように記載する．

3.1.　ヘッドスペース試料導入装置の操作条件の記載(EP，USP収載の試験法に準じた例)

(ⅰ)　ヘッドスペース装置の操作条件(1)

バイアル内平衡温度	80℃付近の一定温度
バイアル内平衡時間	60 分間
注入ライン温度	85℃付近の一定温度
キャリヤーガス	窒素
加圧時間	30 秒間
試料注入量	1.0mL

(ⅱ)　ヘッドスペース装置の操作条件(2)

バイアル内平衡温度	105℃付近の一定温度
バイアル内平衡時間	45 分間
注入ライン温度	110℃付近の一定温度
キャリヤーガス	窒素
加圧時間	30 秒間
試料注入量	1.0mL

(ⅲ)　ヘッドスペース装置の操作条件(3)

バイアル内平衡温度	80℃付近の一定温度
バイアル内平衡時間	45 分間
注入ライン温度	105℃付近の一定温度
キャリヤーガス	窒素
加圧時間	30 秒間
試料注入量	1.0mL

3.2.　ガスクロマトグラフィーの試験条件及びシステム適合性の記載

(ⅰ)　操作条件(1)　(EP，USPに収載されている試験法の操作Aに準じた例)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm(又は0.53mm)，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピルフェニルメチルシリコーンポリマーを厚さ1.8μm(又は3μm)に被覆する．なお，必要ならば，ガードカラムを使用する．

カラム温度：40℃を20分間，その後，必要ならば毎分10℃で240℃まで昇温し，240℃を20分間保持する．

注入口温度：140℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35cm/秒

スプリット比：1：5

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で試験するとき，それぞれのピークの分離度は1.0以上である．(注：被検物質が複数の場合)

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，被検物質のピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

(ⅱ) 操作条件(2) (EP，USPに収載されている試験法の操作Bに準じた例)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm(又は0.53mm)，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを厚さ0.25μmで被覆する．なお，必要ならば，ガードカラムを使用する．

カラム温度：50℃を20分間，必要ならば，その後，毎分6℃で165℃まで昇温し，165℃を20分間保持する．

注入口温度：140℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35cm/秒

スプリット比：1：5

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で試験するとき，それぞれのピークの分離度は1.0以上である．(注：被検物質が複数の場合)

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，被検物質のピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

(ⅲ) 操作条件(3) (USP Other Analytical Procedures Method Iに順じた例)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用5%フェニルメチルシリコーンポリマーを厚さ約5μmに被覆する．なお，必要ならば，内径0.53mm，長さ5mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用5%フェニルメチルシリコーンポリマーを被覆したガードカラムを使用する．

カラム温度：35℃を5分間，その後，毎分8℃で175℃まで昇温し，必要ならば，次に毎分35℃で260℃まで昇温する．その後，260℃を16分間保持する．

注入口温度：70℃付近の一定温度

検出器温度：260℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35cm/秒

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で試験するとき，それぞれのピークの分離度は1.0以上である．(注：被検物質が複数の場合)

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，被検物質のピーク面積の相対標準偏差は15%以下である．

近赤外吸収スペクトル測定法

近赤外吸収スペクトル測定法(NIR)は，被検物質による近赤外領域における光の吸収スペクトルを測定し，その解析を行うことにより，物質の定性的又は定量的評価を行うための分光学的方法の一つである．

近赤外光は，可視光と赤外光の間にあって，通例，750～2500nm(13333～4000cm^{-1})の波長(波数)範囲の光を指す．近赤外光の吸収は，主として赤外領域(4000～400cm^{-1})における基準振動の倍音(over-tones)又は結合音(combinations)による振動によって生じ，特に水素原子が関与するO－H，N－H，C－H，S－Hによる吸収が主である．例えば，N－Hの非対称伸縮振動は3400cm^{-1}付近にあるが，その第一倍音による吸収は3400cm^{-1}の2倍弱の6600cm^{-1}(波長1515nm)付近に現れる．

近赤外域における吸収は，赤外域における基準振動による吸収よりもはるかに弱い．また，近赤外光は，可視光に比較して長波長であることから，光は粉体を含深さまで侵入することができる．この過程で吸収される光のスペクトル変化(透過光又は反射光)より，試料に関わる物理的及び化学的知見が得られることから，本法は，非破壊分析法としても広く活用されている．

近赤外吸収スペクトルの解析法としては，検量線法などの一般的な分光学的手法が適用可能であれば，これを用いるが，通常，ケモメトリックスの手法を用いて解析を行う．ケモメトリックスは，通例，化学データを数量化し，情報化するための数学的手法及び統計学的手法を指すが，近赤外吸収スペクトル測定法におけるケモメトリックスとしては，重回帰分析法をはじめ，種々の多変量解析法が用いられ，これにより有効成分の定性的又は定量的評価などが行われる．

近赤外吸収スペクトル測定法は，水分の測定又は物質の確認などにおいて，既存の確立された分析法に代えて，迅速かつ非破壊的な分析法として用いられるものであり，この分析法を品質評価試験法として日常的試験に用いる場合，既存の分析法を基準として比較試験を行うことにより，その同等性を確認して

おく必要がある．

医薬品分野における近赤外分光法の応用としては，原薬及び製剤中の有効成分，添加剤又は水分について，定性的又は定量的評価を行うことができる．また，結晶形，結晶化度，粒子径などの物理的状態の評価に用いることもできる．更に光ファイバーを用いることにより，装置本体から離れた場所にある試料について，サンプリングを行うことなくスペクトル測定が可能であることから，医薬品の製造工程管理をオンラインで行うための有力な手段としても活用することができる．

1.　装置

近赤外分光光度計には，分散型近赤外分光光度計及びフーリエ変換型近赤外分光光度計がある[1)]．別に分光部に干渉フィルターを用いた干渉フィルター型近赤外分光光度計もあるが，この方式の装置は医薬品の品質管理分野で用いられることはほとんどない．

1.1.　分散型近赤外分光光度計

装置は，光源部，試料部，分光部，測光部，信号処理部，データ処理部及び表示・記録・出力部より構成されている．光源には，ハロゲンランプ，タングステンランプ，発光ダイオードなど，近赤外光を高輝度かつ安定に放射するものが用いられる．試料部は，試料セル及び試料ホルダーより構成される．光ファイバー及びコリメーターなどより構成される光ファイバー部を有する装置においては，分光光度計本体から離れた場所に設置された試料部に光を伝送する機能が付与されている．光ファイバーの材質としては，通例，石英が用いられる．

分光部は，分散素子を用いて必要とする波長の光を取り出すためのものであり，スリット，ミラー，分散素子から構成されている．分散素子には，プリズム，回折格子，音響光学素子(AOTF)，液晶チューナブルフィルター(LCTF)などがある．測光部は，検出器及び増幅器で構成されている．検出器としては，半導体検出器(シリコン，硫化鉛，インジウム・ガリウム・ヒ素，インジウム・アンチモンなど)のほか，光電子増倍管も用いられる．半導体検出器による検出方法としては，通例，単一素子による検出が行われるが，複数の素子を用いたアレイ型検出器が用いられることもあり，これにより複数波長(波数)の光の同時検出が可能となる．信号処理部では，増幅器の出力信号から測定に必要な信号を分離し，出力する．データ処理部では，データ変換，スペクトル解析などを行う．表示・記録・出力部は，データ，分析結果及びデータ処理結果などをプリンターに出力する．

1.2.　フーリエ変換型近赤外分光光度計

装置の構成は，分光測光部及び信号処理部を除き，基本的に1.1.の分散型装置の構成と同様である．

分光測光部は，干渉計，サンプリング信号発生器，検出器，増幅器，A／D変換器などで構成される．干渉計には，マイケルソン干渉計，トランセプト干渉計及び偏光干渉計などがある．信号処理部については，分散型装置で要求される機能に加え，得られた干渉波形(インターフェログラム)をフーリエ変換により吸収スペクトルへ読み替える機能が付与されている．

2.　測定法

近赤外吸収スペクトル測定法には透過法，拡散反射法及び透過反射法の3種の測定法がある．測定法の選択は，試料の形状及び用途に依存し，粉体を含む固体試料には透過法又は拡散反射法が，液体試料には透過法又は透過反射法が用いられる．

2.1.　透過法

透過法では，光源からの光が試料を通過する際の入射光強度の減衰の度合いを透過率T(%)又は吸光度Aとして表す．試料は，光源と検出器の間の光路中に置かれるが，この配置は，通常の分光学的計測法におけるものと同様である．

$$T=100t$$
$$t=I/I_0=10^{-\alpha cl}$$

I_0 ：入射光の強度
I ：透過光の強度
α ：吸光係数
c ：溶液の濃度
l ：層長(試料厚さ)

$$A=-\log t=\log(1/t)=\log(I_0/I)=\alpha cl$$

本法は，液体又は溶液試料に適用される方法であり，石英ガラスセル，フローセルなどに注入し，層長1～5mm程度で測定する．また，粉体を含む固体試料に対しても適用可能であり，拡散透過法ともよばれる．この場合，試料の粒度，表面状態などにより透過光強度は変化することから，適切な層長の選択が重要となる．

2.2.　拡散反射法

拡散反射法では，試料から広い立体角範囲に放射する反射光強度Iと対照となる物質表面からの反射光強度I_rとの比を反射率R(%)として表す．近赤外光は，粉体を含む固体試料中，数mmの深さまで侵入し，その過程で透過，屈折，反射，散乱を繰り返し，拡散するが，この拡散光の一部は再び試料表面から放射され，検出器に捕捉される．通例，反射率の逆数の対数を波長(波数)に対してプロットすることにより，拡散反射吸光度(A_r)のスペクトルが得られる．

$$R=100r$$
$$r=I/I_r$$

I：試料から拡散反射する反射光強度
I_r：対照となる物質表面からの反射光強度

$$A_r=\log(1/r)=\log(I_r/I)$$

また，拡散反射スペクトルの強度表現にはKubelka－Munk(K－M)関数によるものがある．K－M関数は十分な厚さを有する試料を仮定して導かれたものであり，試料の濃度，近赤外光に対する吸光係数及び粒子の大きさ，形状，充てんの度合い(疎密)等により定まる光散乱係数を用いて表される．

本法は，粉体を含む固体試料に適用される方法であり，測定に際して，拡散反射装置が必要となる．

2.3.　透過反射法

透過反射法は，透過法と反射法を組み合わせたものである．透過反射率T^*(%)を測定する場合，ミラーを用いて試料を透過した光を再反射させる．光路長は試料厚さの2倍にする．一方，対照光は，鏡面で反射して検出器に入る反射光を用いる．ただし，本法を懸濁試料に適用する場合，ミラーの替わりに拡散反射する粗面を持つ金属板又はセラミック反射板などが用いられる．

本法における透過反射吸光度(A^*)は，次式により得られる．

$T^* = 100t^*$
$t^* = I / I_T$

I：試料が置かれた場合の透過光及び反射光強度
I_T：試料がない場合の反射光強度

$A^* = \log(1 / t^*)$

本法は，粉体を含む固体試料，液体試料及び懸濁試料に適用される方法である．固体試料に適用する場合，試料厚さを調節する必要があるが，通例，検出器の直線性とSN比が最良となる吸光度で0.1～2(透過率で79～1%)となるように調節する．なお，粉体試料に適用する場合，粉体の粒度に応じて適切な層長を持つセルを選択する必要がある．

3. スペクトルに影響を与える要因

近赤外吸収スペクトル測定法を適用しようとするとき，特に定量的な分析においては，スペクトルに影響を与える要因として，以下の事項に留意する必要がある．

(ⅰ) 試料温度：温度が数℃違うとスペクトルに有意な変化(例えば，波長シフト)を生ずることがある．特に試料が水溶液であるか，水分を含む場合，注意する必要がある．

(ⅱ) 水分又は残留溶媒：試料中の水分又は残留溶媒及び測定環境中の水分(湿度)も近赤外領域の吸収帯に有意な影響を与える可能性がある．

(ⅲ) 試料厚さ：試料の厚さは，スペクトル変化の要因であり，一定の厚さに管理する必要がある．例えば，拡散反射法では，試料は十分に厚いことが想定されているが，一定の厚さ以下である場合，高反射率の支持板の上に試料を置き，透過反射法とするなどの工夫が必要である．

(ⅳ) 試料の充てん状態：固体又は粉体試料の測定においては，試料の充てん状態がスペクトルに影響を与える可能性がある．試料のセルへの充てんにあたっては，一定量を一定手順により充てんするよう注意する必要がある．

(ⅴ) 試料の光学特性：物理的，化学的又は光学的に不均一な試料の場合，比較的大きな光束(beam size)を用いるか，複数試料又は同一試料の複数点を測定するか，又は粉砕するなどして，試料の平均化を図る必要がある．また，粉末試料では，粒径，充てんの度合い，表面の粗さなどもスペクトルに影響を与える．

(ⅵ) 結晶多形：結晶構造の変化(結晶多形)もスペクトルに影響を与える．複数の結晶形が存在する場合，適用しようとする試料の特性を考慮して，検量線用の標準的な試料についても分析対象となる試料と同様な多形分布を持つように注意する必要がある．

(ⅶ) 試料特性の時間的変化：試料は，サンプリング後の時間経過又は保存に伴って化学的，物理的又は光学的性質に変化が生じる可能性があるが，それらの変化は，スペクトルに微妙な影響を与えることになる．例えば，同一試料であっても時間経過が異なれば，近赤外スペクトルとしての特性は有意に変化することがある．したがって，検量線作成の際には，試験室でのオフライン測定とするか，又は製造工程でのオンライン(又はインライン)測定とするかなど，測定までの時間経過を十分に考慮して検量線用試料の調製をするなどの注意が必要である．

4. 装置性能の管理[2, 3)]

4.1. 波長(波数)精度

装置の波長(波数)の正確さは，吸収ピークの波長(波数)が確定された物質，例えば，ポリスチレン，希土類酸化物の混合物(ジスプロシウム／ホルミウム／エルビウム(1：1：1))又は水蒸気などの吸収ピークと装置の指示値との偏りから求める．通例，次の3ピーク位置付近での許容差は下記のとおりとする．

1200±1nm(8300±8cm^{-1})
1600±1nm(6250±4cm^{-1})
2000±1.5nm(5000±4cm^{-1})

ただし，基準として用いる物質により吸収ピークの位置が異なるので，上記3ピークに最も近い波長(波数)位置の吸収ピークを選んで適合性を評価する．例えば，希土類酸化物の混合物は1261nm，1681nm，1971nmに特徴的な吸収ピークを示す．

また，透過法での測定を行う場合，ジクロロメタンを基準とし，1155nm，1417nm，1649nm，2352nmの吸収ピークを用いることができる(層長：1.0mm)．波数分解能の高いフーリエ変換型分光光度計では7306.7cm^{-1}の水蒸気の吸収ピークを用いることができる．

なお，妥当性が確認できれば，ほかの物質を基準として用いることもできる．

4.2. 分光学的直線性

異なる濃度で炭素を含浸させた板状のポリマー(Carbon-doped polymer standards)など適当な標準板を用いて分光学的直線性の評価を行うことができる．ただし，直線性の確認のためには，反射率10～90%の範囲内の少なくとも4濃度レベルの標準板を用いる必要がある．また，吸光度1.0以上での測定が想定される場合，反射率2%又は5%の標準板のいずれか又は両標準板を追加する必要がある．

これらの標準板につき，波長1200nm，1600nm及び2000nm付近の位置における吸光度(A_{OBS})を測定し，この値(A_{OBS})をそれぞれの標準板に付与されている各波長での吸光度(A_{REF})に対してプロットするとき，得られる直線の勾配は，通例，いずれの波長においても1.0±0.05，縦軸切片は0±0.05の範囲内にあることを確認する．

4.3. 測光ノイズ(Spectrophotometric noise)

装置の測光ノイズは，白色反射性セラミックタイル又は反射性熱可塑性樹脂(例えば，ポリテトラフルオロエチレン)など適切な反射率標準板を用いてチェックすることができる．

4.3.1. 高フラックスノイズ

高い反射率，例えば，反射率99%を有する標準板を用いて，測光ノイズを評価する．測定は，試料及び対照用試料のいずれに対しても標準板を使用して行う．1200～2200nmの波長範囲につき，100nm(セグメント)ごとにノイズの平均二乗根(RMS)を計算するとき，通例，その平均値は0.3×10^{-3}以下であり，個々の値は0.8×10^{-3}を超えてはならない．

$RMS = \{1 / N \cdot \Sigma (A_i - A_m)^2\}^{1/2}$

N：セグメント当たりの測定点数
A_i：セグメントの各測定点における吸光度
A_m：セグメントにおける平均吸光度

4.3.2.　低フラックスノイズ

低い反射率，例えば，反射率10％を有する標準板を用いて，光量が小さいときの測光ノイズを評価する．この場合，光源，光学系，検出器及び電子回路系のいずれもが，ノイズに対して何らかの影響を与える．高フラックスノイズの場合と同様に，1200～2400nmの波長範囲につき，100nmごとに*RMS*を計算するとき，通例，その平均値は1.0×10^{-3}以下であり，個々の値は2.0×10^{-3}を超えてはならない．

5.　定性又は定量分析への応用

近赤外領域では，赤外領域と異なり，主として基準振動の倍音又は結合音がスペクトルとして現れる．これらの吸収スペクトルは官能基及び原子団の吸収バンドが重なって観察されることが多い．したがって，近赤外吸収スペクトル測定法は，従来の分析法とは異なり，定性又は定量分析への応用のためには，通例，多変量解析など，ケモメトリックスの手法を用いてモデル分析法を作成し，それぞれの用途に応じた分析法を確立する必要がある．

また，ケモメトリックスの手法を用いて分析法を確立しようとする場合，近赤外吸収スペクトルの特徴を強調すること及びスペクトルの複雑さや吸収バンドの重なりの影響を減ずるために，スペクトルの一次若しくは二次微分処理又は正規化(Normalization)などの数学的前処理を行うことは，重要な手順の一つとなる．なお，ケモメトリックスの手法やデータの数学的前処理法は多数あるが，分析目的に合わせ，適切な方法を組み合わせて選択する．

近赤外分析法の確立に際しては，通常，分析法バリデーションで要求される分析能パラメーターに基づくその妥当性の評価が必要とされるが，パラメーターの選択は，分析法の用途に合わせて適切に行う必要がある．また，近赤外吸収スペクトル測定法の特質に合わせて，下記の事項に留意する．

(ⅰ)　ある分析法で利用しようとする波長(波数)が，与えられた条件下で分析対象の特性評価のために適しているか．

(ⅱ)　試料の取扱い方(例えば，粉末試料の充てんの度合い，充てん圧など)や構成マトリックスなどの変動要因に対して十分な堅牢性を有しているか．

(ⅲ)　既存の確立された基準となる分析法と比較して，ほぼ同等の真度及び精度が得られるか．

(ⅳ)　確立された後の分析法の性能を維持・管理することが重要であり，継続的かつ計画的な保守点検作業が必要とされる．また，製造工程又は原料などの変更及び装置の主要部品の交換などに伴う変更管理又は再バリデーションの実施などに関する適切な評価手順は用意されているか．

(ⅴ)　ある装置を用いることを前提にして確立された分析法をほかの装置に移設し(Model Transfer)，共通に利用しようとする場合，移設の妥当性を確認し得る適切な評価手順は用意されているか．

5.1.　定性分析

分析対象となる各物質について，許容される範囲のロット間変動を含んだリファレンスライブラリーを作成し，多変量解析などケモメトリックスの手法を用いて分析法を確立した後，物質の確認などの定性的評価を行う．また，この手法によりロット間における品質特性の微小な差異を推定することもできる．

なお，多変量解析法としては波長相関法，残差平方和法，距離平方和法などの波長(波数)又は吸光度などを変数とする直接的な解析法のほか，主成分分析などの前処理をした後に適用される因子分析法，クラスター分析法，判別分析法及びSIMCA (Soft independent modeling of class analogy)などの多変量解析法もある．

また，近赤外吸収スペクトル全体を一つのパターンとみなし，多変量解析法の適用により得られるパラメーター又は対象物質に特徴的な波長(波数)でのピーク高さをモニタリングの指標とすることにより，原薬又は製剤の製造工程管理に利用することもできる．

5.2.　定量分析

定量分析は，試料群のスペクトルと既存の確立された分析法によって求められた分析値との関係から，ケモメトリックスの手法を用いて，定量モデルを求め，換算方程式によって，測定試料中の各成分濃度や物性値を算出する．定量モデルを求めるためのケモメトリックスの手法には，重回帰分析法，主成分回帰分析法，PLS (Partial least squares)回帰分析法などがある．

また，試料の組成が単純な場合，濃度既知の検量線作成用試料を用いて，ある特定波長(波数)における吸光度又はこれに比例するパラメーターと濃度との関係をプロットして検量線とし，これを用いて試料中の分析対象成分の濃度を算出できることもある(検量線法)．

6.　参考資料

1) 日本工業規格，近赤外分光分析通則JIS K 0134 (2002)

2) European Pharmacopoeia 5.0 (2005)，2.2.40．Near-Infrared Spectrophotometry

3) US Pharmacopeia 30 (2007)，〈1119〉Near-Infrared Spectrophotometry

システム適合性

試験結果の信頼性を確保するためには，日本薬局方などに収載されている試験法を含め，既存の試験法を医薬品の品質試験に適用する際に，試験を行う施設の分析システムを使って当該試験法が目的に適う試験結果を与えることをあらかじめ検証することが肝要であり，そうした検証を行った上で分析システムの稼働状態を日常的に確認する試験としてシステム適合性の試験を行う必要がある．

1.　システム適合性の意義

「システム適合性」とは，試験法の適用時に目的に適う試験結果を与えることが検証された分析システムが，実際に品質試験を行う際にも適切な状態を維持していることを確認するための試験方法と適合要件について規定したものであり，通常，一連の品質試験ごとに適合性を確認するための試験が行われる．システム適合性の試験方法及び適合要件は，医薬品の品質規格に記載される試験方法の中で規定する．規定されたシステム適合性の適合要件が満たされない場合には，その分析システムを用いて行った品質試験の結果を採用してはならない．

システム適合性は，機器分析法による多くの規格試験法に不可欠な規定である．この規定は，装置，電子的情報処理系，分析操作及び分析試料，更には試験者から構成される分析システムが，全体として適切な状態にあることを確認するための試験方法と適合要件を当該試験法の中に規定することによって，シ

ステムとして完結するとの考え方に基づいている．

2. システム適合性設定時の留意事項

規格試験法中に設定すべきシステム適合性の項目は，試験の目的と用いられる分析法のタイプに依存している．また，システム適合性の試験は，日常的に行う試験であることから，使用する分析システムが目的とする品質試験を行うのに適切な状態を維持していることを確認するのに必要な項目を選び，迅速かつ簡便に行えるような試験として設定することが望ましい．

例えば，液体クロマトグラフィーやガスクロマトグラフィーを用いた定量的な純度試験の場合には，システムの性能(試験対象物質を特異的に分析しうることの確認)，システムの再現性(繰り返し注入におけるばらつきの程度の確認)，検出の確認(限度値レベルでのレスポンスの数値的信頼性の確認)などの項目について設定する．

日本薬局方一般試験法「液体クロマトグラフィー」に記載されたシステム適合性の規定を補完する事項について以下に記載する．

2.1. 液体クロマトグラフィー及びガスクロマトグラフィーのシステムの再現性について

2.1.1. 許容限度値の設定

日本薬局方一般試験法「液体クロマトグラフィー」のシステム適合性の項に「繰り返し注入の回数は6回を原則とする」，また，「システムの再現性の許容限度値は，当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要とされる精度を考慮して，適切なレベルに設定する．」と規定されていることから，6回繰り返し注入における許容限度値を下記の記載を参考にして設定する．なお，日本薬局方収載の医薬品各条に規定された試験法により試験を行う場合には，当該各条に規定された許容限度値に従う．

(ⅰ) 原薬の定量法(原薬の含量がほぼ100%，あるいはそれに近い場合)：分析システムが，製品中の有効成分含量のばらつきの評価に適切な精度で稼働していることを確認できるレベルに設定する．例えば，含量規格の幅が，液体クロマトグラフィーを用いた定量法において含量規格として設定されることの多い98.0～102.0%の場合のように，5%以下の場合には「1.0%以下」を目安として適切に設定する．

(ⅱ) 製剤の定量法：製剤の含量規格の幅，並びに原薬の定量法におけるシステム再現性の規定(原薬と製剤に同様の試験法が用いられている場合)を考慮に入れて，適切に設定する．

(ⅲ) 類縁物質試験：標準溶液やシステム適合性試験用溶液など，システム再現性の試験に用いる溶液中の有効成分濃度を考慮して，適切に設定する．試料溶液を希釈し，0.5～1.0%の有効成分濃度の溶液を調製して，システム再現性の試験に用いる場合には，通例，「2.0%以下」を目安として適切に設定する．

なお，上記の目安は，ガスクロマトグラフィーの場合には適用しない．

2.1.2. システムの再現性の試験の質を落とさずに繰り返し注入の回数を減らす方法

日本薬局方一般試験法「液体クロマトグラフィー」のシステム適合性の項に「繰り返し注入の回数は6回を原則とするが，グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合など，1回の分析に時間がかかる場合には，6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように達成すべきばらつきの許容限度値を厳しく規定することにより，繰り返し注入の回数を減らしてもよい．」と規定されている．これと関連して，システムの再現性の試験の質を落とさずに繰り返し注入の回数を減らす方法を以下に示した．この方法により，必要な場合には，繰り返し注入の回数を減らして設定することができるし，日常の品質試験の中でも同様な考えに基づいて運用することができる．

システムの再現性の試験の質を繰り返し注入の回数が6回(n＝6)の試験と同等に保つために，n＝3～5の試験で達成すべきばらつきの許容限度値を下記の表に示した．

しかしながら，繰り返し注入の回数を減らすということは，システムの再現性を確認する上での1回の試験の重みが増すということであり，適切な技術レベルにある試験者が担当するとともに，装置が適切に維持管理されることがより重要となることに留意する必要がある．

表 システムの再現性の試験の質をn＝6の試験と同等に保つためにn＝3～5の試験で達成すべきばらつきの許容限度値*

		許容限度値(RSD)					
n＝6の試験に規定されたばらつきの許容限度値		1%	2%	3%	4%	5%	10%
達成すべきばらつきの許容限度値	n＝5	0.88%	1.76%	2.64%	3.52%	4.40%	8.81%
	n＝4	0.72%	1.43%	2.15%	2.86%	3.58%	7.16%
	n＝3	0.47%	0.95%	1.42%	1.89%	2.37%	4.73%

* 排除すべき性能の分析システムがシステム適合性の試験に合格する確率を5%とした．

3. 分析システム変更時の考え方(分析システム変更時の管理)

目的に適う試験結果を与えることが検証された試験法と分析システムが基本的に変更されずに，品質試験が日常的に繰り返される場合には，システム適合性で規定された適合要件を満たしていることを確認すればよい．

しかしながら，当該の品質試験が長期にわたって続けられる間には，試験法や分析システムにも種々の変更が必要となる状況も起こり得る．これらの変更は，製造方法の変更の場合のように製品の品質に直接影響を与えるものではないが，品質を評価する際の尺度に影響を与えるものであり，変更の結果，評価の尺度に狂いが生じれば，適切でない品質のものを許容したり，逆に適切な品質のものを排除したりすることも起こり得る．そのため，試験法や分析システムの変更時には当該の変更が適切なことを確認して，評価の尺度に狂いが生じないように管理する必要がある．

試験法を変更する場合には，変更の内容に応じた適切なバリデーションを行う．一方，例えば，同じ試験室において液体クロマトグラフィーの装置やカラムの更新，試験者の交替などを行う場合には，上述の変更時の管理の一環として，変更した分析システムにより少なくともシステム適合性の試験を行って，変更前と同等の結果が得られることを確認する．同等な結果が得られないとき，例えば，液体クロマトグラフィーのカラムを交換したとき，新しいカラムによって試験の対象成分と分離確認用物質との溶出順が逆転するなどの溶出パターンの大きな変化がもたらされるような場合には，特異性などが担保されているかが懸念されるため，そのカラムを当該品質試験に用いても目的に適う試験結果が得られることを再検証する必要がある．

中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法

中心静脈栄養剤(TPN)は，静脈注射用の栄養剤である．一方，外国において，腎障害を有する患者等におけるアルミニウムの毒性(中枢神経系や骨)発現の問題が指摘されていることから，これらTPN製剤中に混在するアルミニウムに対する微量測定が必要とされるようになってきている．微量アルミニウムの分析法としては，蛍光検出液体クロマトグラフィー(蛍光検出HPLC法)，高周波誘導プラズマ発光分析法(ICP－AES法)及び高周波誘導プラズマ質量分析法（ICP－MS法）が利用できる．蛍光検出HPLC法の検出感度は，約1μg/L(ppb)であるが，特別な付属装置を用いたICP－AES法及びICP－MS法を用いる場合，更に高い検出感度を得ることができる．

TPNは栄養剤であることから，糖類，アミノ酸類，電解質など，多数の栄養成分を複雑な組成で含有しており，これらの共存成分の測定への影響が無視できないため，それぞれの分析法の採用にあたっては，特別な注意が必要となる．

本参考情報では，分離分析法として液体クロマトグラフィーが広く普及している現状を考慮し，TPN中の微量アルミニウム分析法として二種の蛍光性キレート試薬を用いる蛍光検出HPLC法(キノリノール錯体法及びルモガリオン錯体法)について記載する．

1.　キノリノール錯体法

試料中のアルミニウムイオンのキノリノール錯体を形成させ，液体クロマトグラフィーの蛍光誘導体化法により試験を行う．

1.1.　試料溶液の調製

試料(TPN製剤)1mLを正確に量り，水10μLを加えた後，移動相を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．

1.2.　検量線作成用標準溶液系列の調製

アルミニウム試験用水1mLずつを正確に量り，それぞれにアルミニウム標準溶液(1)～(5)の各標準溶液10μLを正確に加えた後，移動相を加えて正確に10mLとし，検量線作成用標準溶液系列(アルミニウム濃度：0，1.25，2.5，5.0及び10.0ppb)を調製する．

1.3.　標準的試験法

試料溶液及び検量線作成用標準溶液0.1mLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い，検量線法により，試料溶液中のアルミニウム濃度を求める．

試験条件

検出器：蛍光光度計(励起波長：380nm，蛍光波長：520nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：8－キノリノールのアセトニトリル溶液(3→100)／薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(2→5)混液(1：1)

流量：アルミニウム／キノリノール錯体のピークの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

検量線作成用標準溶液系列を用いて作成された検量線の相関係数は0.99以上である．

また，上記の変法として移動相中に8－キノリノールを加えない方法もある．

この場合にも，試料溶液の調製の段階で8－キノリノールを加えてアルミニウム／キノリノール錯体を生成させた後，蛍光検出液体クロマトグラフィーを行うが，移動相中にキレート試薬を含まないため，より安定なアルミニウム／キノリノール錯体を生成させておく必要がある．また，蛍光検出のための分析波長が異なることから(励起波長：370nm，蛍光波長：504nm)測定感度にも差異がみられ，検量線の作成は0～25ppbの範囲が適当とされている．その他，カラムサイズ，カラム温度及び移動相も異なるが，試料中の微量アルミニウムの分析が正確かつ再現性よく行えるよう，適切な試験条件を設定する必要がある．

2.　ルモガリオン錯体法

試料中のアルミニウムイオンのルモガリオン錯体を形成させ，液体クロマトグラフィーの蛍光誘導体化法により試験を行う．

2.1.　試料溶液の調製

試料(TPN製剤)70μLを正確に量り，ルモガリオン塩酸溶液0.15mLを正確に加えた後，アルミニウム試験用pH緩衝液0.6mLを正確に加えて混合する．この液を40℃で4時間放置した後，試料溶液とする．

2.2.　検量線作成用標準溶液系列の調製

アルミニウム標準溶液(1)～(5)の各標準溶液1mLずつを正確に量り，それぞれ薄めたアルミニウム試験用硝酸(1→100)を加えて正確に100mLとする．これらの液70μLずつを正確に量り，それぞれルモガリオン塩酸溶液0.15mL及びpH7.2のアルミニウム試験用緩衝液0.6mLを正確に加えて混合した後，40℃で4時間放置し，検量線作成用標準溶液系列(アルミニウム濃度：0，1.07，2.13，4.27及び8.54ppb)を調製する．

2.3.　標準的試験法

試料溶液及び検量線作成用標準溶液0.1mLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い，検量線法により，試料溶液中のアルミニウム濃度を求める．

試験条件

検出器：蛍光光度計(励起波長：505nm，蛍光波長：574nm)

カラム：内径6.0mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：2－プロパノール100mLに薄めたpH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液(1→10)を加えて1000mLとする．

流量：アルミニウム／ルモガリオン錯体のピークの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

検量線作成用標準溶液系列を用いて作成された検量線の相関係数は0.99以上である．

3.　注意事項

(ⅰ)　試験で使用する水及びその他の試験用溶媒，試薬，器具などにつき，アルミニウム汚染のできるだけ少ないものを選択するほか，試験室環境の塵埃又はアルミニウム汚染にも注意する．

(ⅱ)　試料の特性が錯体形成に影響を与えないことを確認しておく必要がある．

(iii) 日本分析化学会より，アルミニウム濃度既知の金属成分分析用河川水標準物質が有償配布されており，試験法及び試験結果の妥当性を評価するためにこれらの標準物質を用いることができる．

4. 標準溶液及び試薬・試液

本試験には，日本薬局方に規定するもののほか，以下の標準溶液及び試薬・試液を用いる．

(i) アルミニウム標準溶液　アルミニウム試験用水又はアルミニウム標準原液の一定量をとり，薄めたアルミニウム試験用硝酸(1→100)を用いて希釈し，アルミニウム濃度0，1.25，2.5，5.0及び10ppmのアルミニウム標準溶液(1)～(5)を調製する．

(ii) アルミニウム試験用水　アルミニウム濃度1ppb以下の水を用いる．

(iii) アルミニウム試験用硝酸：硝酸．ただし，アルミニウム濃度1ppb以下のものを用いる．

(iv) アルミニウム試験用緩衝液，pH7.2：*N,N*－ビス(2－ヒドロキシエチル)－2－アミノエタンスルホン酸106.6gをアルミニウム試験用水800mLに溶かした後，アルミニウム試験用テトラメチルアンモニウムヒドロキシドを加えてpHを7.2に調整し，アルミニウム試験用水を加えて1000mLとする．

(v) *N,N*－ビス(2－ヒドロキシエチル)－2－アミノエタンスルホン酸：$C_6H_{15}NO_5S$　白色の結晶又は粉末である．

(vi) アルミニウム試験用テトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液：$(CH_3)_4NOH$　アルミニウム試験用に製した約25%水溶液．ただし，アルミニウム濃度10ppb以下のものを用いる．

(vii) ルモガリオン塩酸溶液：ルモガリオン0.86gを2－プロパノール300mLに溶かし，薄めたアルミニウム試験用塩酸(9→50)350mL及びアルミニウム試験用水を加えて正確に1000mLとする．

(viii) ルモガリオン：$C_{12}H_9ClN_2O_6S$　赤褐色～暗褐色の粉末である．ただし，アルミニウム濃度1ppm以下のものを用いる．

(ix) アルミニウム試験用塩酸：塩酸．ただし，アルミニウム濃度1ppb以下のものを用いる．

分析法バリデーション

分析法バリデーションとは，医薬品の試験法に用いる分析法が，分析法を使用する意図に合致していること，すなわち，分析法の誤差が原因で生じる試験の判定の誤りの確率が許容できる程度であることを科学的に立証することである．分析法の能力は種々の分析能パラメーターにより表される．提案する分析法の分析能パラメーターが，試験法の規格値などを基にして設定する基準を満たしていることを実証することにより，分析法の妥当性を示すことができる．

本文に基づく分析法バリデーションは，日本薬局方に新たに収載する試験法を設定するとき，日本薬局方に収載されている試験法の改正を行うとき及び通則の規定に基づき日本薬局方に収載されている試験法に代わる試験法を設定するとき，これらの試験法で用いる分析法について行う．

1. 分析法を日本薬局方に収載するために必要な資料

1.1. 概要

分析法の原理の簡潔な説明，その分析法の必要性，他の分析法と比較したときの利点，バリデーションの要約などを記載する．分析法を改正する場合には，既存の分析法の限界及び新たに提案する分析法によりもたらされる利点も記載する．

1.2. 分析法

分析法を正しく評価できるように，また，必要ならば追試を行って評価できるように，分析法を詳細に記載する．分析法には，分析の手順，標準試料の調製法，試薬・試液の調製法，留意事項，分析システムが正しく作動していることを検証する方法(例えば，クロマトグラフィーにおける分離効率の検証)，分析結果を導くための式及び測定回数などが含まれる．また，日本薬局方に規定されていない装置又は器具を用いる場合には，それについても詳細に記載する．新たに標準品を規定する場合には，その物質の物理的，化学的又は生物学的な特性値を明らかにし，試験法を記載する．

1.3. 分析法の妥当性を示す資料

分析法が妥当なものであることを立証する資料を示す．本資料は，分析能パラメーターを求めるための実験計画，実験データ，計算結果及び検定結果を含む．

2. 分析能パラメーター(Validation characteristics)

分析法の妥当性を示すために評価が必要な典型的な分析能パラメーターの定義と評価方法の例を次に示す．

分析能パラメーターに関する用語と定義は，分析法を適用する分野により異なる．本文における用語と定義は，日本薬局方の目的に沿って一義的となるように定めたものである．評価方法の項では，分析能パラメーターを評価する方法の概略を示した．分析能パラメーターを決定する方法は，多数の方法が提唱されており，一般的に受け入れられている方法であれば，どのような方法を用いて分析能パラメーターを決定しても差し支えない．しかし，分析能パラメーターの値が決定方法に依存することもあるので，分析能パラメーターを求めるための実験方法，実験データ及び計算方法は，可能な限り詳しく記述することが必要である．

頑健性(Robustness)は，分析法バリデーションで検討する分析能パラメーターには含まれないが，分析法の開発段階で頑健性を検討することにより，分析法を改善し，検討結果を分析法の分析条件又は留意事項に反映させることができる．

2.1. 真度(Accuracy／Trueness)

2.1.1. 定義

真度とは，分析法で得られる測定値の偏りの程度のことで，真の値と測定値の総平均との差で表される．

2.1.2. 評価方法

分析法の真度の推定値は，室内再現精度又は室間再現精度を求めるときに得られる測定値の総平均と真の値との差として表される．標準品の認証値又は合意された値を真の値とする．製剤の分析法の場合には，標準溶液の測定値を合意された真の値とする．

また，特異性の高い分析法であることを示すことにより，分析法の偏りが小さいことを推論できる．

得られた真度の推定値と室間(内)再現精度から計算される標準誤差の値から，真度の95%信頼区間を計算する．この区間が0を含んでいることを確認するか，又は同区間の上限値及び下限値が分析法に要求される真度の基準の値の範囲内であることを確認する．

2.2.　精度(Precision)

2.2.1.　定義

精度とは，均質な検体から採取した複数の試料を繰り返し分析して得られる一連の測定値が，互いに一致する程度のことであり，測定値の分散，標準偏差又は相対標準偏差で表される．

精度は，繰り返し条件が異なる3つのレベルで表され，それぞれ，併行精度，室内再現精度及び室間再現精度という．

(ⅰ)　併行精度(Repeatability／Intra-assay precision)：併行精度とは，試験室，試験者，装置，器具及び試薬のロットなどの分析条件を変えずに，均質な検体から採取した複数の試料を短時間内に繰り返し分析するとき(併行条件)の精度である．

(ⅱ)　室内再現精度(Intermediate precision)：室内再現精度とは，同一試験室内で，試験者，試験日時，装置，器具及び試薬のロットなどの一部又はすべての分析条件を変えて，均質な検体から採取した複数の試料を繰り返し分析するとき(室内再現条件)の精度である．

(ⅲ)　室間再現精度(Reproducibility)：室間再現精度とは，試験室を変えて，均質な検体から採取した複数の試料を繰り返して分析するとき(室間再現条件)の精度である．

2.2.2.　評価方法

はじめに，精度を検討するのに十分な量の均質な検体を確保する．溶液は均質な検体である．均質な検体が得られないときには，例えば，大量の製剤を均質とみなせるまで混合粉砕した検体，又は製剤の配合成分を均質とみなせるまで混合した検体を，均質な検体として用いる．

二つ以上のレベルの精度を同時に評価するためには，一元配置などのような適当な実験計画法の下に実験を行うとよい．このとき，分析法の精度を正しく推定するために，十分な数の繰り返し数，分析条件の水準数及び試験室数を揃える．バリデートしようとする分析法で，考えられる可能な限りの分析の変動要因について検討する．

各レベルの精度の分散，標準偏差，相対標準偏差，分散の90％信頼区間及びこれに対応する標準偏差の区間を示す．分析法に要求される精度の基準の値に照らし合わせ，分析法を採用してもよいことを示す．通例，室間(内)再現精度の値から分析法の採否を決定する．

2.3.　特異性(Specificity)

2.3.1.　定義

特異性とは，試料中に共存すると考えられる物質の存在下で，分析対象物を正確に測定する能力のことで，分析法の識別能力を表す．個々の分析法が特異性に欠ける場合には，別の試験法によりこれを補うこともできる．

2.3.2.　評価方法

分析法を適用する試験法の目的に応じて，分析法が確実に分析対象物を確認できること，又は分析対象物の量又は濃度を正確に測定できることを確認する．特異性は，例えば，分析対象物のみを含む試料，製剤の配合成分，類縁物質若しくは分解産物を含む検体に分析対象物を添加した試料及び分析対象物は含まず，製剤の配合成分，類縁物質若しくは分解産物のみを含む試料などの分析結果を比較することにより評価できる．不純物の標準品が得られない場合には，不純物を含有すると考えられる試料，例えば，経時変化した試料などを用いることもできる．

2.4.　検出限界(Detection limit)

2.4.1.　定義

検出限界とは，試料に含まれる分析対象物の検出可能な最低の量又は濃度のことである．検出限界では定量できるとは限らない．

2.4.2.　評価方法

通例，検出限界における消費者及び生産者の危険率が5％以下となるように検出限界を定める．検出限界は，ブランク試料又は検出限界付近の分析対象物を含む試料の測定値の標準偏差及び検出限界付近の検量線の傾きから算出される．例えば，検出限界は，測定値が正規分布し連続な場合には，検出限界付近の検量線の傾き及びブランク試料の測定値の標準偏差から，次式により求めることができる．

$$DL = 3.3\sigma / slope$$

DL：検出限界
σ：ブランク試料の測定値の標準偏差
$slope$：検出限界付近の検量線の傾き

クロマトグラフィーの場合には，測定値の標準偏差の代わりにノイズ・レベルを用いることができる．

分析法の検出限界が試験の規格値よりも小さいことを確認する．

2.5.　定量限界(Quantitation limit)

2.5.1.　定義

定量限界とは，試料に含まれる分析対象物の定量が可能な最低の量又は濃度のことである．定量限界の分析対象物を含む試料の測定値の精度は，通例，相対標準偏差で表して10％である．

2.5.2.　評価方法

定量限界は，ブランク試料又は定量限界付近の分析対象物を含む試料の測定値の標準偏差及び定量限界付近の検量線の傾きから算出される．例えば，定量限界は，測定値が正規分布し連続な場合には，定量限界付近の検量線の傾き及びブランク試料の測定値の標準偏差から，次式により求めることができる．

$$QL = 10\sigma / slope$$

QL：定量限界
σ：ブランク試料の測定値の標準偏差
$slope$：定量限界付近の検量線の傾き

クロマトグラフィーの場合には，測定値の標準偏差の代わりにノイズ・レベルを用いることができる．

分析法の定量限界が試験の規格値よりも小さいことを確認する．

2.6.　直線性(Linearity)

2.6.1.　定義

直線性とは，分析対象物の量又は濃度に対して直線関係にある測定値を与える分析法の能力のことである．このとき，必要があれば，分析対象物の量，濃度又は測定値を正確に定義された数式により変換した値を用いてもよい．

2.6.2.　評価方法

量(濃度)が異なる分析対象物を含有する試料を用意し，分析法に述べられている手順に従って各試料を繰り返し分析し，測定値を得る．回帰式及び相関係数から直線性を評価する．必要

ならば，測定値の回帰式からの残差を分析対象物の量又は濃度に対してプロットし，特定の傾向が観察されないことを確認する．通例，5種類の量(濃度)が異なる試料を用いる．

2.7. 範囲(Range)

2.7.1. 定義

分析法バリデーションにおける範囲とは，適切な精度及び真度を与える，分析対象物の下限及び上限の量又は濃度に挟まれた領域のことである．直線性のある分析法の場合には，適切な精度及び真度を与え，また，直線性が成り立つ分析対象物の下限及び上限の量又は濃度に挟まれた領域のことである．

2.7.2. 評価方法

通例，分析法バリデーションにおける範囲は，試験の規格値±20%程度でよい．範囲の上限値，下限値及び範囲の中央付近の値の試料について，精度，真度及び直線性を検討する．

3. 分析法を適用する試験法の分類

試験法は，その目的により以下に示すように大きく三つのタイプに分類することができる．各タイプの試験法に適用する分析法のバリデーションに，通例，要求される分析能パラメーターを表に示す．これは原則であり，評価が必要な分析能パラメーターは，分析法の特性や分析法を適用する試験法の目的に依存して変わる．

(ⅰ) タイプⅠ：確認試験法．医薬品中の主成分などをその特性に基づいて確認するための試験法．

(ⅱ) タイプⅡ：純度試験法．医薬品中に存在する不純物の量を測定するための試験法．

(ⅲ) タイプⅢ：医薬品中の成分の量を測定するための試験法．(成分には，安定剤及び保存剤などの添加剤なども含まれる．)溶出試験法のように，有効性を測定する試験法．

表 試験法のタイプと検討が必要な分析能パラメーター

タイプ / 分析能パラメーター	タイプⅠ	タイプⅡ 定量試験	タイプⅡ 限度試験	タイプⅢ
真度	−	＋	−	＋
精度				
併行精度	−	＋	−	＋
室内再現精度	−	−*	−	−*
室間再現精度	−	＋*	−	＋*
特異性**	＋	＋	＋	＋
検出限界	−	−	＋	−
定量限界	−	＋	−	−
直線性	−	＋	−	＋
範囲	−	＋	−	＋

− 通例評価する必要がない．
＋ 通例評価する必要がある．
* 分析法及び試験法が実施される状況に応じて，室内再現精度又は室間再現精度のうち一方の評価を行う．日本薬局方に採用される分析法のバリデーションでは，通例，後者を評価する．
** 特異性の低い分析法の場合には，関連する他の分析法により補うこともできる．

4. 分析法バリデーションで用いられる用語

(ⅰ) 頑健性(Robustness)：頑健性とは，分析条件を小さい範囲で故意に変化させるときに，測定値が影響されにくい能力のことである．反応液のpH，反応の温度，反応時間又は試薬の量などの分析条件を適当な範囲で変化させ，測定値の安定性を検討する．測定値が分析条件に対して不安定な場合には，安定な測定値が得られるように分析法に改良を加える．また，頑健性の結果は，最終的な分析法において分析条件を示す数値の有効数字又は留意事項として反映させる．

(ⅱ) 試験室：試験室とは，試験を行う部屋，施設を意味する．本分析法バリデーションでは，試験室を変えるということは，試験者，装置及び試薬ロットなどの分析条件が変化することを意味する．

(ⅲ) 試験法：試験法とは，一般試験法及び医薬品各条における試験方法，例えば，純度試験，定量法などを意味する．試験法には，試料の採取方法，規格値，分析法などが含まれる．

(ⅳ) 生産者危険：規格を満たしている製品が，試験を行うことにより，誤って不合格と判断される確率のこと．通例，αで表す．第一種の過誤ともいい，限度試験の場合には偽陽性率に相当する．

(ⅴ) 消費者危険：規格外の製品が，試験を行うことにより，誤って合格と判断される確率のこと．通例，βで表す．第二種の過誤ともいい，限度試験の場合には偽陰性率に相当する．

(ⅵ) 測定回数：分析法の手順の中に含まれる回数．分析法の精度を上げるために，分析法の中であらかじめ測定回数を2回以上に指定することがある．分析法バリデーションでは，分析法の中で定められた測定回数も含めた分析法を評価する．

分析法の精度を評価するために繰り返し分析を行うときの繰り返し数とは別のものである．

(ⅶ) 測定値：1回の分析により得られる1個の値．

(ⅷ) 分析法：本文が対象としている分析法は，試料中に存在する分析対象物の量又は濃度に依存する測定値を与える分析法及び確認試験に用いられる分析法である．本文における分析法とは，試験法の分析過程を意味する．

誘導結合プラズマ発光分光分析法

誘導結合プラズマ(ICP：Inductively Coupled Plasma)発光分光分析法は，高周波誘導結合法により得られるアルゴンプラズマ中に試料を噴霧導入し，高温の熱エネルギーにより励起された原子による発光スペクトル(原子発光スペクトル)の波長及び強度を測定して，元素の同定や定量分析を行う方法である．本法で用いられるアルゴンプラズマは，通例，励起温度6000～8000K，電子密度約10^{15}cm^{-3}の特性を有する．

原子に外部から高エネルギーを与えると，最外殻電子が軌道遷移を起こし，励起状態になる．この励起状態の原子は，基底状態に戻る際に励起によって得られたエネルギーを光として放出する．このとき発生する光は，各元素に固有の振動数ν又は波長λを持っており，hをプランクの定数，cを光速度とすれば，そのエネルギーΔEは，次式により表される．

$$\Delta E = h\nu = hc/\lambda$$

最外殻電子の軌道遷移のエネルギー準位と放出エネルギーの組合せは，多数あることから，通常，一つの元素からの発光線の数も強弱合わせると数多くある．ただし，紫外・可視領域にあって，元素の定性・定量分析に必要な検出感度を有する発光線は，限定される．原子発光スペクトルは，各元素に固有の振動数又は波長を示すことから，分光器により分散されるこのスペクトルの波長を解析することにより，試料中に含まれる各元素を同定することができる．また，このスペクトル線の強度から，試料中の各元素の定量分析を行うことができる．

ICP発光分光分析法の特長は，以下のようにまとめられる．

（ⅰ） 多くの元素について，微量分析が可能なこと

（ⅱ） プラズマの点灯状態が安定であることから，分析精度がよいこと

（ⅲ） 検量線の直線範囲が4～5桁と広いこと

（ⅳ） 多元素同時分析が可能であること

（ⅴ） 化学的干渉による妨害がほとんどないこと

ICP発光分光分析法で最大の問題は，高温のプラズマ中で試料を原子化・励起させるため，各元素が多数の発光線を与えることになり，目的元素の分析を妨害する分光干渉(spectral interference)を生じることである．したがって，分光干渉をどのように抑制するか，又はどのように適切な補正を行うかが，正確な分析値を得る鍵となる．

本法は，原薬又は製剤中の無機性不純物又は共存元素に対する特異的な微量成分の分析法として，また生薬又は生薬関連製剤の金属残留物の分析法として優れており，アルカリ・アルカリ土類金属，重金属類だけでなく，医薬品の安全性を確保するために適切な管理が必要とされる多くの元素に対する定性・定量分析が可能である．また，多数の元素の同時分析が可能なことから，金属元素など，無機性不純物のプロファイル分析を行うことにより，原薬などの品質確保を図ることができる．

本参考情報では，誘導結合プラズマ(ICP)中に導入された金属元素などの原子発光スペクトル(AES：Atomic Emission Spectra)を分光分析の手法により検出する方法(ICP-AES)を記載した．別に，ICPはよい励起源であると共に，よいイオン源でもあることから，ICPを質量分析法(MS)のイオン源とする誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)があり，これを利用することもできる．

1.　装置

1.1.　装置構成

装置は，励起源部，試料導入部，発光部，分光部，測光部及びデータ処理部で構成される．

励起源部は，発光部に電気エネルギーを供給・制御するための高周波電源，制御回路及びガス供給部からなる．試料導入部は，試料溶液を発光部に導入する部分で，試料を霧化するネブライザー及び噴霧室(スプレーチャンバー)などから構成される．

発光部は，試料中の分析対象元素を原子化・励起・発光させるための部分で，トーチ及び高周波誘導コイルからなる．トーチは，三重管構造をしており，中心の管から試料が導入される．プラズマの生成及び試料溶液を移送するためのガスとしてアルゴンガスを用いる．発光部から放射される光の観測方式には，プラズマの側面の光を観測する横方向観測方式及びプラズマの中心の光を観測する軸方向観測方式がある．

分光部は，発光部から放射された光をスペクトル線に分離するための部分で，集光系及び回折格子などの光学素子からなる．分光器には，波長走査形分光器(モノクロメーター)と波長固定形の同時測定形分光器(ポリクロメーター)がある．なお，190nm以下の真空紫外領域のスペクトル線を測定する場合，分光器内は，真空排気を行うか，アルゴンガス又は窒素ガスにより，空気を置換する必要がある．

測光部は，入射した光をその強度に応じた電気信号に変換する部分であり，検出器及び信号処理系からなる．検出器としては，光電子増倍管又は半導体検出器が用いられる．

データ処理部は，データ処理を行い，検量線及び測定結果などを表示する．表示にはディスプレイ装置，プリンターなどが使用される．

1.2.　付属装置

1.2.1.　超音波ネブライザー

試料溶液を，超音波振動子(圧電素子)により霧化した後，加熱・冷却することで脱溶媒し，キャリヤーガスによって発光部に導入するための装置であり，これにより試料の導入効率を高めることができる．

1.2.2.　水素化物発生装置

試料溶液中のヒ素，セレン，アンチモンなどの化合物を水素化ホウ素ナトリウムなどにより揮発性の水素化物に還元後，気液の分離を行い，気体状態にある水素化物のみをキャリヤーガスにより，発光部に導入するための装置である．通常のネブライザーに比較して，試料の導入効率を高めることができる．

2.　試料の前処理

医薬品原薬などの有機物試料は，通例，乾式灰化法又は湿式分解法により有機物を灰化又は分解した後，残留物を少量の硝酸又は塩酸に溶かして試料溶液を調製する．別に生薬など難分解性試料の場合，密閉式の加圧容器中，マイクロ波分解装置を用いて分解することもできる．

なお，試料を水又は適当な溶媒に溶解させることができる場合，単に希釈又は溶解することにより，試料溶液とすることができる．ただし，この方法により正しく分析できることをあらかじめ灰化法又は分解法のいずれかを用いて検証しておく必要がある．

2.1.　希釈・溶解法

医薬品各条に規定した量の試料を採り，水又は規定の溶媒を用いて単に希釈するか，又は規定した量の水又は溶媒に溶かし，試料溶液とする．

2.2.　乾式灰化法

強熱残分試験法を準用し，医薬品各条に規定した量の試料をるつぼに採り，少量の硫酸で湿潤した後，低温で徐々に加熱して，試料を完全に炭化する．冷後，少量の硫酸で潤して徐々に加熱し，更に400～600℃で強熱して，残留物を灰化する．残分に少量の硝酸又は塩酸を加えて加熱溶解し，試料溶液とする．

別に重金属試験法第3法を準用し，硫酸で試料を湿潤することなく，単に強熱して灰化することもできる．この場合，開放系での加熱分解・灰化であるため，水銀など低沸点元素の揮散に注意する必要がある．

2.3.　湿式分解法

医薬品各条に規定した量の試料をビーカー又はフラスコに採り，硝酸又は硫酸若しくはこれらの混液を加え，加熱分解する．必要ならば，酸化補助剤として過酸化水素などを用いることができる．残分に少量の硝酸又は塩酸を加えて加熱溶解し，試料溶液とする．

湿式分解は，開放系又は密閉系のいずれでも行うことができる．密閉系であれば，例えば，ステンレス製外筒付きのポリテトラフルオロエチレン製耐圧分解容器を用い，高温高圧下での加熱分解とすることもできる．ただし，密閉系での加熱分解法を用いる場合，爆発や液漏れなどに十分注意する必要がある．

2.4.　マイクロ波分解法

医薬品各条に規定した量の試料を密閉式の加圧容器に採り，通例，適当量の硝酸を添加後，マイクロ波分解装置を用いて加熱分解する方法である．高温高圧下での分解操作となるため，

試料及び酸の量を考慮して，加圧容器内の温度及び圧力を適切に制御することが望ましい．

前処理法は，試料及び分析対象元素の特性に応じて適宜，選択するものとするが，開放系で灰化又は分解処理を行う場合，目的元素の揮散による損失，操作環境などからの汚染に特に注意する必要がある．また，分解又は灰化後の残留物を加熱溶解して試料溶液を調製する場合，必要があれば，孔径1μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．

3. 操作法

3.1. 分光器の性能評価

3.1.1. 波長校正

波長校正は，各装置に特有な方法があることから，それぞれに指示された方法・手順に従って，適切に実施する必要がある．例えば，複数の元素を含む標準溶液を用いる方法，水銀ランプの輝線を用いる方法，アルゴンの発光線を用いる方法などがある．

3.1.2. 波長分解能

波長分解能は，通例，特定元素の分析線スペクトルの半値幅が一定値(nm)以下として規定される．低波長側から高波長側まで，通例，ヒ素As(193.696nm),マンガンMn(257.610nm)，銅Cu(324.754nm)及びバリウムBa(455.403nm)の発光線が選択される．各発光線について，どのような半値幅を規定するかは，装置及び分光器の特性により異なるので，それぞれの特性に応じて適切な半値幅を規定しておく必要がある．

ただし，半導体検出器を用いた同時測定形装置においては，これを必要事項とはしない．

3.2. 試料溶液及び標準溶液の調製

医薬品原薬，製剤又は生薬などは，「2.試料の前処理」に記載のいずれかの方法を用いて前処理し，それぞれの試料溶液を調製する．通例，試料溶液は希釈硝酸溶液とするが，塩酸を用いることもできる．

標準溶液は，日本薬局方又は日本工業規格(JIS)で規定する標準液がある場合，それらの一定量をとり，ICP分析用水等を用いて規定された濃度に希釈し，調製する．日本薬局方又はJISで規定する標準液がない場合，公的機関又は学術団体などにより濃度の確認された標準物質をその適用範囲内で使用する．分析対象元素についての標準液が入手できない場合には，分析対象の一元素又は複数元素の検量線用標準溶液として，純度99.99%以上の金属又は対象元素を含む化合物を溶解して調製する．複数元素を含む標準溶液を調製する場合，沈殿を生じないような試液及び元素の組合せを選択することのほか，分析対象元素の分析線に対して，分光干渉が生じないような組合せとする必要がある．

3.3. 操作条件の最適化

操作条件は，通例，次による．

装置は，15～30分の暖機運転により，プラズマを安定させた後，操作条件の最適化を図る．高周波出力は0.8～1.4kW，アルゴンガスの流量は，冷却ガス10～18L/分，補助ガス0～2L/分，キャリヤーガス0.5～2L/分とする．プラズマの測定位置は，横方向観測方式の場合，誘導コイルの上端より10～25mmの範囲であり，溶液の吸い上げ量は0.5～2mL/分とする．一方，軸方向観測装置の場合は，測定される発光強度の最大値が得られるように光軸の調整を行う．また，積分時間は，測定される発光強度の安定性を考慮し，1～数十秒の範囲内で設定する．

分析対象元素の分析線として，表1に各元素の代表的な発光線を示す．ただし，分析対象元素の濃度が高すぎる場合，試料溶液を希釈するか，又は想定される元素濃度を考慮して適切な分析線を選択する．また，共存成分による各種の分光干渉がある場合，干渉のない別の分析線を選定する．

本試験を医薬品各条で規定する場合，分析線(nm)，高周波出力(kW)，アルゴンガス流量(L/分)など，必要な試験条件を記載するものとするが，分析線を除くすべての試験条件は参考値であり，それぞれの装置及び観測方式などにより，それらの最適化を図る必要がある．

表1 各種元素の代表的な発光線(nm)

Al	396.153	Fe	259.940	Os	225.585	Sn	189.980
As	193.759	Hg	184.950	Pb	220.351	Sr	407.771
B	249.773	In	230.606	Pd	340.458	Tl	276.787
Ba	455.404	Ir	224.268	Pt	214.423	V	309.311
Be	313.042	Li	670.784	Rb	780.023	W	207.911
Cd	214.438	Mg	279.553	Rh	233.477	Zn	213.856
Co	228.616	Mn	257.610	Ru	240.272		
Cr	205.552	Mo	202.030	Sb	206.833		
Cu	324.754	Ni	221.647	Se	196.090		

3.4. 水及び試薬類

本試験に用いる水及び試薬類は，次による．

(ⅰ) 水は，次に規定するICP分析用水を用いる．

ICP分析用水：導電率1μS･cm^{-1}(25℃)以下の水とする．なお，その水に含まれる不純物が分析対象元素に干渉しないことを確認しておく必要がある．

(ⅱ) 試薬類は，試験を妨害する物質又は元素を含まないなど，適切な品質のものを用いる．

(ⅲ) アルゴンガスは，次に規定するものを用いる．

アルゴンガス：JIS K 1105に規定する純度99.99vol%以上のもの．液化アルゴン又は圧縮アルゴンのいずれを用いてもよい．

3.5. 操作手順

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後，装置本体及び周辺機器の電源スイッチを入れる．アルゴンガスを所定の流量に設定した後，高周波電源を入れ，プラズマを点灯する．安定したプラズマ状態が得られていることを確認した後，医薬品各条に規定された方法で調製した試料溶液及び標準溶液などを導入し，定められた分析線における発光強度を測定する．また，確認又は同定のための定性的な試験を行う場合，分析対象元素について，定められた複数の分析線が含まれる波長範囲で発光スペクトルを測定する必要がある．

なお，真空形分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には，発光部と分光部の間の光軸をアルゴンガス又は窒素ガスにより十分に置換しておく．

4. システム適合性

本法を用いて金属元素などの限度試験又は定量試験を行うとき，あらかじめ次に規定するシステム適合性試験を行って，装置の稼働性能が適切であることを確認しておく必要がある．ただし，定量試験においては，「4.1.検出の確認及び直線性の評価」は不要である．

4.1. 検出の確認及び直線性の評価

金属元素などの限度試験において，試料の前処理法が規定さ

れるとき，分析対象元素の規格限度値が，試料溶液中でどのような濃度(μg/mL)に相当するか，推定することができる．試料溶液中における分析対象元素の10～20倍を標準溶液の濃度とし，3.2.に基づき分析対象元素の標準溶液を調製する．次に，標準溶液の1／10濃度の希釈溶液を調製し，これをシステム適合性試験用溶液とする．

分析対象元素の標準溶液及びシステム適合性試験用溶液につき，各装置により最適化された試験条件の下で，ICP発光スペクトルを測定し，以下のことを確認する．システム適合性試験用溶液につき，定められた波長位置に分析対象元素のスペクトルが明確に観察され，その発光強度は，標準溶液の発光強度に希釈率を乗じて計算される理論発光強度に対して一定範囲内(例えば，80～120%)にあることを確認する．

4.2.　システムの再現性

4.1.で規定される分析対象元素の標準溶液につき，各装置により最適化された試験条件の下で，試験を6回繰り返すとき，分析対象元素の発光強度の相対標準偏差は一定値以下(例えば，3.0%以下)であることを確認する．

ただし，定量試験においては，医薬品各条において規定される検量線用標準溶液の一つを適宜，選択して本試験を行うものとする．

5.　干渉とその抑制又は補正

ICP発光分光分析法における干渉とは，測定に際して，共存成分又はマトリックスが測定結果に影響を与えることの総称であり，その要因としては，以下のようなことが想定される．種々の干渉を大別すると，物理干渉及びイオン化干渉などの非分光干渉と分光干渉があるが，適切な抑制法又は補正法の適用により，その影響を排除又は軽減することができる．

5.1.　物理干渉

試料溶液と検量線用標準溶液の粘性，密度，表面張力などの物理的性状が異なる場合，発光部への試料の噴霧効率に差異が生じることから，測定結果がその影響を受けることを物理干渉という．この種の干渉の影響を排除又は軽減するためには，干渉の生じない程度まで試料溶液を希釈すること，試料溶液と検量線用標準溶液の液性とをできるだけ一致させること(マトリックスマッチング法)のほか，定量法として内標準法(強度比法)又は標準添加法の適用もその有力な補正法となる．

5.2.　イオン化干渉

イオン化干渉は，試料溶液中に高濃度の共存元素が存在する場合，それらの元素のイオン化により発生する電子により，プラズマ内の電子密度が増加し，イオン化率が変化することによる影響を指す．イオン化干渉に対する抑制法又は補正法は，基本的には5.1.物理干渉の場合と同様である．別に，光の観測方式，観測高さ，高周波出力及びキャリヤーガス流量などの選択及び調節により，イオン化干渉の少ない測定条件を確保することができる．

5.3.　分光干渉

分光干渉は，分析対象元素の分析線に種々の発光線や連続スペクトルが重なり，分析結果に影響を及ぼすことを指す．分光干渉の原因とその補正につき，以下に示す．

5.3.1.　他の元素の発光線による干渉とその補正

この干渉は，試料溶液中に含まれる共存元素の発光線が分析対象元素の分析線に近接する波長を持つ場合に生じる．干渉の度合いは，分光器の分解能，二つの発光線の波長差及び強度比によって決まる．この干渉を回避するためには，分光干渉を受けない別の分析線を選択する必要があるが，適当な分析線が得られない場合，分光干渉補正を行う必要がある．

元素間干渉補正は，分光干渉補正の一方法である．あらかじめ既知濃度の二元素系又は多元素系の標準試料を用いて，分析線に及ぼす共存元素の影響を発光強度又は濃度の関数として測定しておけば，分析対象元素を測定するとき，共存元素を同時に測定することにより，分析線の発光強度又は濃度に対するその影響を推定することができる．別にマトリックスマッチング法又は分析対象元素の分析線に重なる共存元素のスペクトルを数学的にスペクトル分離する方法などがある．

5.3.2.　バックグラウンドの増加による干渉とその補正

試料中に高濃度で含まれる元素の発光線によりバックグラウンドが増加し，分析対象元素の分析線の発光強度に影響を与える干渉をいう．この場合，次のような補正を行うことで，この影響を除去することができる．この補正法は，分析線の前後の波長位置におけるバックグラウンドの挙動から，分析線の波長位置でのバックグラウンドの大きさを推定し，これを差し引くことで分析対象元素による真の発光強度を求めようとする方法である．

なお，有機物試料の前処理が不十分な場合，試料溶液中のN，O，H，Cに起因する分子バンドスペクトル(NO，OH，NH，CHなど)が分析対象元素の分析線に近接し，干渉することがある．この場合，光の観測方式，観測高さ，高周波出力及びキャリヤーガスの流量などの選択及び調節により，干渉の少ない測定条件を確保することができる．

6.　定性及び定量分析

6.1.　定性分析

6.1.1.　金属元素など，無機性不純物の確認又は同定

日本薬局方における原薬の確認試験においては，通例，スペクトル分析などにより，その特性を全体的に捉えて確認する手法が用いられる．別に分子中にC，H，O以外の元素，例えば，N，S，P，ハロゲン元素及び金属などの特異元素が含まれることが多いが，これらの存在がスペクトル分析などで確認できない場合，化学反応を利用して，個別にそれらの元素の含有を確認することとされている．本法は，窒素(N)を除くこれら特異元素の確認又は同定法の一つとして用いることができる．

試料溶液中に含まれる，これら特異元素由来の複数の発光線の波長及び相対的な発光強度が，標準溶液中に含まれるこれら特異元素の発光線の波長及び相対的な発光強度に一致するとき，これら特異元素の含有を確認することができる．なお，標準溶液に替えて，各装置に付属のライブラリー又は学術団体などにより提供される原子発光スペクトルの波長表などを利用することもできる．

6.1.2.　プロファイル分析

試料中に不純物として混在が想定される金属触媒，無機元素及び安全性の観点より常時監視しておく必要のあるヒ素，鉛などの分析対象元素を定め，原薬の製造管理の一環として，これら分析対象となる無機性不純物のプロファイル分析を行うことができる．

各元素の分析線は，表1を参考に選択するものとするが，分光干渉などにより支障がある場合，各元素に固有な他の適当な発光線を用いることもできる．各元素標準溶液は，別途定められる各元素の許容限度値を考慮して，適切な濃度に調製するこ

ととする．ただし，複数元素標準溶液を調製する場合，共沈などが生じないことを，あらかじめ確認しておく必要がある．

分析対象元素の確認は，6.1.1.に従って行うこととし，別に，各元素の分析線における試料溶液及び標準溶液の発光強度の比より(1点検量法)，試料中の各元素の混在量を推定することができる．

6.2. 定量分析

試料中の無機性不純物の定量的評価は，一定時間の積分によって得られた発光強度から，通例，次のいずれかの方法により行う．

6.2.1. 検量線法

分析対象元素について，4種類以上の異なる濃度の検量線用標準溶液を調製する．この検量線用標準溶液を用い，分析線における発光強度と濃度との関係を作図し，検量線とする．この検量線を用いて発光強度に対応する試料溶液中の分析対象元素の濃度を求める．

6.2.2. 内標準法

一定濃度の内標準元素を含み，分析対象元素について，4種類以上の異なる濃度の検量線用標準溶液を調製する．内標準元素としては，通例，イットリウム(Y)が用いられる．この検量線用標準溶液を用い，内標準元素に対する分析対象元素の発光強度比と濃度との関係を作図し，検量線とする．試料溶液の調製に際しても，検量線用標準溶液中の濃度と同一となるように内標準元素を添加する．この検量線を用いて，内標準元素に対する分析対象元素の発光強度比に対応する試料溶液中の分析対象元素の濃度を求める．

なお，本法の適用にあたっては，添加する内標準元素が試料中に含まれないことを確認しておく必要がある．また，内標準元素としては，測定条件や溶液の液性などによる発光強度の変化が，分析対象元素と類似していること，及び分析線に対して分光干渉を生じない発光線を選択する必要がある．

6.2.3. 標準添加法

同量の試料溶液を4個以上とり，分析対象元素を添加しないもの，及び分析対象元素を3種類以上の異なる濃度で添加し，検量線用標準溶液を調製する．この検量線用標準溶液を用い，分析線における発光強度と濃度との関係を作図し，得られる回帰直線の横軸(濃度)切片より，試料溶液中の分析対象元素の濃度を求める．

ただし，この方法は，分光干渉がないか，又はバックグラウンド及び分光干渉が正しく補正され，かつ発光強度と濃度の関係が良好な直線性を保つ場合にのみ適用できる．

参考資料

1) 日本工業規格，発光分光分析通則JIS K 0116(2003)，日本規格協会

2) US Pharmacopeia 31(2008)，〈730〉 PLASMA SPECTROCHEMISTRY

3) European Pharmacopeia 6.0 (2008)，2.2.57 INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY

4) 日本分析化学会編，分析化学データブック，pp.88-90(2004)，丸善

5) European Medicines Agency：*Guideline on the specification limits for residues of metal catalysts or metal reagents* (2008)

G2. 物性関連

固体又は粉体の密度

集合体としての固体又は粉体の密度は，粒子間及び粒子内部に存在する微細な空隙部分の体積の評価方法により，異なる定義がなされ，それぞれ異なる数値が与えられ，かつ実用上の意味も異なる．通常，固体又は粉体の密度は三つのレベルで定義される．

(1) 結晶密度　空隙のない均一系とみなされ，真密度とも称される．

(2) 粒子密度　開口部のない空隙，又は気体により置換されない粒子内細孔も固体又は粉体の体積として評価される．

(3) かさ密度　粉体層内に形成される空隙部分も固体又は粉体の体積として評価されることから，みかけ密度とも称される．通常，疎充てん時の粉体の密度をかさ密度，タップ充てん時の密度をタップ密度と定義される．

一般に，液体や気体の密度は温度と圧力のみに依存するが，固体又は粉体の密度は分子又は粒子の集合状態に依存する．したがって，固体又は粉体の密度は，当該物質の結晶構造，結晶化度によって変化することはもちろんであるが，試料が非晶質であるか，その一部が非晶質である場合，試料の調製法又は処理法によって変化する．したがって，二つの固体又は粉体が化学的には同一物質であっても，それらの固体構造が違えば，異なる密度を与える．固体又は粉体粒子の密度は，粉末状医薬品及び医薬品原料の重要な物理的特性であることから，日本薬局方では，粒子密度は「粉体の粒子密度測定法」，かさ密度は「かさ密度及びタップ密度測定法」として，それぞれの密度測定法を規定している．

固体又は粉体の密度は，単位体積当たりの質量(kg/m^3)であり，通例，g/cm^3で表す($1g/cm^3 = 1000kg/m^3$)．

結晶密度(Crystal Density)

ある物質の結晶密度とは，分子の充てん配列(molecular packing arrangement)の基本部分(fundamental part)に属さない，すべての空隙を除いた単位体積当たりの平均質量である．これはその物質の特定の結晶構造に固有な特性であり，測定法に依存しない．結晶密度は，計算又は簡単な測定によって求めることができる．

A. 計算による結晶密度は，以下の方法によって求められる．

1) 例えば，単結晶のX線回折データ又は粉末X線回折データの指標化によって得られる結晶学的データ(体積と単位格子の組成)

2) 当該物質の分子量

B. 測定による結晶密度は，単結晶の質量と体積の測定により，その比(質量／体積)として与えられる．

粒子密度(Particle Density)

粒子密度は，結晶密度に加えて粒子内の空隙(粒子内部の閉じた空隙，及び開孔部はあるが気体が浸入できない空隙)も粒子体積の一部と評価して求められる密度である．すなわち，粒子密度は測定された体積に依存するが，体積の評価は測定法に依存する．粒子密度の測定は，気体置換型ピクノメーター法によるか又は水銀圧入法によるが，日本薬局方では「粉体の粒子密度測定法」として，ピクノメーター法を規定している．

A. ピクノメーター法による密度は，気体置換型ピクノメーターを用いて，質量既知の粉体の体積を置換された気体の体積に等しいものと評価することにより求める．ピクノメーター法による密度の測定においては，気体の浸入が可能な開孔部のある空隙は粉体の体積とみなされないが，気体が浸入できない密閉状態にある空隙は粉体の体積の一部とみなされる．ヘリウムは拡散性が高く，開孔部のあるほとんどの空隙に浸入できるため，粒子密度測定用気体として推奨される．したがって，細かく粉砕された粉体のピクノメーター法による粒子密度は，一般には結晶密度とあまり違わない．このため，この方法による粒子密度は，非晶質又は部分的に結晶性である試料の真密度の最良の推定値とみなされ，製造工程中にある医薬品粉末の製造管理に広く役立てることができる．

B. 水銀圧入法による粒子密度は，顆粒密度とも呼ばれる．この方法を用いて測定される体積も，密閉状態にある空隙は固体又は粉体の体積の一部とみなされるが，ある限界的な大きさ以上の開孔部のある空隙は固体又は粉体の体積には含まれない．この限界空隙径(pore size limit)，すなわち最小浸入径(minimal access diameter)は，測定中に加えられた水銀の最大浸入圧に依存し，通常の操作圧力下では，水銀はヘリウムならば浸入できる非常に微細な空隙には浸入し得ない．この方法を用いる場合，適用する水銀浸入圧を変えることで，それぞれの浸入圧における限界空隙径に対応した密度が測定できるので，一つの試料から種々の顆粒密度が得られることになる．

かさ密度及びタップ密度(Bulk Density and Tapped Density)

粉体のかさ密度は，粒子間の空隙も粉体体積の一部と評価して求められる．したがって，かさ密度は粉体の粒子密度と粉体層中での粒子の空間配列に依存する．また，粉体のかさ密度は粉体層のわずかな揺動によっても，その空間配列が変化するため，再現性よくかさ密度を測定することは極めて難しい．したがって，かさ密度の測定値を示す場合，どのようにして測定したか，その測定条件を明記することが重要である．

日本薬局方では「かさ密度及びタップ密度測定法」を規定している．

A. かさ密度は，ふるいを通してメスシリンダー中へ注入した質量既知の粉体の体積(かさ体積)を測定することにより求められる(定質量法)．別に日本薬局方では，一定容量(かさ体積)の粉体の質量を測定することにより，かさ密度を求める方法(定容量法)も規定している．

B. タップ密度は，粉体試料を入れた測定用メスシリンダーを機械的にタップすることにより求められる．初期のかさ体積を測定した後，メスシリンダーを一定の測定条件(タップ速度及び落下高さ)の下で機械的にタップし，連続する二つの測定間での体積変化が許容範囲内となるまで測定を繰り返す(定質量法)．別に日本薬局方では，タップ充てんされた一定容量(かさ体積)の粉体の質量を測定することにより，タップ密度を求める方法(定容量法)も規定している．

粉体の細かさの表示法

本表示法は，三局薬局方での調和合意に基づき規定した表示法である．

粉体の細かさの表示法について規定する．ふるい分け法は粒子の大多数が75μmより大きい場合に適しているが，より小さな粒子を含む試料であってもふるい分け法が検証されている場合には用いることができる．レーザー回折法も一般的に用いられる測定法であり，広い粒子径範囲に適用可能である．積算分布は分析用ふるい又は他の方法により測定され，粒子径については次のように表示される．

x_{90}：積算ふるい下分布90%に相当する粒子径
x_{50}：メジアン径(50%の粒子がこの値より小さく，50%の粒子がこの値より大きい．)
x_{10}：積算ふるい下分布10%に相当する粒子径

d も粒子径を表すのに用いられ，d_{90}，d_{50}，d_{10}を使用することもできる．

下付き添字rが粒度分布の基準を表すとして，積算ふるい下分布を基に$Q_r(x)$を定義する．

$Q_r(x)$：粒子径x以下の大きさを持つ粒子の積算分布割合

r	粒度分布の基準
0	個数
1	長さ
2	面積
3	体積

そこで，定義より：$x=x_{90}$なら$Q_r(x)=0.90$
$x=x_{50}$なら$Q_r(x)=0.50$
$x=x_{10}$なら$Q_r(x)=0.10$となる．

次表の用語を用いることにより粉体の細かさを定性的に分類することもできる．

細かさによる粉体の分類

用語	x_{50}(μm)	体積基準積算分布割合$Q_3(x)$
粗い	＞355	$Q_3(355)<0.50$
やや細かい	180～355	$Q_3(180)<0.50$，$Q_3(355)\geqq 0.50$
細かい	125～180	$Q_3(125)<0.50$，$Q_3(180)\geqq 0.50$
極めて細かい	≦125	$Q_3(125)\geqq 0.50$

粉体の流動性

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

製薬工業における粉体の広範囲な利用によって，粉体の流動性を評価するための種々の方法が考案されてきた．製剤に関する文献中には，粉体の流動性に関する種々の測定値を製造特性と関係づけようとする多数の論文が出されている．このような種々の試験法が開発されているのは当然である．なぜならば，粉体の挙動は多面的であるので，これが粉体の流動性を評価しようとする努力を面倒にしているからである．本項では，文献中で最も多く報告されている粉体の流動性の評価法について概説する．医薬品粉体の流動性を適切に評価できる単純で簡便な測定法はないが，本項では製剤開発の過程で有用であると思わ

れるいくつかの試験法の標準化について述べる．

粉体の流動性を評価するために，一般には四つの測定法又は試験法，すなわち，「1.安息角測定法」，「2.圧縮度又はHausner比測定法」，「3.オリフィスからの流出速度測定法」，及び「4.せん断セル法」が汎用されている．また，これらの基本的測定法の各々について多数の変法が用いられているので，これらの試験法や変法の標準化が可能であれば好都合である．

この目標を意識しながら，以下に最もよく用いられている方法について述べる．実験的に考慮すべき重要な事項は同じであるので，測定法の標準化を推奨する．一般に，いかなる粉体の流動性測定法であっても，実用的かつ有用であり，更に再現性があって感度が良く，意味のある結果が得られなければならない．しかしながら，ある一つの簡便な流動性測定法が広範囲な流動性を適切に又は完全に評価できるというものではない．製剤研究者や技術者の必要性に応じて，種々の見地から粉体の流動性を評価するために，多数の標準化された試験法をうまく利用することが適切な評価につながる．

1. 安息角測定法

安息角は，粉体の流動性を評価するためにいくつかの科学分野で用いられてきている．安息角は，粒子間摩擦，又は粒子間の運動に対する抵抗性に関係する特性値である．安息角の試験結果は，測定法に大きく依存する．本測定法では円錐形成時の試料の分離・偏析や，粉体の圧密又はエアレーションのために，実験上に困難を生じる．これらの難点があるにもかかわらず，本測定法は製薬工業において利用され続けており，製造面での諸問題を予測する際の価値を示す多数の例が文献中に見られる．

安息角は，次項で述べる方法のいかんにかかわらず，形成される堆積体が円錐状であると仮定した際の水平面に対する三次元的角度である．

1.1. 基本的測定法

多数の安息角測定法が提案されているが，静的安息角を測定するための最も一般的な方法は，二つの重要な実験的変数の扱いにより次のように分類される．

(ｉ) 粉体を流下させる漏斗の高さを基底板に対して固定しておくか，又は堆積体が形成されるにつれて漏斗の高さを変える．

(ⅱ) 堆積体が形成される基底板の直径を一定とする(すなわち，堆積体の直径は既知である)か，又は堆積体の形成に応じて基底板の直径を変える．

1.2. 基本的測定法の変法

前項の基本的測定法に加えて，以下のような変法が用いられている．

(ｉ) 排出安息角：一定の直径を持つ円板上にある過剰量の試料を容器から排出させることによって測定する．円板上に形成された円錐から，排出安息角を測定する．

(ⅱ) 動的安息角：片面が透明で平らな面を持つ円筒内に粉体を入れ，これを一定速度で回転させる．動的安息角は円筒内で流動している粉体層の斜面が水平面との間で形成する角度として測定される．内部運動摩擦角は粉体の最上層を流下する粒子と粗い表面仕上げとされている円筒と一緒に回転している粒子を分離している面によって定義される．

1.3. 安息角に関する流動性の一般的尺度

安息角を用いて粉体の流動性を定性的に説明する際に多少の違いはあるが，Carr[1)]による分類(表1)は有用である．処方設計において40～50°の安息角を持つ試料であっても良好な結果が得られることもあるが，安息角が50°を超えると，製造に適さないことが多い．

表1 流動特性と対応する安息角[1)]

流動性の程度	架橋防止対策	安息角(°)
極めて良好		25～30
良好		31～35
やや良好	不要	36～40
普通	限界点架橋あり	41～45
やや不良	攪拌や振とうが必要	46～55
不良		56～65
極めて不良		＞66

1.4. 測定に関して留意すべき点

安息角は個々の粉体に固有な物性値ではない．すなわち，粉体の円錐を形成させるために用いた方法に大きく依存する．この点に関して，次のような重要な点が挙げられている．

(ｉ) 上方から落下してくる粉体の衝撃によって円錐の頂点がゆがむ．円錐を注意深く形成させることによって，衝撃によるゆがみは軽減される．

(ⅱ) 円錐が形成される円板の性質が安息角に影響する．粉体層の上に円錐を形成させることができる“共通の基底部”を用いて円錐を形成させるのがよい．これは，円錐を形成させる粉体層を保持するための外縁部を用いることによって可能となる．

1.5. 推奨される測定手順

粉体層を保持するための保持縁を持つ，固定された円板上に安息角を形成させる．円板は振動しないようにする．対称性のある円錐を注意深く形成させるために，円錐の高さに応じて漏斗の高さを変えるのが良い．この場合，漏斗が動くので，振動しないように注意する．円錐の先端部に落下する粉体の衝撃を最小限にするために，漏斗脚部下端の高さは堆積体の頂点から約2～4cmの位置に保つ．対称性のある円錐を首尾よく又は再現性よく形成させることができない場合には，本法は適切ではない．円錐の高さを測定することによって，次式から安息角αを求める．

$$\tan\alpha = \text{高さ} / (0.5 \times \text{円板の直径})$$

2. 圧縮度及びHausner比測定法

最近，圧縮度(Compressibility Index)とこれに密接に関係するHausner比の測定法が，粉体の流動特性を予測するための簡便で，迅速かつ一般的な方法となってきている．粉体のかさ密度，粒子径や粒子形状，表面積，含水率，付着性のすべてが，測定した圧縮度に影響するので，圧縮度はこれらの粉体物性の総合的な尺度とされてきた．圧縮度及びHausner比は，粉体のかさ体積とタップ後のかさ体積を測定することによって求められる．

2.1. 基本的測定法

圧縮度とHausner比の測定法にはいくつかの方法があるが，基本的な手順は，粉体の(1)疎充てん時のかさ体積V_0及び(2)これ以上のかさ体積変化が生じなくなるまで試料をタップした後の最終かさ体積V_fを測定することである．圧縮度(%)とHausner比は，次式によって求められる．

$$\text{圧縮度} = (V_0 - V_f) / V_0 \times 100$$

$$\text{Hausner比} = V_0 / V_f$$

圧縮度(%)とHausner比は，疎充てん時のかさ密度(ρ_{bulk})と

タップ密度(ρ_{tapped})の測定値を用いて，次式により求めることもできる．

圧縮度＝(ρ_{tapped}－ρ_{bulk})／ρ_{tapped}×100
Hausner比＝ρ_{tapped}／ρ_{bulk}

これらの変法として，タップ中に生じるかさ体積変化に代わって，圧密率が測定されることもある．圧縮度(%)とHausner比を用いて，表2に示された流動性の尺度が一般的に認められている．

表2　流動性の尺度[1)]

圧縮度(%)	流動性の程度	Hausner 比
≦10	極めて良好	1.00～1.11
11～15	良好	1.12～1.18
16～20	やや良好	1.19～1.25
21～25	普通	1.26～1.34
26～31	やや不良	1.35～1.45
32～37	不良	1.46～1.59
＞38	極めて不良	＞1.60

2.2.　測定に関して留意すべき点

圧縮度とHausner比は個々の粉体に固有な特性値ではない．すなわち，これらは用いた測定法に依存する．(1)疎充てん時のかさ体積V_0，(2)最終かさ体積V_f，(3)疎充てん時のかさ密度ρ_{bulk}，及び(4)タップ密度ρ_{tapped}の測定に影響する，次のようないくつかの重要な点が指摘されている．

(ⅰ)　用いたメスシリンダーの直径
(ⅱ)　タップ密度を得るための粉体のタップ回数
(ⅲ)　試験に用いた粉体の質量
(ⅳ)　タップ中のメスシリンダー内における粉体試料の回転

2.3.　推奨される測定手順

100gの試料を用いて250mLのメスシリンダーによって行う．これより少量であってもよいが，用いた試料量及びメスシリンダーの容積を結果と共に記載しておく．3回の測定値の平均を用いることが望ましい．

3.　オリフィスからの流出速度測定法

粉体の流出速度は多くの因子に依存するが，そのうちのいくつかは粒子自体の特性に関係しており，また他のいくつかは測定法に関係する．オリフィスからの粉体の流出速度は，粉体の流動性のより有効な尺度であるとされてきた．ここで特に重要なことは，自由流動性のある試料であっても脈動型の流動パターンが観察されるので，流出を連続的にモニターすることが有用であるということである．また，容器が空になる際も流出速度の変化が見られる．これまでにオリフィス径，粒子径及び粒子密度に対する流出速度に関係するいくつかの実験式が提案されているが，オリフィスからの流出速度の測定は，自由流動性のある粉体に関してのみ有用である．

オリフィスからの流出速度は，一般には多種類の容器(円筒状容器，ファネル，ホッパー)のいずれにおいても，これらから流出する試料の単位時間当たりの質量として測定される．流出速度の測定は間けつ的又は連続的に行うことができる．

3.1.　基本的測定法

オリフィスからの流出速度を測定する際に最も共通する問題点は，三つの重要な実験的変数に基づいて次のように分類できる．

（1）　粉体を入れた容器の種類　一般的な容器は円筒状容器，ファネル又はホッパーである．

（2）　用いたオリフィスの大きさと形状　オリフィス径とその形状は，粉体の流出速度を測定する際の重要な因子である．

（3）　流出速度の測定法　流出速度は，ある種の記録装置が付属した電子天秤を用いて連続的に測定することができる．また，流出速度は，不連続な試料についても個別的に測定することができる(例えば，100gの粉体がオリフィスを通過するのに要する0.1秒単位までの時間，又は10秒間にオリフィスを通過する0.1g単位までの粉体の質量)．

3.2.　基本的測定法の変法

質量基準又はかさ体積基準のいずれの流出速度も測定することができる．質量基準速度の方が測定しやすいが，高密度の試料では大きな測定値が得られる．錠剤機の臼中への粉体の充てんはかさ体積基準であるので，この場合にはかさ体積基準の流出速度を測定することが望ましい．容器から粉体が流出しやすくするためにバイブレーターを取り付けることもあるが，これは結果の解析を複雑にする．ロータリー式錠剤機の運転条件をより精密に再現するための振動式オリフィス装置が提案されている．粉体が流出する最小オリフィス径も確認することができる．

3.3.　オリフィスからの流出速度に関する流動性の一般的尺度

流出速度は用いた測定法に極めて大きく依存するので，一般的な尺度はない．また文献の結果を比較することも困難である．

3.4.　測定に関して留意すべき点

オリフィスからの流出速度は，個々の粉体に固有な物性値ではない．これは用いた方法に極めて大きく依存する．これらの方法に影響する，次のようないくつかの重要な点が指摘されている．

(ⅰ)　オリフィス径と形状
(ⅱ)　容器の材質(金属，ガラス，プラスチック)
(ⅲ)　容器内での粉体層の直径と高さ

3.5.　推奨される測定手順

オリフィスからの流出速度測定は，ある程度の流動性を持つ粉体のみに用いることができる．したがって，付着性粉体には用いることができない．粉体層の高さがオリフィス径より十分に大きければ，流出速度は実質的には粉体層の高さには関係しない．円筒状容器は流出にほとんど影響しないので，容器としてこれを用いる．この形状では容器の壁面に沿った粉体ではなく，粉体層内での粉体の運動による流速を測定していることになる．粉体層の高さが円筒状容器の直径の2倍未満の場合には，粉体の流出速度はしばしば増加する．オリフィスの形状は円形とし，円筒状容器は防振状態とする．円筒状容器の寸法に関する一般的な指標は次のとおりである．

(ⅰ)　オリフィス径＞粒子径の6倍
(ⅱ)　円筒状容器の直径＞オリフィス径の2倍

容器としてホッパーを用いるのは適切であり，製造に際しての流出をよく表している．また，ファネル，特に軸管を持つものについては，流出速度は軸管と粉体間の摩擦と同様に，軸管の直径と長さによって決まるので，これを用いるのは得策ではない．円錐の先端を切断したものも良いが，流出は粉体－壁面間の摩擦係数に影響されるので，適切な材質を選択することが重要である．

円筒状容器内のオリフィスについては，粉体層内での流動パターンをより確実にするために，口径を変えられるような機能

を持つ平面状の底板を用いる．流出速度は間けつ的又は連続的に測定できる．電子天秤を用いた連続測定は，瞬間的な流出速度の変動をより効果的に検出することができる．

4.　せん断セル法

より基本的な原理に基づいた粉体の流動性研究やホッパーの設計を進めようとする努力の中で，粉体の流動性をより完全かつ正確に定義した評価ができる，種々の粉体せん断試験器や方法が開発されている．せん断セル法は医薬品粉体の研究において広範囲に用いられている．本法によれば，せん断応力ーせん断ひずみの関係を表す破壊包絡線，内部摩擦角，非限界降伏力，引っ張り強度，フロー・ファクターや，その他の流動性指数のような種々の2次的パラメーターを含む広範囲なパラメーターが得られる．また，本法では実験上のパラメーターをより正確に制御することができるので，流動特性は圧密荷重，時間，その他の環境条件の関数として測定することもできる．これらの方法は，限界応力状態にあるホッパーや貯槽用容器のパラメーターを測定するのにうまく利用されている．

4.1.　基本的測定法

せん断セルの第一のタイプは，せん断セルリングの下部の固定部分と上部の可動部分との間でせん断面を形成させ，水平方向に引っ張り破断する円筒型せん断セルである．この方法では，所定の手順に従ってせん断セル内の粉体層を圧密した後，上部リングを移動させることによって粉体層をせん断するのに要する力を測定する．一方，第二のタイプである環状型せん断セルは試料量が少なくて済むなど，円筒型せん断セルを上回るいくつかの利点がある．しかし，設計上，リングの内壁面近くにある試料の方がそれより内側の部分にある試料より多くせん断されるので，粉体層が均一にせん断されないという欠点がある．第三のタイプのせん断セル(平板型)は，下部の固定した粗な面と上部の粗な可動面との間で薄いサンドイッチ状の粉体層を形成している．

いずれのせん断セル法も利点と欠点を持っているが，詳細については本項では触れない．粉体の流動性を評価する他の方法については，文献中で多くの変法が述べられている．一般にせん断セル法の大きな利点は，実験的により制御しやすいことである．しかし，本法は一般に測定に際して長時間を要し，また多量の試料と熟練が必要である．

4.2.　推奨される事項

多種類のせん断セル装置や試験法からは豊富なデータが得られ，粉体の流動性を評価するのに極めて効果的に利用することができる．これらはホッパーや貯槽用容器のような装置を設計する際にも有用である．本法では利用できる装置や実験操作は多種多様であるので，特に標準的な方法はない．せん断セル法を用いた流動性の評価の結果には，用いた装置と方法をすべて記載しておく．

文献

1)　Carr，R.L.：Evaluating flow properties of solids. *Chem. Eng.* 1965; 72：163-168.

レーザー回折法による粒子径測定法

本測定法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した測定法である．

粒子径分布測定に用いられるレーザー回折法は，粒子が単色光の光束に曝された際に生じる回折パターンの解析に基づいている．歴史的には，初期のレーザー回折装置は小角散乱のみを用いていた．しかし，本法はその後，より広い角度範囲にわたるレーザー光散乱やフラウンホーファ近似及び異常回折のほか，ミー理論の適用をも含んでいるものにまでに拡大されてきた．

本法は単一粒子による散乱と一次粒子のクラスター，すなわち，アグロメレイト(融解又は固結した粒子)又はアグリゲイト(付着性粒子の塊)による散乱を区別することはできない．ほとんどの粒子状試料はアグロメレイト又はアグリゲイトを含んでおり，また，測定者は一般に一次粒子の粒子径分布に関心があるので，クラスターは，通例，測定前に一次粒子に分散される．

非球形粒子については，本法が光学モデルにおいて球形粒子であることを仮定しているので，球相当粒子径分布が得られる．その結果，得られた粒子径分布は，ほかの物理的原理(例えば，沈降，ふるい分け)に基づく方法によって得られた分布とは異なることがある．

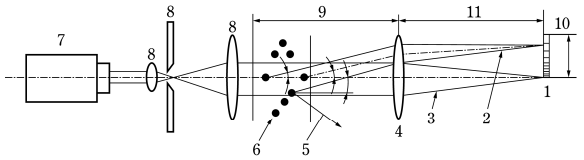
本参考情報は，角度に依存した光散乱パターンの解析による種々の分散系(例えば，粉体，スプレー，エアゾール，サスペンション，エマルション及び液中における気泡)の粒子径分布測定法について記載するものであり，特定の製品の粒子径を測定するための特定の要件を取り扱うものではない．

1.　原理

試料を適切な液体又は気体中に適正な濃度で分散させ，単色光(通例，レーザー光)ビームを横切るように通過させる．粒子によって種々の角度に散乱された光は，複数の素子を持つ検出器で測定される．散乱パターンは数値化され，次の解析のために記録される．これらの数値はその後，適切な光学モデルと数学的手法を用いて，離散的な粒子径区分ごとの体積分率を得るために変換され，体積基準の粒子径分布が得られる．

2.　装置

装置は電気的ノイズ，機械的振動，温度の変動や湿度又は直接光によって影響を受けない環境に設置される．レーザー回折装置の構成の一例を図1に示すが，他の構成の装置を用いることもできる．



1：吸光度(オブスキュレーション)検出器
2：散乱光
3：直射光
4：フーリエレンズ
5：レンズ4で集められない散乱光
6：粒子集団
7：レーザー光源
8：ビーム調整部
9：レンズ4の有効距離
10：複数の素子を持つ検出器
11：レンズ4の焦点距離

図1　レーザー回折装置の構成例

装置は，レーザー光源，光束処理用レンズ，試料測定部(又はセル)，フーリエレンズ及び散乱光パターン測定用の複数の素子を持つ検出器から成る．散乱光データを体積基準分布とこれに関係するデータ解析及び記録用に変換するためのデータ処理機能も必要である．

粒子は二つの位置でレーザービーム中へ置くことができる．通常，粒子は集光レンズの前，かつ有効距離内にある平行ビーム中に置かれる．いわゆる逆変換フーリエ光学系の場合には，粒子は集光レンズ後方の集光ビーム中に置かれる．通常の装置における利点は，試料の合理的な光路長がレンズの有効距離内で得られることである．逆変換フーリエ型の装置では光路長はごく短いが，広角度で散乱光を測定できるので，サブミクロン領域の粒子が存在する場合には有用である．

入射光と分散された粒子群は相互に影響して，種々の角度で異なる光強度を持つ散乱パターンが生じる．直射光と散乱光から成る全角度の光強度分布は，1枚レンズ又は複数のレンズによって複数の素子を持つ検出器の上に集光される．これらのレンズにより，光束中にある粒子の位置に依存しない散乱パターンが生じる．したがって，連続的な角度の光強度分布は，一連の検出器素子上で離散的な空間強度分布に変換される．

測定された粒子群についての散乱パターンは，ランダムな相対的位置にある個々の単一散乱粒子から得られた散乱パターンの総和に等しいと仮定する．ここで，ごく限られた角度範囲の散乱光のみが，レンズ，すなわち検出器によって集光されることに注意しておかねばならない．

3.　測定法の予備的検討

レーザー回折による粒子径の測定では，用いる装置及び試料が試験条件(例えば，分散媒，試料分散体の調製法)の変動を制限できるように注意深く管理されていれば，サブミクロン領域においても再現性のあるデータを得ることができる．

レーザー回折法による粒子径測定は，これまでおおむね0.1μm～3mmの範囲にある粒子に限られてきた．レンズや装置設計における最近の進歩によって，最新の装置ではこの範囲外にまで測定対象が広がってきている．その用途に応じて，適切なバリデーションデータの裏付けがあれば，本法を適用することができる．

3.1.　サンプリング

サンプリング法は，試料を代表するような部分を粒子径測定に必要な容量，採取するために適切な方法でなければならない．回転式縮分法や円錐四分法のような試料分割法を用いてもよい．

3.2.　分散法の評価

粒子径範囲と粒子形状を評価するために，測定対象となる試料につき，あらかじめ肉眼又は顕微鏡を用いて検査しておく．分散法は測定目的に合わせなければならない．すなわち，目的によっては，クラスターをできるだけ一次粒子に分散させる方がより好ましい場合もあれば，逆にクラスターをできるだけそのままの状態に保持しておくことが望ましい場合もある．この意味において，対象粒子は一次粒子又はクラスターのいずれかである．

測定法の確立にあたっては，粒子が粉砕されていないか，逆にいえば，粒子又はクラスターの分散が十分であるかをチェックしておくことが極めて重要である．これは，通例，分散エネルギーを変化させて，粒子径分布の変化をモニターすることによって行うことができる．試料が十分に分散されていて，粒子が壊れにくいか又は溶解しないときには，測定された粒子径分布の有意な変化は認められない．更に，晶析，粉砕の試料を調製する工程が変更された場合，本法の適用性については，例えば，顕微鏡によって比較することにより，検証しておかねばならない．

スプレー，エアゾールや液体中の気泡については，サンプリングや希釈を行うと一般に粒子径分布が変化するので，これらの濃度が適正であれば，直接に測定すべきである．

エマルション，ペースト，粉体など，他の分散系の場合，代表試料は適切な液体に分散することで得られる．クラスターを崩して分散を安定化するために，分散剤(湿潤剤，安定剤)や機械的な力(攪拌，超音波処理)がよく用いられる．これらの液体分散系については，光学的測定セル，通例，攪拌器と超音波発生器が付属した分散槽，ポンプ及び配管から構成される循環系が最もよく用いられる．ごく少量の試料しか用いることができない場合や特殊な分散液を用いる場合には，非循環性の攪拌セルが有用である．

機械的な力により粒子を分散させる適切な乾式の粉体用分散機を用いれば，乾燥粉体をエアゾールに変えることもできる．一般に，分散機は，圧縮気体のエネルギー又は真空との圧力差により粒子をエアゾールに分散させる．分散機中，エアゾールは測定領域を通過して，通例，粒子を捕集する真空ユニットの入口へ輸送される．しかし，自由流動性がある粗大粒子又は顆粒については，重力効果により，粒子の適度な分散を確保することができる．

試料の最大粒子径が装置の測定範囲を超える場合には，大きすぎる粒子はふるい分けによって除去できるが，この場合，除去した粒子の質量と百分率を記録しておく．しかし，あらかじめふるい分けした後では，別に証明することができなければ，その試料はもはや代表的ではないということに注意しておかねばならない．

3.3.　液体中での分散の最適化

粉体を分散するために用いる液体，界面活性剤及び分散剤は，以下の条件を満たしていなければならない．

(ⅰ)　レーザー光の波長において透明であり，基本的に気泡や粒子を含まないこと．

(ⅱ)　試料粒子とは異なる屈折率を有すること．

(ⅲ)　試料粒子に対して非溶媒であること(純粋な液体又はあらかじめろ過した飽和溶液)．

(ⅳ)　試料粒子の粒子径を変化させないこと(例えば，溶解性，溶解促進又は再結晶効果による)．

(ⅴ)　安定な分散系が容易に得られること．

(ⅵ)　装置に用いられている部品(Oーリング，ガスケット，配管など)との適合性がよいこと．

(ⅶ)　再循環，攪拌及びろ過を可能とするための適切な粘性を有すること．

界面活性剤や分散剤は，粒子をぬらし，分散を安定化するために，しばしば用いられる．試料が弱酸性及び弱塩基性物質である場合，分散液をそれぞれ，低pH又は高pHに緩衝化してみることが適切な分散剤の選択に役立つ．

目視又は顕微鏡観察により，分散液の特性につき，あらかじめ確かめておくことができる．十分に混合された貯蔵分散液から，試料を小分けすることもできる．このような貯蔵分散液は，例えば，ガラス棒，スパチュラ又はボルテックスミキサーを用

いて混合しながら，試料に液体を注加することによって調製する．貯蔵分散液の調製にあたっては，それから代表試料が確実に小分けできるように，また，大粒子の沈降が起こらないように注意しなければならない．したがって，試料のペーストを調製するか，又は攪拌下で均一な懸濁状態を保持しながら，速やかにサンプリングを行う．

3.4. 気体中での分散の最適化

スプレーや乾燥粉体分散系では，油，水及び粒子状物質を含まない圧縮気体を用いる．圧縮気体中からこれらの異物を除去するために，フィルター付きの乾燥機を用いることができる．排出空気が測定を妨害しないよう，吸引部は測定場所から離しておかねばならない．

3.5. 濃度範囲の決定

検出器でのシグナル／ノイズ比が許容値以上となるために，分散体中の粒子濃度は最低水準以上でなければならない．同様に，多重散乱を避けるために，濃度は最高水準以下でなければならない．濃度範囲は，レーザー光のビーム幅，測定領域の光路長，粒子の光学的性質及び検出器素子の感度によって影響を受ける．

上記の因子を考慮して，いかなる試料についても，適切な濃度範囲を決定するためには，いくつかの異なった粒子濃度で測定を行わねばならない[注：装置が異なると，粒子濃度は，通例，異なるスケール及び名称で表される(例えば，吸光度(obscuration)，光学濃度，全質量に比例的な数値(proportional number of total mass))].

3.6. 測定時間の決定

測定時間，検出器の読取り時間及び頻度は，必要とされる測定精度に従って実験的に決定される．一般には，1回の測定時間内に，短い時間間隔で多数回の検出器のスキャン又はスィープが行われる．

3.7. 適正な光学モデルの選択

時にはほかの近似理論が散乱マトリックスの計算に適用されることもあるが，ほとんどの装置ではフラウンホーファ又はミーの理論を用いている．理論モデルの選択は，測定用途や試料に関する種々の仮定(粒子径，吸光度，屈折率，表面粗さ，結晶の配向性，混合物か否かなど)に依存する．屈折率の値(使用した波長に関する実数部と虚数部)が正確に判明していない場合には，フラウンホーファ近似や屈折率の実際的な推定値を用いたミー理論を用いることができる．前者は，単純でかつ屈折率の値を用いる必要がないという利点を持っている．これに対して後者は，通例，小さい粒子については偏りの少ない粒子径分布が得られる．例えば，かなりの量の透明な小粒子を含む試料についてフラウンホーファ・モデルを用いるときには，実際よりも多数の小粒子が計算されることになる．複素屈折率の実数部と虚数部に関して仮定された値のわずかな違いが，測定された粒子径分布に有意な差異を生じることもあるので，追跡可能な結果を得るためには，用いた屈折率の値を記録しておかねばならない．屈折率の虚数部の小さい値(約0.01～0.1i)は，粒子の表面粗さによる吸光度を補正するのによく用いられる．一般に，構造因子(例えば，形状，表面粗さ，空隙率)と同様に，試料の光学的性質は最終結果に影響するということに注意しておかねばならない．

3.8. バリデーション

機器分析において，通常，ある操作手順の妥当性は，その特異性，直線性，範囲，真度，精度及び頑健性を評価することにより検証される．レーザー回折による粒子径解析においては，試料中へ混入した異物を識別することはできないし，顕微鏡法による補完的な裏付けがなければ，分散粒子とそれらのアグロメレイトを識別することもできないので，分析法バリデーションにおいて定義されるような意味での特異性は適用できない．(濃度と反応強度の間の線形関係又は内挿のための数学的モデルを探ることは，粒子径解析には適用できない．線形性を評価するよりも，測定結果が有意に変化しない濃度範囲を定義することの方が，この方法ではむしろ必要である．)その範囲を超える濃度では多重散乱による誤差を生じるのに対して，その範囲を下回る濃度では低いシグナル／ノイズ比による誤差を生じる．この範囲は，ほとんどの場合，装置のハードウエアに依存する．測定の精度は，繰返し測定によって評価されるのに対して，真度は，装置の適切な適合性評価や顕微鏡法との比較によって確認すべきである．

要求される併行精度は，測定目的に依存するのに対して，本法で実際に達成できる併行精度は，主として試料特性(粉砕の有無，硬いか壊れやすいか，粒子径分布幅など)に依存する．試料の調製法が異なった場合の併行精度は，物質によってかなり変化する可能性があるので，ここでは，強制力のある形で限度値を設定することはできない．しかし，分布の中央値(例えば，x_{50})について，相対標準偏差RSD(%)≦10%[n=6]のような，併行精度に関する許容基準を定めるようにするとよい．分布の両側における値(例えば，x_{10}及びx_{90})は，RSD≦15%[n=6]のように許容基準はより緩和される．10μm以下の粒子では，これらの値は2倍とする必要がある．分散媒や分散力の選択と最適化に際して，頑健性を試験しておくのもよい．分散エネルギーの変化は粒子径分布の変化によってモニターしてもよい．

4. 測定

4.1. 測定前の注意事項

(ⅰ) レーザーの直接光及び反射光を絶対に直視してはならない．

(ⅱ) 溶媒の引火又は粉塵爆発を防ぐために，すべての装置部品は接地しておくこと．

(ⅲ) 装置の設定状況(例えば，暖機運転，所要測定範囲とレンズ，レンズの有効距離，検出器の位置，直射日光が当たっていないこと)を点検すること．

(ⅳ) 湿式分散の場合には，気泡，液体の蒸発，分散液中のシュリーレン(schlieren)や他の不均一な状態を避けること．同様に，乾式分散の場合には粒子分散機からの不適切なマスフロー(mass-flow)や乱流を避けること．このような影響は誤った粒子径分布を与える原因となる．

4.2. 分散試料の光散乱の測定

装置の光学系の焦点及び軸調整を適切に行った後，試料測定の際と同じ方法を用いて，粒子を含まない分散媒について空試験を行わねばならない．バックグラウンド信号は，適正な閾値以下でなければならない．検出器のデータは，試料について得られたデータから後でそれらを差し引くために保存される．分散試料は確立された測定法に従って測定される．

各検出器素子については，信号の平均値を計算し，場合によっては標準偏差も求める．各検出器素子からの信号の大きさは，検出面積，光強度及び量子効率に依存する．レンズの焦点距離と共に，検出器素子の座標(大きさと位置)により各素子の散乱

角範囲が決まる．大多数の装置では散乱しない中心部のレーザービーム強度も測定している．空試験時の強度に対する分散試料の強度比は散乱光の割合，すなわち，粒子濃度を示す．

4.3.　散乱パターンの粒子径分布への変換

この逆演算のステップは，ある粒子径分布に関する散乱パターンの計算の逆である．ほとんどのアルゴリズムは球形粒子による散乱について数学的解析を行っているので，粒子を球形と仮定することは，特に重要である．更に，測定されたデータは，常にいくらかのランダム誤差と系統誤差を含んでおり，これらが粒子径分布の信頼性を低下させることがある．このため，市販装置において利用できるいくつかの数学的手法が開発されている．これらの手法は，散乱パターンの測定値と計算値の間の加重偏差(例えば，最小二乗法)，いくつかの制約条件(例えば，粒子量は負とならないこと)，粒子径分布曲線の平滑化のいずれか又はすべてを含んでいる．

用いたアルゴリズムは装置の銘柄や機種ごとに特有のものである．装置間でアルゴリズムが異なると，計算された粒子径分布に差異を生じることがある．

4.4.　繰返し回数

個々の試料調製ごとに必要な繰返し測定回数は，要求される測定精度に依存する．ある物質について，特異的な測定法がある場合，この繰返し回数を定めておくことが推奨される．

5.　結果の記録

粒子径分布のデータは，通例，ふるい下積算分布及び／又は体積基準積算密度分布として記録する．粒子径を表すのに記号xを用い，粒子径は体積相当球の直径として定義する．Q3(x)は粒子径xにおけるふるい下体積分率を表す．図示する場合には，xを横軸に，従属変数であるQ3(x)を縦軸にしてプロットする．最も一般的な特性値は，粒子径分布曲線から内挿によって計算される．繁用されているものは，積算ふるい下値で10%，50%，90%における粒子径(それぞれ，x_{10}，x_{50}，x_{90}として表示)である．x_{50}はメジアン径として知られている．記号dも粒子径を表すのに広く用いられているので，xの代わりにdを用いてもよい．

更に，試料，試料の調製法，分散条件，セルの種類に関する十分な情報も得ておかねばならない．測定結果は，装置，データ解析用プログラム，用いた光学モデルに依存するので，これらの詳細についても示しておかねばならない．

6.　装置の性能管理

装置と試料に応じて，装置の性能評価を適切な頻度で行う．

6.1.　校正

レーザー回折システムは理想化された粒子特性を仮定してはいるものの，レーザー光散乱の基本的原理に基づいている．したがって，厳密な意味での校正は必要ではない．しかし，それでも装置が正しく稼動していることを確認しておくことは必要である．これは，社会的に広く用いられ，認証されている標準物質を用いることによって行うことができる．これにより，試料の採取と分散，測定部への輸送，測定及び逆演算処理を含めて，全体の測定手順をチェックすることができる．また，全体の操作手順が十分に記述されていなければならない．

認証された標準物質としては，粒子径分布が既知の球形粒子であることが望ましい．認証された標準物質の粒子径は，絶対的な方法により，質量基準粒子径分布として保証されていなければならない．また，可能ならば，合意された詳細な操作手順に従って用いられねばならない．ミー理論をデータ解析に用いる場合は，粒子の複素屈折率の実数部と虚数部が示されていなければならない．粒子密度がすべての粒子径区分について同一であれば，体積基準粒子径分布は，質量基準粒子径分布と同一の表示となる．

標準物質について，少なくとも3回の繰返し測定から得られたx_{50}の平均値をその保証値と比較するとき，保証範囲からの逸脱が3%以下であれば，レーザー回折装置は適切に稼動しているものとみなす．また，x_{10}とx_{90}に関する平均値は，保証範囲からの逸脱が5%を超えないものとする．なお，10μm以下の粒子については，これらの値はいずれも2倍とする必要がある．

標準物質としては，球形粒子を用いることが望ましいが，非球形粒子を用いてもよい．これらの粒子は，認証値を有するか，又は合意された詳細な操作手順に従ってレーザー回折法から得られた代表値を有することが望ましい．レーザー回折法以外の方法で得られた参照値(粒子径)と比較するとき，かなりのずれが生じることがある．このずれは，粒子径測定法の測定原理が異なると，同じ非球形粒子であっても球相当径(sphere-equivalent diameters)が異なることに起因する．

認証された標準物質を用いることが望ましいが，物理的性質が明確な他の標準物質を用いてもよい．これらは，高品位で一定の組成と粒子径分布を有する物質であり，それらの粒子径分布は経時的な変化がないことが証明されている．測定結果は，標準物質についてあらかじめ測定されたデータと同一の精度で一致しなければならない．

6.2.　システムの適合性評価

装置の校正に加えて，装置の性能評価を定期的に又はできるだけ頻繁に実施しなければならない．この性能評価は，前項で述べた適切な標準物質を用いて行うことができる．

システムの適合性評価は，装置，電子工学系，ソフトウェア及び解析操作が，一体化したシステムを構成していることから，システムとして評価する必要がある．このため，試料の採取，分散，測定部への試料の輸送，測定と逆演算手順を含めて，操作手順の全体が検証されることになる．したがって，全体の操作手順が十分に記述されていることが極めて重要である．

医薬品各条中に別に規定されるもののほか，レーザー回折装置の応答は，標準物質のx_{50}につき，保証範囲からの逸脱が10%以内であれば，レーザー回折装置は正常に稼動しているものとみなす．また，分布の両側における値(例えば，x_{10}及びx_{90})についても評価する場合には，これらの値の保証範囲からの逸脱は，15%を超えてはならない．ただし，10μm以下の粒子については，これらの値は，2倍として考える．

注1：装置の校正については，「6.1.校正」においてより厳密な条件が定められている．

注2：本測定法はISO13320-1(1999)及び9276-1(1998)に準拠したものである．

G3. 生物薬品関連

アミノ酸分析法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

アミノ酸分析法は，たん白質，ペプチド，その他の医薬品のアミノ酸組成やアミノ酸含量を測定する方法をいう．たん白質及びペプチドはアミノ酸残基が共有結合で直鎖状に重合した高分子であり，そのアミノ酸配列はたん白質やペプチドの特性を規定している．たん白質は通常特定のコンフォメーションを持った折りたたみ構造をとる大きな分子と考えられる．一方，ペプチドは比較的小さな分子であり，2～3個のアミノ酸で構成されていることもある．アミノ酸分析法は，たん白質やペプチドの定量，同定，構造解析に利用でき，ペプチドマップ法におけるペプチド断片の評価，たん白質やペプチド中の異常アミノ酸の検出などにも利用できる．分析する前にたん白質又はペプチドを各構成アミノ酸に加水分解する必要があるが，加水分解の後に行うアミノ酸分析操作は他の医薬品中の遊離アミノ酸の分析で行われている方法と同じであり，加水分解試料中のアミノ酸は一般に誘導体化して分析する．

装置

アミノ酸分析に用いる方法論は通常，試料中のアミノ酸のクロマトグラフィーによる分離に基づいている．最近の技法は専らアミノ酸分析用に作られた自動クロマトグラフィー装置を利用している．アミノ酸分析装置は，基本的にはカラム上でアミノ酸を分離するための移動相勾配を作成できる低圧又は高圧液体クロマトグラフィー装置である．装置にはプレカラム誘導体化で分析する以外はポストカラム誘導体化機能を備えていなければならない．検出器は利用する誘導体化の方法によって異なるが，通常紫外可視検出器か蛍光検出器が用いられる．記録計(例えば，インテグレーター)は検出器からのシグナルをアナログ信号に変換し，定量できるものを用いる．使用する装置はアミノ酸分析専用のものが望ましい．

一般的注意

アミノ酸分析中，分析者は目立たないところでの汚染に常に注意を払う必要があり，高純度の試薬が必要となる(例えば，低純度の塩酸はグリシンの混入を招くことがある)．分析試薬類は高速液体クロマトグラフィー(HPLC)用溶媒類のみを使用し，数週間ごとに定期的に交換すべきである．混入の可能性のある微生物や溶媒中に存在する異物は使用する前にろ過して除き，ふたをした容器に保存し，分析装置は直射日光の当たらない場所に設置する．

実験のやり方がアミノ酸分析の質を左右する．装置は実験室内の人通りの少ない場所に設置し，室内は清潔に保つこと．ピペット類は保守手順書に従って清潔にし，調整すること．ピペットチップはふたのある箱に保管し，素手でチップをつまんだりしないこと．実験者はパウダーの付いていないラテックス製の手袋を着用すること．埃がグリシン，セリン及びアラニンの含量を増加させることがあるので，試料バイアルの開け閉めの回数は制限すること．

良好な分析結果を得るにはよく手入れされた装置が必要である．分析装置が日常的に使用されている場合には，漏れ，検出器・ランプの安定性，カラムの性能を毎日チェックする．装置のすべてのフィルター及びその他の点検箇所は規定の保守管理表に従って清掃あるいは交換する．

標準物質

分析に用いるアミノ酸の標準物質としては市販品が入手可能であり，通常，アミノ酸の混合水溶液となっている．アミノ酸組成を測定する場合，全体の操作が完全であることを示すために，たん白質又はペプチドの標準品／標準物質を対照として試料と共に分析する．この目的のためのたん白質としては高純度のウシ血清アルブミンが用いられる．

装置の校正

アミノ酸分析装置の校正は通常，標準アミノ酸混液を分析して行い，各アミノ酸の感度係数や測定範囲を調べる．標準アミノ酸混液の各アミノ酸濃度は既知であるので，校正にあたっては，用いる分析方法で直線関係が得られると思われる濃度範囲内のいくつかの異なる濃度に標準アミノ酸混液を希釈し，これらについて試験を繰り返す．得られた各アミノ酸のピーク面積を希釈液中の各アミノ酸の既知濃度に対してプロットする．この結果から，あるアミノ酸のピーク面積がアミノ酸濃度と直線関係にある濃度範囲を調べることができる．正確で再現性のある結果を得るには，使用する分析方法での分析限界以内(例えば，直線範囲内)にある濃度の試料を調製することが重要である．

各アミノ酸の感度係数を調べるには，4～6種の濃度の標準アミノ酸について分析する．感度係数は標準液中に存在するアミノ酸1nmol当たりの平均ピーク面積又は平均ピーク高さとして算出する．各アミノ酸の感度係数を校正ファイルに記録しておき，試料中のアミノ酸の算出に利用する．この計算はアミノ酸のピーク面積をそのアミノ酸の感度係数で除し，そのアミノ酸のnmol数を求める．日常の分析では一点校正で十分である．しかしながら，校正ファイルは異常のないことを確認するために対照標準物質の分析によって十分に吟味され頻繁に更新されている必要がある．

再現性

一貫した良好な分析結果は試験の再現性に注意を払う実験室から得られるものである．HPLCによるアミノ酸又はその誘導体の分離では，各アミノ酸に対応する多数のピークがクロマトグラム上にみられる．ピークの数が多いため，保持時間でピークを同定したり，定量のためにピーク領域を積分したりすることのできる分析システムが必要となる．一般的な再現性の評価では，標準アミノ酸溶液を調製し，同一標準液を用いて多数回(例えば，6回以上)分析を繰り返し，各アミノ酸の保持時間及びピーク面積の相対標準偏差(RSD)を求める．更に，実験者を変えた数日間にわたる複数回の測定で再現性の評価を行う．この場合，試料の取扱いに起因する変動も調べるため，標準液の希釈操作も毎回行う．標準たん白質(例えば，ウシ血清アルブミン)のアミノ酸組成の分析も再現性の評価の一部としてしばしば行われる．変動(すなわち，RSD)を評価することによって，その実験室から得られる分析値が管理されたものであることを確認するための限度値を設定することができる．最良の結果を得るためには，最も低い実際的な変動の限度値を設定することが望ましい．アミノ酸分析の変動を小さくするために注意すべき事柄には，試料の調製，試薬の品質や実験操作に起因するスペクトル妨害，装置の性能及び保守，データの解析とその解釈，

実験者の技量や癖などがある．バリデーションは，関連するすべてのパラメーターについて十分に検討する．

試料調製

アミノ酸分析の正確な結果を得るためには精製されたたん白質又はペプチド試料が必要である．緩衝液組成(例えば，塩類，尿素，界面活性剤)は分析に影響を与えることがあるので，分析の前に試料から取り除く必要があるが，一般にポストカラム誘導体化法はプレカラム誘導体化法ほどにはこれらの物質の影響を受けない．汚染の可能性を減少させ，回収率を高め，労力を減少させるためには，試料の処理操作の回数を少なくするほうがよい．たん白質試料から緩衝液成分を除去する一般的な方法には，1)逆相HPLC装置に試料を注入し，有機性の揮発性溶媒でたん白質を溶出させ，これを真空遠心分離で乾燥させる；2)揮発性の緩衝液又は水に対して透析する；3)緩衝液を遠心限外ろ過で揮発性の緩衝液又は水に置き換える；4)有機溶媒(例えば，アセトン)でたん白質を沈殿させる；5)ゲルろ過，などがある．

内標準物質

アミノ酸分析中での物理的及び化学的損失及び変化をチェックするために，内標準物質を用いることが推奨される．加水分解の前にたん白質溶液に正確な既知量の内標準物質を添加すると，たん白質溶液からのアミノ酸の一般的な回収率が内標準物質の回収率から得られる．しかし，たん白質中のアミノ酸の遊離又は分解の速度には違いがあるため，遊離アミノ酸の加水分解中の挙動はたん白質に含まれるアミノ酸と同じではない．したがって，加水分解中に生じる損失を補正するために内標準物質を用いるとき，信頼できる結果が得られないことがある．結果を解釈するとき，この点を考慮に入れる必要がある．試料の分析ごとの差異及び試液の安定性や流量の変動を補正するために加水分解後のアミノ酸混液に内標準物質を添加することもできる．理想的には，内標準物質は市販品として入手可能で安価な自然界に存在しないα－アミノ酸がよい．しかも，加水分解に対して安定でなければならず，シグナル強度も濃度と直線関係にあり，他のアミノ酸と重ならない保持時間を持っていることが必要である．一般的に用いられる内標準物質にはノルロイシン，ニトロチロシン又はα－アミノ酪酸がある．

たん白質の加水分解

たん白質及びペプチドのアミノ酸分析にはこれら試料の加水分解が必要である．加水分解用のガラス器具には誤った結果を避けるために極力清浄にしたものを使用する必要がある．加水分解管壁面の指紋や手袋のパウダーは汚染の原因となる．ガラス製加水分解管は，1mol/L塩酸中で1時間煮沸するか，硝酸又は塩酸／硝酸混液(1：1)に浸して洗浄する．洗浄した加水分解管は高純度の水で洗い，更にHPLC用メタノールで洗う．その後，乾燥器で一夜乾燥し，使用するまで覆いをして保存する．ガラス容器を500℃で4時間乾熱して汚染物を除去してもよい．適当な使い捨ての実験用器具を用いることもできる．

酸加水分解は，アミノ酸分析の前にたん白質試料を加水分解する最も一般的な方法である．この加水分解方法はいくつかのアミノ酸を完全に又は部分的に破壊するため，分析結果に変動をもたらすことがある．トリプトファンは破壊され，セリンとトレオニンは一部破壊され，メチオニンは酸化され，システインは一般にシスチンとして回収される(ただし，シスチンの一部は破壊されたりシステインに還元されるため，通常その回収率は低い)．加水分解容器の内部を適切な真空度(0.0267kPa以下)にするか不活性ガス(アルゴン)で置換すると酸化による破壊を抑えることができる．イソロイシンやバリンを含むペプチド結合のうち，Ile－Ile，Val－Val，Ile－Val及びVal－Ileのアミド結合は一部しか切断されず，アスパラギンとグルタミンは脱アミド化されてそれぞれアスパラギン酸とグルタミン酸になる．酸加水分解中にトリプトファン，アスパラギン及びグルタミンは消失するため，定量できるのは17種のアミノ酸に限られる．以下に述べる加水分解法のいくつかはこれらの問題に対処するために利用する．また，この加水分解法のいくつか(すなわち，方法4～11)はシステイン，メチオニン，アスパラギン，グルタミンを他のアミノ酸に変換させる方法である．したがって，酸加水分解以外の方法を用いる前に，その方法を用いることの利点と問題点をよく比較検討しておく．

一部が破壊されるアミノ酸やペプチド結合の開裂が遅いアミノ酸の濃度を分析するために，時間経過に沿った試験(すなわち，酸加水分解時間24，48及び72時間での分析)がしばしば行われる．不安定なアミノ酸(すなわち，セリンとトレオニン)の測定濃度を加水分解時間に対してプロットし，得られた直線を時間ゼロに外挿することによりそれらの濃度を決定することができる．時間経過に沿った加水分解試験は開裂の遅いアミノ酸(例えば，イソロイシンやバリン)に対しても用いられ，これらのアミノ酸の濃度がプラトーに達した点を調べ，これをこれらのアミノ酸の濃度とする．加水分解時間が長くなりすぎるとこのアミノ酸の濃度は減少し始めるが，これはこの加水分解条件で分解することを示している．

時間経過に沿った試験方法に代わる方法として，標準アミノ酸を試料と同一条件で加水分解する方法がある．加水分解において，遊離アミノ酸はペプチド又はたん白質中の不安定なアミノ酸の分解速度を完全には再現できない．このことは特に開裂の遅いペプチド結合(例えば，Ile－Val結合)についていえる．しかし，この方法によって破壊されるアミノ酸の量を測定することができる．マイクロ波による酸加水分解が利用されている．この方法は迅速ではあるが，特別な機器と注意が必要である．マイクロ波加水分解での至適条件はそれぞれの試料たん白質又はペプチドについて調べる必要がある．一般にこの方法での処理時間はわずか数分間であるが，1分間の変動でも適切な結果をもたらさない(例えば，不安定なアミノ酸の不完全な加水分解や破壊)．数種のプロテアーゼを用いた完全たん白質消化も利用されているが，これは処理が複雑で，厳密な調節が必要である．そのため，一般にはたん白質よりもペプチドに適用される．

注：未知たん白質を初めて分析するときには，異なる加水分解時間や温度条件で実験して至適条件を決定する．

方法１

フェノールを含む塩酸を用いた酸加水分解がたん白質又はペプチドの加水分解に用いられる最も一般的な方法である．フェノールの添加はチロシンのハロゲン化を防止する．

加水分解液　フェノールを0.1～1.0％含む6mol/L塩酸．

操作法

液相加水分解　試料たん白質又はペプチドを加水分解管に入れ，乾燥する．(注：試料中の水分で加水分解用の塩酸が希釈されないように，試料を乾燥する．)凍結乾燥たん白質500μg当たり加水分解液200μLを加え，ドライアイスーアセトン浴中で

凍結させた後，減圧下で管を熔封する．酸化を防ぐため，通常110℃で24時間，減圧下又は不活性ガス置換下で試料を加水分解する．たん白質が完全に加水分解されない懸念がある場合は，長時間の加水分解(例えば，48，72時間)についても調べる．

気相加水分解　この方法は最も一般的な酸加水分解法の一つであり，試料が少量しか入手できない場合の微量分析に適している．塩酸からの試料の汚染も本法を用いることによって最小限に抑えられる．乾燥した試料の入ったバイアル瓶を適当量の加水分解液を入れた容器の中に置く．このとき，加水分解液が試料の入ったバイアル瓶に入らないように注意する．容器の内部を不活性ガスで置換するか減圧(0.0267kPa以下)にして，約110℃で24時間加熱する．気体状の酸が乾燥試料を加水分解する．試料バイアル瓶中での酸の凝結は最小限にする．加水分解後，試料を減圧乾燥して残留する酸を除く．

方法２

加水分解によるトリプトファンの酸化は，メルカプトエタンスルホン酸を酸に用いることで減少させることができる．

加水分解液　2.5mol/Lメルカプトエタンスルホン酸溶液．

気相加水分解　試料たん白質又はペプチド約1～100μgを加水分解管に入れ，乾燥する．この加水分解管を加水分解液約200μLを入れたより大きなガラス管の中に入れ，この管を減圧(約0.0067kPa)下で熔封し，加水分解液を気化させる．これを170～185℃で約12.5分間加熱する．加水分解後，加水分解管を減圧下で15分間乾燥し，残留する酸を除く．

方法３

加水分解によるトリプトファンの酸化はチオグリコール酸を還元剤として用いることによって防げる．

加水分解液　10％トリフルオロ酢酸，20％チオグリコール酸及び1％フェノールを含む7mol/L塩酸溶液．

気相加水分解　試料たん白質又はペプチド約10～50μgを試料管中で乾燥する．この試料管を加水分解液約200μLを入れたより大きなガラス管の中に入れ，この管を減圧(約0.0067kPa)下で密封してチオグリコール酸を気化させ，166℃で約15～30分間加熱する．加水分解後，試料管を減圧下で5分間乾燥し，残留する酸を除く．この方法によるトリプトファンの回収率は用いる試料の量に依存する．

方法４

たん白質の加水分解に先立ち，過ギ酸を用いてシステイン／シスチン及びメチオニンを酸化する．

酸化液　ギ酸と30％過酸化水素を9：1で混ぜ，1時間室温に放置する．用時製する．

操作法　試料たん白質又はペプチドをギ酸20μLに溶かし，50℃で5分間加熱した後，酸化液100μLを加え，10～30分間放置する．この反応で，システインはシステイン酸に，メチオニンはメチオニンスルホンに変換される．過剰の試薬は真空遠心分離して試料から除く．ハロゲン化合物が存在するとチロシンの修飾が起こる．過ギ酸酸化したたん白質は方法1又は方法2で加水分解する．

方法５

システイン／シスチンの酸化はアジ化ナトリウムを用いた液相加水分解中に行われる．

加水分解液　0.2％のフェノールを含む6mol/L塩酸にアジ化ナトリウムを最終濃度0.2w/v％になるように加える．フェノールはチロシンのハロゲン化を防止する．

液相加水分解　試料たん白質又はペプチドを約110℃で24時間加水分解する．この加水分解中に，試料中のシステイン／シスチンは加水分解液に含まれるアジ化ナトリウムによってシステイン酸に変換される．この方法は方法4よりもチロシンの回収率はよいが，メチオニンは定量的に回収されない．メチオニンは一部が酸化されて，メチオニンスルホキシド及びメチオニンスルホンに変わる．

方法６

システイン／シスチンの酸化はジメチルスルホキシドで行われる．

加水分解液　0.1～1.0％のフェノールを含む6mol/L塩酸にジメチルスルホキシドを最終濃度2vol％になるように加える．

気相加水分解　試料たん白質又はペプチドを約110℃で24時間加水分解する．この加水分解中に，試料中のシステイン／シスチンは加水分解液に含まれるジメチルスルホキシドによってシステイン酸に変換される．ばらつきを少なくし，部分破壊を補正する方法として，1～8molのシステインを含む標準たん白質を酸化的加水分解して得られるシステイン酸の回収率を調べることが推奨される．たん白質又はペプチドの加水分解物からの回収率は，加水分解していないシステイン酸標準品からの回収率より一般に約30％低い．ヒスチジン，メチオニン，チロシン及びトリプトファンも修飾されるので，本法では完全なアミノ酸組成分析は行えない．

方法７

システイン／シスチンの還元及びアルキル化は気相ピリジルエチル化反応で行われる．

還元液　ピリジン83.3μL，4－ビニルピリジン16.7μL，トリブチルホスフィン16.7μL及び水83.3μLを適当な容器にとり，混和する．

操作法　試料たん白質又はペプチド(1～100μg)を加水分解管にとり，この管をより大きなガラス管の中に入れる．大きいガラス管の中に還元液を入れ，減圧(約0.0067kPa)下で密封し，約100℃で5分間放置する．次に，加水分解管を取り出し，減圧デシケーター中で15分間乾燥し，残留する試薬を除く．ピリジルエチル化したたん白質又はペプチドは前記の方法で酸加水分解する．このピリジルエチル化反応をシステイン1～8molを含む標準たん白質について同時に行い，ピリジルエチル化システインの回収率を補正する．ピリジルエチル化反応を長時間行うと，たん白質中の末端αーアミノ基及びリシンのεーアミノ基が修飾される可能性がある．

方法８

システイン／シスチンの還元及びアルキル化は液相ピリジルエチル化反応で行われる．

原液　次の3種類の原液を調製し，ろ過する．原液A：4mmol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムを含むpH8.5の1mol/Lトリス緩衝液，原液B：8mol/L塩酸グアニジン溶液，原液C：10％2－メルカプトエタノール溶液．

還元液　原液B／原液A混液(3：1)を調製し，6mol/L塩酸グアニジンを含む0.25mol/Lトリス緩衝液とする．

操作法　試料約10μgを還元液50μLに溶かし，原液C約2.5μLを加える．この液を窒素あるいはアルゴンの存在下で暗所に室温で2時間放置する．次に，この液に4－ビニルピリジン約2μLを加え，更に2時間室温で暗所に放置してピリジルエチル化反応を行う．逆相HPLCを用いてたん白質又はペプチド

画分を集め，脱塩する．脱塩した試料は酸加水分解する前に，真空遠心分離で乾燥させる．

方法９

システイン／シスチンの還元及びアルキル化は液相カルボキシメチル化反応で行われる．

原液　方法8に従って調製する．

カルボキシメチル化溶液　エタノール(95)1mL当たりヨードアセタミド100mgを含む液を調製する．

緩衝液　方法8で調製した還元液を用いる．

操作法　試料を緩衝液50μLに溶かし，原液C約2.5μLを加える．これを窒素又はアルゴンの存在下で暗所に室温で2時間放置する．次に，総チオールの理論量の1.5倍量のカルボキシメチル化溶液を加え，暗所に室温で更に30分間放置する．(注：たん白質のチオール含量が不明の場合には，たん白質20nmol当たり100mmol/Lヨードアセタミド溶液5μLを加える．)反応は過剰の2－メルカプトエタノールを加えて停止させる．たん白質又はペプチドの脱塩は逆相HPLCによる分離で行う．酸加水分解する前に，集めた試料は真空遠心分離で乾燥させる．生成した*S*－カルボキシアミドメチルシステインは酸加水分解の過程で*S*－カルボキシメチルシステインに変化する．

方法１０

システイン／シスチンはジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸と反応して混合ジスルフィドを生成する．(注：ジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸のいずれを用いるかはアミノ酸分析からどのような結果を望むかによる．)

還元液　ジチオジグリコール酸(又はジチオジプロピオン酸)の0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液(1→100)を調製する．

操作法　試料約20μgを加水分解管に入れ，還元液5μLを加える．これに2－プロパノール10μLを加え，真空遠心分離で水分を除去した後，方法1により加水分解する．この方法の利点は，他のアミノ酸残基が副反応によって誘導体化されず，また加水分解前の試料の脱塩が不必要な点である．

方法１１

酸加水分解によってアスパラギンとグルタミンはそれぞれアスパラギン酸とグルタミン酸に変換され，アスパラギンとアスパラギン酸を合わせて*Asx*で表し，グルタミンとグルタミン酸を合わせて*Glx*で表す．たん白質又はペプチドはビス(1,1－トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン(BTI)と反応し，加水分解によってアスパラギン及びグルタミンはそれぞれジアミノプロピオン酸及びジアミノ酪酸に変化する．この変化によりアスパラギン酸及びグルタミン酸を含むたん白質又はペプチド中のアスパラギン及びグルタミンの含量を測定することができる．

還元液　次の3種類の溶液を調製し，ろ過する．溶液A：10mmol/Lトリフルオロ酢酸溶液，溶液B：5mol/L塩酸グアニジン及び10mmol/Lトリフルオロ酢酸を含む水溶液，溶液C：用時調製したビス(1,1－トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼンの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(9→250).

操作法　洗浄した加水分解管に試料約200μgをとり，溶液A又は溶液B 2mL及び溶液C 2mLを加え，減圧下で加水分解管を密封する．これを暗所で60℃，4時間加熱する．次にこの試料を水に対して透析し，過剰の試薬を除く．透析した試料を同量の*n*－ブチル酢酸で3回抽出した後，凍結乾燥する．このたん白質試料を前述した方法で酸加水分解する．ジアミノプロピオン酸及びジアミノ酪酸はアミノ酸分析で用いるイオン交換クロマトグラフィーでは通常リシンとは分離しない．したがって，アミノ酸分離モードでイオン交換クロマトグラフィーを行ったときは，アスパラギン及びグルタミンの含有量は非誘導体化酸加水分解とBTI誘導体化酸加水分解で得られたアスパラギン酸及びグルタミン酸の量の差として求められる．(注：トレオニン，メチオニン，システイン，チロシン及びヒスチジンの測定値はBTI誘導体化によって変動することがある．したがって，これらのアミノ酸の組成を求める場合は，BTIを用いない加水分解法を行う必要がある．)

アミノ酸分析の方法論とその基本原理

アミノ酸の分析には多くの方法があり，どの方法を選ぶかは測定に要求される感度に依存する．一般に，用いられているほぼ半数の方法はイオン交換クロマトグラフィーで遊離アミノ酸を分離した後に誘導体化(例えば，ニンヒドリンや*o*－フタルアルデヒドによる誘導体化)して検出するポストカラム法である．この方法は塩類や尿素などの少量の緩衝液成分を含む試料に利用することができ，1分析当たり通常5～10μgのたん白質試料を必要とする．その他の方法は一般に遊離アミノ酸を誘導体化(例えば，フェニルイソチオシアネート，6－アミノキノイル－*N*－ヒドロキシスクシンイミジルカルバメイト，*o*－フタルアルデヒド，(ジメチルアミノ)アゾベンゼンスルホニルクロリド，9－フルオレニルメチルクロロギ酸，7－フルオロ－4－ニトロベンゾ－2－オキサ－1,3－ジアゾールなどによる誘導体化)した後に逆相HPLCで分離するプレカラム法である．この方法は感度が非常に高く，通常1分析当たり0.5～1.0μgのたん白質試料でよいが，試料中の塩類の影響を受けやすい．更に，複数のアミノ酸誘導体を生じ，結果の解釈を複雑にする可能性がある．操作上の変動に対して，一般にポストカラム法のほうがプレカラム法に比べて影響を受けにくい．

次に掲げる方法がアミノ酸の定量分析に利用できる．これらの方法に用いる装置及び試薬類は市販されている．これらの方法には，試液の調製法，反応の操作法，クロマトグラフィーのシステムなどが異なる多くの変法がある．特定のパラメーターは実際に使用する装置や操作によって変わってくる．多くの実験室では各方法の持つ利点を利用するために複数の分析方法を用いている．これらの各方法では，アナログ信号がデータ取り込み装置によって視覚化され，定量するためにピーク面積が計算される．

方法１　ニンヒドリンによるポストカラム検出法

ポストカラムでニンヒドリンにより検出するイオン交換クロマトグラフィーは定量的アミノ酸分析に利用される最も一般的な方法の一つである．通例，より複雑な生体試料の分析にはLi^+を基本とした陽イオン交換系を利用し，Na^+を基本とした陽イオン交換系はたん白質の加水分解で得られる単純なアミノ酸混合物(通常17種のアミノ酸成分を含む)の分析に用いられる．イオン交換カラム上でのアミノ酸の分離はpH及びイオン強度の変化を組み合わせて行われる．分離を良くするために温度の勾配変化もしばしば使用される．

アミノ酸がニンヒドリンと反応すると，特徴的な紫色又は黄色を呈する．イミノ酸以外のアミノ酸は紫色を呈し，波長570nmに吸収の極大を示す．プロリンのようなイミノ酸は黄色を呈し，波長440nmに吸収の極大を示す．カラムから溶出したアミノ酸とニンヒドリンの反応は440nmと570nmの両波長で記録し，得られたクロマトグラムはアミノ酸組成の決定に

利用される．

検出限界はほとんどのアミノ酸で約10pmolであるが，プロリンでは約50pmolである．20pmolから500pmolの範囲で相関係数0.999以上の良好な直線性が得られる．良好な組成値を求めるには，加水分解前の量として1μg以上のたん白質試料を用いるのがこの分析方法にとって最も適している．

方法２　OPAによるポストカラム蛍光検出法

o－フタルアルデヒド(OPA)はチオール化合物の存在下で一級アミンと反応し，強い蛍光を持つイソインドール化合物を生成する．この反応は，イオン交換クロマトグラフィーによるアミノ酸分析のポストカラム誘導体化法として利用される．アミノ酸の分離は方法1と同じ原理である．この方法を用いたアミノ酸分析装置とその試薬は市販されている．また，この方法には多くの変法がある．

OPAは二級アミン(プロリンなどのイミノ酸)とは反応しないので，OPAと反応するように二級アミンを次亜塩素酸ナトリウムで酸化し，蛍光誘導体を生成させる．強酸性陽イオン交換カラムを用いて遊離アミノ酸を分離し，続いて次亜塩素酸ナトリウムで酸化し，OPA及び*N*－アセチル－L－システインや2－メルカプトエタノールのようなチオール化合物を用いて誘導体化する．α－アミノ酸の誘導体化は次亜塩素酸ナトリウムの影響をほとんど受けない．

イオン交換カラムでのアミノ酸の分離はpH及びイオン強度の変化を組み合わせて行う．溶出したアミノ酸をOPAで誘導体化した後，反応物を蛍光検出器に通過させる．OPA－誘導体化アミノ酸の蛍光強度は励起波長348nm，蛍光波長450nmで測定する．

検出限界はほとんどのアミノ酸誘導体で数10pmolのレベルである．数pmolから数10nmolの範囲で直線性が得られる．良好な組成値を求めるには，加水分解前の量として500ng以上の試料で分析を始めるのがこの方法にとって最も適している．

方法３　PITCプレカラム誘導体化法

フェニルイソチオシアネート(PITC)はアミノ酸と反応してフェニルチオカルバミル(PTC)誘導体を生成する．この誘導体は波長245nmで高感度に検出することができる．そのため，アミノ酸をPITCで誘導体化し，逆相HPLCで分離した後に紫外吸光光度計で検出し，アミノ酸組成を分析する．

誘導体化されたアミノ酸は，試薬を減圧下で除いた後，乾燥して凍結すれば数週間は安定に保存することができる．装置に注入するために溶解したものは，冷所に保存すれば，3日間はクロマトグラフ上での目立った変化は起こらない．

ODSカラムを用いた逆相HPLCでのPTC－アミノ酸の分離はアセトニトリル濃度と緩衝液のイオン強度の変化を組み合わせて行う．カラムから溶出したPTC－アミノ酸は波長254nmで検出する．

検出限界はほとんどのアミノ酸誘導体で1pmolである．20pmolから500pmolの範囲で相関係数0.999以上の良好な直線性が得られる．良好な組成値を求めるには，加水分解前の量として500ng以上の試料を用いるのがこの分析方法にとって最も適している．

方法４　AQCプレカラム誘導体化法

カラムに導入する前にアミノ酸を6－アミノキノリル－*N*－ヒドロキシスクシンイミジルカルバメイト(AQC)で誘導体化し，逆相HPLCで分離した後に蛍光光度計で検出する方法である．

AQCはアミノ酸と反応して安定な蛍光性尿素誘導体(AQC－アミノ酸)を生成する．AQC－アミノ酸は逆相HPLCで容易に分析できる．したがって，AQCでアミノ酸を誘導体化し，逆相HPLCで分離することによって，アミノ酸組成を分析することができる．

ODSカラムでのAQC－アミノ酸の分離はアセトニトリル濃度と塩濃度の変化を組み合わせて行う．この誘導体の蛍光は励起波長250nm，蛍光波長395nmで選択的に検出できるので，反応液を直接カラムに注入しても蛍光試薬の主要な副生成物である6－アミノキノリンの妨害はほとんど受けない．過剰の試薬は直ちに6－アミノキノリン，*N*－ヒドロキシスクシンイミド及び二酸化炭素に加水分解されるので($t_{1/2}$＜15秒)，1分後にはもはや誘導体化反応は起こらない．

AQC－アミノ酸のピーク面積は反応液を室温で放置しても少なくとも1週間は変化しない．この誘導体は非常に安定であるので，自動分析装置で一晩中分析することができる．

検出限界はシステイン以外のアミノ酸で約40～320fmolであり，システインの検出限界は約800fmolである．2.5～200μmol/Lの範囲で相関係数0.999以上の良好な直線性が得られる．良好なデータは，試料たん白質又はペプチド30ngに対応する加水分解物の分析で得られる．

方法５　OPAプレカラム誘導体化法

カラムに導入する前にアミノ酸を*o*－フタルアルデヒド(OPA)で誘導体化し，逆相HPLCで分離した後に蛍光光度計で検出する方法である．この方法では二級アミンのアミノ酸(例えば，プロリン)は検出しない．

OPAはチオール試薬の共存下で一級アミンと反応し，強い蛍光を持つイソインドール化合物を生成する．2－メルカプトエタノールや3－メルカプトプロピオン酸がチオール化合物として用いられる．OPAはそれ自体が蛍光を持たないので，妨害ピークは現れない．更に，速やかに反応することに加えて，水によく溶け，水溶液での安定性が高いことから，誘導体化と分析を自動化しやすい．この自動化には試料と試薬を混合するためのオートサンプラーを使用する．しかし，二級アミンと反応しないことが大きな欠点であり，この方法では二級アミンとして存在するアミノ酸(例えば，プロリン)が検出できない．この欠点を補うために，方法7又は方法8の分析法を組み合わせて行う．

OPAでプレカラム誘導体化したアミノ酸は逆相HPLCで分離する．OPA－アミノ酸誘導体は不安定であるので，HPLCでの分離と分析は誘導体化した後直ちに行う．HPLCにはアミノ酸誘導体を検出するために蛍光検出器を取り付ける．OPA－アミノ酸誘導体の蛍光強度は励起波長348nm，蛍光波長450nmで測定する．

検出限界は50fmol以下といわれているが，実際の分析における限界は1pmolである．

方法６　DABS-Clプレカラム誘導体化法

アミノ酸を(ジメチルアミノ)アゾベンゼンスルホニルクロリド(DABS-Cl)で誘導体化し，逆相HPLCで分離して可視光で検出する方法である．

DABS-Clはアミノ酸の標識に用いる発色性試薬である．DABS-Clで標識したアミノ酸(DABS－アミノ酸)は非常に安定であり，波長436nmに極大吸収を示す．

19種の天然にあるすべてのアミノ酸のDABS誘導体は，アセ

トニトリルと緩衝液からなるグラジエント溶出系を用いた逆相HPLCのODSカラムで分離することができる．カラムから分離して溶出したDABS－アミノ酸は可視領域の波長436nmで検出する．

この方法はプロリンのようなイミノ酸も他のアミノ酸と同程度の感度で測定できる．また，「たん白質の加水分解」の項の方法2に示した加水分解法，すなわちメルカプトエタンスルホン酸，*p*－トルエンスルホン酸又はメタンスルホン酸のようなスルホン酸類でたん白質又はペプチドを加水分解することによって，DABS-Cl誘導体化法はトリプトファンも同時に定量できる．アスパラギンやグルタミンのような酸に不安定なアミノ酸も，「たん白質の加水分解」の項の方法11に示したたん白質又はペプチドのBTI処理でそれぞれをジアミノプロピオン酸及びジアミノ酪酸に変換することによって分析することができる．

非たん白質性アミノ酸であるノルロイシンは，α－アミノ酸のピークと重なって溶出するので，本法の内標準物質としては使用できない．ニトロチロシンはいずれのアミノ酸ピークとも重ならないので，内標準物質に使用できる．

DABS－アミノ酸の検出限界は約1pmolである．2～5pmolの各DABS－アミノ酸が信頼性を持って定量的に測定でき，1分析当たりDABS化したたん白質加水分解物10～30ngが必要である．

方法７　FMOC-Clプレカラム誘導体化法

9－フルオレニルメチルクロロギ酸(FMOC-Cl)によりアミノ酸を誘導体化し，これを逆相HPLCで分離して蛍光で検出する方法である．

FMOC-Clは一級アミンと二級アミンの両方と反応し，強い蛍光を持つ物質を生成する．アミノ酸とFMOC-Clの反応は水溶液中，緩和な条件下で進行し，30秒で反応は完了する．この誘導体は安定であるが，ただヒスチジン誘導体だけは分解していく．FMOC-Clはそれ自体が蛍光を持っているが，過剰のこの試薬と蛍光性副生成物はFMOC－アミノ酸を消失させることなく除くことができる．

FMOC－アミノ酸はODSカラムを用いた逆相HPLCで分離される．この分離は，酢酸塩緩衝液／メタノール／アセトニトリル混液(5：4：1)から酢酸塩緩衝液／アセトニトリル混液(1：1)に直線的に変化させるグラジエント溶出で行われ，20種のアミノ酸誘導体は20分で分離される．カラムから溶出した各誘導体は励起波長を260nm，蛍光波長を313nmに設定した蛍光光度計で検出される．

検出限界は数fmolである．0.1～50μmol/Lの範囲でほとんどのアミノ酸は直線性を示す．

方法８　NBD-Fプレカラム誘導体化法

7－フルオロ－4－ニトロベンゼン－2－オキサ－1,3－ジアゾール(NBD-F)によりアミノ酸を誘導体化し，これを逆相HPLCで分離して蛍光で検出する方法である．

NBD-Fは一級アミンと二級アミンの両方と反応し，強い蛍光を持つ物質を生成する．アミノ酸はNBD-Fと60℃で5分間加熱することによって誘導体化される．NBD－アミノ酸誘導体は，アセトニトリルと緩衝液の混液からなるグラジエント溶出系を用いることによって逆相HPLCのODSカラムで分離され，17種のアミノ酸誘導体は35分で分離される．ε－アミノカプロン酸はクロマトグラム領域の平坦部に溶出するので，内標準物質として使用できる．カラムから溶出した各誘導体は励起波長を480nm，蛍光波長を530nmに設定した蛍光光度計で検出される．

この方法の感度は，OPAと反応しないプロリンを除いて，OPAプレカラム誘導体化法(方法5)の感度とほとんど同じであり，OPAと比べてNBD-Fのほうが都合がよいかもしれない．各アミノ酸の検出限界は約10fmolである．最終の標識反応溶液中に約1.5μgのたん白質加水分解物が含まれていれば，分析することができる．

データの計算と解析

たん白質又はペプチドの加水分解物中のアミノ酸含量を測定するときには，酸加水分解の段階でトリプトファンとシステインが分解されていることに注意する必要がある．セリンとトレオニンは酸加水分解により一部が分解され，イソロイシンとバリンは一部しか遊離されないことがある．メチオニンは酸加水分解中に酸化を受け，また，あるアミノ酸(例えば，グリシンやセリン)は外部から混入しやすい．気相加水分解で反応容器中を適切な真空度(0.0267kPa以下)にするか，又は不活性ガス(アルゴン)で置換すると酸化による破壊の程度を低くすることができる．したがって，たん白質又はペプチドの加水分解物中のシステイン，トリプトファン，トレオニン，イソロイシン，バリン，メチオニン，グリシン及びセリンの定量値は変動しやすく，その解析にはより一層の検討と考察が必要である．

計算

アミノ酸のモル%　アミノ酸のモル%とは，たん白質中の100アミノ酸残基当たりの特定アミノ酸残基数である．この値は試験するたん白質の分子量が明らかでないときのアミノ酸分析データを評価するのに有用である．この情報はたん白質又はペプチドの同定やその他の目的に利用できる．それぞれの分析方法に従って得られたピークを注意深く同定し，面積を測定する．試料中の各アミノ酸のモル%を次式により計算する．

$$100 r_U / r$$

r_U：個々のアミノ酸のピーク面積から求めた量(nmol)
r：試料中の全アミノ酸のピーク面積から求めた量(nmol)の合計

得られた各アミノ酸のモル%を既知たん白質のそれと比較することにより試料たん白質を同定することができる．

未知たん白質試料　このデータ解析法は，アミノ酸分析データを用いて未知たん白質試料のたん白質濃度を推定するのに利用できる．次式により回収された各アミノ酸の質量(μg)を計算する．

$$m M_W / 1000$$

m：回収されたアミノ酸の量(nmol)
M_W：ペプチド結合で除かれた水分子の質量を補正したアミノ酸の平均分子量

回収されたアミノ酸の質量の総計は，部分的又は完全に破壊されたアミノ酸を適切に補正した後のたん白質の総質量の推定値となる．未知たん白質の分子量がSDS-PAGEや質量分析でわかれば，そのアミノ酸組成が予測できる．次式により各アミノ酸の残基数を計算する．

$m/(1000M/M_{WT})$

m：回収されたアミノ酸の量(nmol)
M：たん白質の総質量(μg)
M_{WT}：未知たん白質の分子量

既知たん白質試料　このデータ解析法は，分子量とアミノ酸組成が既知のたん白質試料のアミノ酸組成及びたん白質濃度をアミノ酸分析データを用いて調べるのに利用できる．分析しようとするたん白質のアミノ酸組成が明らかなときには，あるアミノ酸の回収率は良好であるが，他のアミノ酸の回収率が完全又は部分的な破壊(例えば，トリプトファン，システイン，トレオニン，セリン，メチオニン)やペプチド結合の不完全開裂(すなわち，イソロイシンとバリンの開裂)又は遊離アミノ酸の外部からの混入(すなわち，グリシンやセリンの混入)のために必ずしも十分でない場合にこの解析法を活用することができる．

回収率の最も良いアミノ酸はそのたん白質を代表しているので，そのアミノ酸がたん白質を定量するのに利用される．一般に回収率の良いアミノ酸にはアスパラギン酸／アスパラギン，グルタミン酸／グルタミン，アラニン，ロイシン，フェニルアラニン，リシン，アルギニンがある．これら回収率の良いアミノ酸の種類は各自の分析装置での経験によって変わる．回収率の良い各アミノ酸の量(nmol数)をそのアミノ酸の理論量で除し，回収率の良い各アミノ酸に基づいたたん白質量を求め，これらの値を平均する．回収率の良い各アミノ酸によって求めたたん白質量は平均値に対して均等に分布していなければならない．平均値から大きくはずれた値は除外する．通常，平均値からの偏差が5%を超えるものは除外の対象と考えられる．残りの値から平均値を再計算して試料のたん白質量を求める．各アミノ酸の含量を計算で求めた平均たん白質含量で除して試料のアミノ酸組成を求める．

相対組成誤差(%)を次式により計算する．

$100m/m_S$

m：アミノ酸の実測値(アミノ酸残基当たりのnmol)
m_S：当該アミノ酸の理論量

平均相対組成誤差は各アミノ酸の相対組成誤差の絶対値の平均であり，通常，トリプトファン及びシステインはこの計算からは除かれる．この平均相対組成誤差はアミノ酸分析の全過程が適切に行われたかどうかについての重要な情報となる．たん白質試料のアミノ酸組成と既知組成との一致性は試料中のたん白質の同定と純度の保証に利用できる．

SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法は生物薬品中のたん白質の特性解析，及び純度試験や定量試験に用いられる．

特に生物薬品中のたん白質の同定及び均一性の評価に適した分析法である．また，たん白質のサブユニットの分子量の測定並びに精製たん白質のサブユニット組成の決定に日常的に用いられる．

既成のゲル及び試薬類が広く市販されているが，これらの市販品を用いた場合でも同等の結果が得られ，かつ，後述するバリデーションを行い，その基準に適合する限り，以下の方法に代わって利用して差し支えない．

1.　ポリアクリルアミドゲルの特性

ポリアクリルアミドゲルの分子ふるい効果は，隣接するポリアクリルアミド鎖と交差結合するビスアクリルアミドによって形成される繊維と孔の三次元的網目構造により得られる．この重合反応は過硫酸アンモニウム及びN,N,N',N'－テトラメチルエチレンジアミン(TEMED)からなるフリーラジカル生成系により触媒される．

ゲルのアクリルアミド濃度が増加すると有効孔径は減少する．ゲルの有効孔径は分子ふるい効果によって実験的に求められる．すなわち，巨大分子の移動を妨げる程度によって決められる．利用できるアクリルアミドの濃度には限界がある．高濃度ではゲルが壊れやすく取扱いが難しい．ゲルの孔径が減少するに従い，たん白質のゲル中の移動速度は減少する．アクリルアミドの濃度を調整して孔径を調節することによって，本法の解像度を目的たん白質に対して最適化させることができる．このようにゲルの物理的な性質はアクリルアミドとビスアクリルアミドの濃度によって定まる．

ゲルの組成に加え，たん白質の状態も電気泳動の移動度を決定する重要な要因となる．たん白質の電気泳動による移動度は荷電する基のpK値及びたん白質分子のサイズに依存する．また移動度は支持材料の性質と同様に，緩衝液の種類，濃度及びpH，又は温度及び電界強度などによっても影響を受ける．

2.　変性条件下ポリアクリルアミドゲル電気泳動

以下に例示する方法は質量14000～100000ダルトンの単量体ポリペプチドの分析に適用するものである．いろいろな技術(例えばグラジエントゲル，特殊な緩衝液系等)によってこの質量範囲を広げることは可能であるが，ここでは触れない．

ドデシル硫酸ナトリウム(SDS)を用いる変性条件下でのポリアクリルアミドゲル電気泳動法(SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法)は，たん白質性生物薬品の品質評価に最も一般的に利用される電気泳動法であり，以下の方法もこれを中心に記述する．一般に，たん白質を電気泳動により分析する際には，たん白質をポリペプチドの各サブユニットに解離させ，また凝集を最少にするような条件にしたポリアクリルアミドゲル中で分析を行う．通常はたん白質をゲルに添加する前に強陰イオン界面活性剤であるSDSと熱により解離させる．変性したポリペプチドはSDSと結合して負に荷電し，たん白質の種類とは無関係に一定の電荷－質量比を示す．SDSの結合量はほとんどの場合ポリペプチドの分子量に比例しており，そのアミノ酸配列に依存しないため，SDS－ポリペプチド複合体はゲル中をポリペプチドのサイズに依存した移動度で移動する．

生じたSDS－ポリペプチド複合体の電気泳動による移動度は，すべての複合体分子について質量に対して同じ関数関係にあるとみなされる．SDS－複合体は低分子量複合体のほうが高分子量のものより速く陽極に向かって移動すると想定できる．したがって，SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法での相対移動度からたん白質の分子量を測定することができ，またゲル中で単一のバンドになることが高純度の証明となる．

しかしながら，N－又はO－糖鎖のようにポリペプチド骨格への修飾が生じるものについては，SDSが糖に対してはポリ

ペプチドと同様には結合しないため，たん白質のみかけの分子量に大きく影響する．そのため電荷－質量比は一定にならない．このように翻訳後に修飾を受けたたん白質の場合，みかけの分子量はポリペプチドの質量を反映してはいない．

2.1.　還元条件

ポリペプチドのサブユニットと三次元構造は多くの場合S－S結合により保持されている．還元条件下でのSDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法の目的は，S－S結合を還元してこの構造を破壊したたん白質を電気泳動することにある．2－メルカプトエタノールやジチオスレイトール(DTT)などで処理してたん白質を完全に変性，解離させると，ポリペプチドの骨格がほどけた状態でSDSとの複合化が起こる．このような条件下では，ポリペプチドのサブユニットの分子量は適当な分子量マーカーがあれば直線回帰により求めることができる．

2.2.　非還元条件

試験目的によっては，たん白質をサブユニットペプチドへ完全に解離させたくない場合がある．2－メルカプトエタノールやDTTのような還元剤による処理をしなければ，S－S結合は完全に保持されたままとなり，たん白質はオリゴマーとして保持される．SDS－たん白質オリゴマー複合体はそれらのSDS－サブユニットポリペプチド複合体より移動速度は遅い．その上，非還元たん白質はSDSによって完全には飽和されないため，SDSと一定の質量比では結合しない．このため，完全に還元変性させたポリペプチドの分子量の測定に比べて非還元条件でのSDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法による分子量の測定はより複雑である．なぜなら，分子量を正確に比較するには標準物質と試料の双方が類似した形状である必要があるからである．一方，ゲル中で単一バンドに染色されることは，高純度であることの証明になる．

3.　不連続緩衝液系ゲル電気泳動の特徴

たん白質の混合物を分析するための最も一般的な電気泳動法は，二種の異なるゲルを連結する方法，すなわち，分離(下層)ゲルと濃縮(上層)ゲルからなる不連続な緩衝液系ゲルを用いる方法である．この二種のゲルは孔径，pH及びイオン強度において異なっている．更に，ゲル中と電極緩衝液で異なる移動イオンが用いられる．緩衝液系の不連続性によって，大容量の試料溶液でも濃縮ゲル中で濃縮され，結果として分離度が高まる．電圧をかけると試料溶液が存在するところで電圧が低下し，これによってたん白質が濃縮ゲル中に導入される．電極緩衝液からグリシンイオンがたん白質に続いて濃縮ゲル中に入る．移動の速い塩素イオンを先端に，これと比して移動が遅いグリシンイオンを後端とする移動界域が速やかに形成される．この先端イオンと後端イオンの境界間に高電圧が局所的に生じ，SDS－たん白質複合体は濃縮層を形成し，塩素イオン層及びグリシンイオン層の間を泳動する．添加した試料溶液の層高に関係なく，すべてのSDS－たん白質複合体はごく狭い範囲に濃縮され，極めて限定された高密度たん白質の薄い層として分離ゲル中に入る．孔径の大きな濃縮ゲルはほとんどのたん白質の移動を妨げず，主として対流防止物質として働いている．分離ゲルの孔径はより小さいので，濃縮ゲルと分離ゲルの境界面でたん白質の移動速度は急激に低下する．分離ゲル中ではゲルのマトリックスによる分子ふるい効果によってたん白質の移動速度は低下し続ける．グリシンイオンはたん白質を追い越し，トリスヒドロキシメチルアミノメタンとグリシンにより形成された均一なpH域に移動する．分子ふるい効果によりSDS－たん白質複合体はそれぞれの分子量に従って分離される．

4.　垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲルの調製

4.1.　ゲル形成カセットの組立て

ガラス板2枚(サイズ：例えば10cm×8cm)，ポリテトラフルオロエチレン製サンプルコウム，スペーサー2個及びシリコーンゴム管(直径：例えば0.6mm×35cm)をマイルドな洗剤で洗い，水で十分にゆすぐ．ペーパータオル又はティッシュで水分をとる．スペーサー及びシリコーンゴム管に非シリコーン性グリースを塗る．このスペーサーをガラス板の両短端側に端から2mm離し，更にゲルの底部に相当する長端側の端から2mm離した位置に取り付ける．次に片方のスペーサーに沿ってガラス板にシリコーンゴム管を取り付け始める．注意しながらスペーサーの下部でシリコーンゴム管を曲げてガラス板の長端側に向ける．長端側のシリコーンゴム管を指で押さえながらもう片方の短端側へ曲げて，取り付ける．2枚目のガラス板をきちんと置き，手で押さえる．両短端側を2個ずつの留め金で固定する．ガラス板の長端側を4個の留め金で固定してゲル枠の底部を形成させる．シリコーンゴム管がガラス板の端に沿って取り付けられ，留め金で固定したときに押し出されていないことを確認する．

4.2.　ゲルの調製

不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲルでは，両ゲルのアクリルアミド－ビスアクリルアミドの組成，緩衝液及びpHが異なるので，分離ゲル液を注ぎ，ゲルを形成させた後に濃縮ゲル液を注ぐ．

4.2.1.　分離ゲルの調製

表1に示した量に従って，目的濃度の分離ゲルを調製するのに必要なアクリルアミドを含む溶液適当量を三角フラスコ中で調製する．表に示した順序で組成分を混和する．過硫酸アンモニウム溶液及びTEMEDを加える前に，混和した液を必要に応じてセルロースアセテート膜(孔径：0.45μm)を用い吸引ろ過する；ろ過中に気泡が生じなくなるまでろ過装置を振りながら減圧する．表1に従って適量の過硫酸アンモニウム溶液及びTEMEDを加え，振り混ぜ，直ちにゲル形成枠の2枚のガラス板の間に注ぐ．濃縮ゲルのための十分なスペース(サンプルコウムの歯の長さプラス1cm)を残しておく．この液の上にピペットを用いてイソブタノール飽和水を注意してのせる．これを室温で垂直に放置してゲルを重合させる．

4.2.2.　濃縮ゲルの調製

分離ゲルの重合が完了(約30分)した後，イソブタノール層を捨て，ゲル上部を水で数回洗ってイソブタノール及び非重合のアクリルアミドを取り除く．ゲルの上部からできる限り水分を流し去り，更に残る水分をペーパータオルの端などで取り除く．

表2に示した量に従って，目的に応じた濃度のアクリルアミドを含む溶液の適当量を三角フラスコ中で調製する．示された順序で組成分を混和する．過硫酸アンモニウム溶液及びTEMEDを加える前に，混和した液を必要に応じてセルロースアセテート膜(孔径：0.45μm)を用い吸引ろ過する；ろ過中に気泡が生じなくなるまでろ過装置を振りながら減圧する．表2に従って適量の過硫酸アンモニウム溶液及びTEMEDを加え，振り混ぜ，直ちにゲル形成枠の2枚のガラス板の間にある分離ゲルの上に直接注ぐ．直ちに気泡が入らぬよう注意しながら清潔なサンプルコウムを濃縮ゲル液中に差し込む．更に濃縮ゲル

液をサンプルコウムのスペースが完全に満たされるよう加える．これを室温で垂直に放置してゲルを重合させる．

4.3. 電気泳動装置へのゲルの取付け及び泳動分離

ゲルの重合が完了した後(約30分)，サンプルコウムを注意して取り除き，直ちに水又はSDS－ポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液でみぞをゆすぎ，非重合アクリルアミドを除去する．必要ならば先端を鈍化した皮下注射針で濃縮ゲルのみぞをまっすぐに直す．片方の短端側の留め金をはずし，注意してシリコーンゴム管を取り除き，再び留め金を付ける．反対側についても同様に操作する．ゲル底部からシリコーンゴム管を取り除く．このゲルを泳動装置に取り付け，泳動緩衝液を上部及び下部の緩衝液槽に入れる．ガラス板間のゲル底部の気泡を取り除く．この操作を行うには曲がった注射針をつけた注射筒を用いると良い．緩衝液系の不連続性が壊れるので，試料液などを添加する前に予備泳動を行ってはならない．試料などの液を添加する前にSDS－ポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液でゲルのみぞを注意してゆすぐ．適切な試料用緩衝液を用いて試料液及び標準液を調製し，各条の規定に従って処理する．各々の液の適量を濃縮ゲルのみぞに添加する．各電気泳動装置に適した条件を用いて泳動を開始する．各電気泳動装置に応じた表面積及び厚さの異なるゲルを市販品として入手することもできる．最適な分離を得るためには泳動時間及び電流／電圧は泳動装置により変更する必要がある．分離ゲル中へ色素の先端が移動していることを確認する．色素がゲルの下部に到達したら，泳動を停止する．ゲル部を装置からはずし，ガラス板を取り除く．スペーサーを取り除き，濃縮ゲルを除去した後，直ちに染色操作に入る．

5. ゲル中のたん白質の検出

クーマシー染色はバンド当たり1～10μgのたん白質量が検出できる最も一般的な染色法である．銀染色はゲル中のたん白質の染色に最も鋭敏な方法で，10～100ngを含むバンドの検出が可能である．ゲル染色はすべて適切な容器中で静かに振り混ぜながら室温で行う．ゲル染色では指紋も染色されるので手袋をしなければならない．

5.1. クーマシー染色

十分な量のクーマシー染色試液中にゲルを浸し，少なくとも1時間染色する．染色試液を取り除く．

十分な量の脱色試液でゲルを脱色する．染色されたたん白質のバンドが透明な背景に明瞭に区別できるようになるまで脱色試液を数回交換する．ゲルの脱色が進めば進むほど，より少ないたん白質量を検出できるようになる．2～3gの陰イオン交換樹脂若しくは少量のスポンジ片を脱色試液中に入れると脱色を速めることができる．

注：この操作で用いられる酸－アルコール液はゲル中のたん白質を完全には固定しない．したがってゲルの染色及び脱色の操作中に分子量の低いたん白質は多少とも失われることがある．クーマシー染色試液中に浸す前にゲルを固定用トリクロロ酢酸試液中に1時間放置することにより耐久性の固定が得られる．

5.2. 銀染色

ゲルを十分な量の固定試液に浸し，1時間放置する．固定試液を除去し，新しい固定試液を加え，少なくとも1時間又は可能なら一夜放置する．固定試液を捨て，ゲルを水中で1時間洗う．ゲルを1vol％グルタルアルデヒド溶液中に15分間浸し，水で2回15分間ずつ洗う．次に暗所で新鮮な銀染色用硝酸銀試液中に15分間浸した後，5分間ずつ3回水で洗う．十分に染色されるまで現像試液中に約1分間ゲルを浸し，更に停止試液中で15分間放置して現像する．ゲルを水で洗う．

6. 染色したSDS－ポリアクリルアミドゲルの乾燥

使用する染色方法に応じて，ゲルの前処理法が異なる．クーマシー染色したものでは，脱色後少なくとも2時間濃グリセリン溶液(1→10)中にゲルを放置する(一夜放置してもよい)．銀染色の場合には，最後の洗浄の後に濃グリセリン溶液(1→50)中に5分間浸す．

次に，多孔性のセルロースフィルム2枚を水に浸し，5～10分間放置する．一方のフィルムを乾燥用枠にのせる．注意してゲルを取り上げ，そのフィルム上に置く．気泡をとり除き，ゲルの周囲に2～3mLの水を注ぎ，その上にもう1枚のフィルムをのせ，気泡を取り除く．乾燥用枠を組み立て，オーブン中又は室温で乾燥するまで放置する．

7. 分子量の測定

たん白質の分子量はそれぞれの移動度を分子量既知のいくつかのマーカーたん白質のそれと比較して算出する．一様に染色するように混和された分子量既知のマーカーたん白質の混合物がゲルのキャリブレーション用に市販されている．各種の分子量範囲のものが入手できる．分子量既知のマーカーたん白質の濃厚原液を適切な試料緩衝液で希釈し，測定しようとするたん白質試料と同一のゲルに添加する．

泳動の完了後，直ちに泳動イオンの先端を確認するためマーカー色素であるブロモフェノールブルーの位置に印を付ける．これにはゲルの端に切れ込みを入れる，若しくは墨汁に浸した針でゲルを刺すという方法がある．染色後，各たん白質のバンド(マーカーたん白質及び試料)について分離ゲルの上端からの移動距離を測定する．各たん白質の移動距離をマーカー色素の移動距離で割る．このようにして得られた移動距離はたん白質の(マーカー色素に対する)相対移動度と呼ばれ，R_fとして表される．マーカーたん白質の相対分子量(M_r)の対数をR_f値に対してプロットする．このグラフはわずかにS字状になることに注意すること．未知のたん白質の分子量は直線回帰分析によって，又は未知試料で得られた相対移動度がグラフの直線部分に位置する場合にはR_fに対する$\log M_r$の曲線に内挿することによって求めることができる．

8. 実施した試験の適合性(バリデーション)

分子量マーカーの先端がマーカー色素の移動距離の80％部分まで移動し，また必要とされる分離範囲(例えば，目的物質とその二量体又は目的物質とその類縁物質をカバーする範囲)において，分子量の対数値とR_f値をプロットするとき，7.に述べたような直線関係にあることが示された場合以外は，試験は無効である．その他，試料溶液についてはそれぞれの各条中に規定される．

9. 不純物の定量

各条に不純物の存在許容限度に関する規格値が規定されている場合，試料溶液を希釈して不純物の限度規格値に相当する標準溶液を調製する．例えば，限度規格値が5％なら，標準溶液は試料溶液を20倍に希釈したものになる．試料溶液から得た不純物のバンドは標準溶液から得た主バンドより濃くない．

バリデートされた条件下では，デンシトメーターを用いて主バンドに対して相対的濃度を測定することにより不純物を定量することができる．この場合，測定値に直線性が得られること

を確認するバリデーションを行う必要がある．

10.　試薬・試液

(ⅰ)　クーマシー染色試液：クーマシーブリリアントブルーR−250 125mgを水／メタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)100mLに溶かし，ろ過する．

(ⅱ)　現像試液：クエン酸一水和物2gを水に溶かし，100mLとする．この液2.5mLにホルムアルデヒド液0.27mLと水を加えて500mLとする．

(ⅲ)　固定試液：メタノール250mLにホルムアルデヒド液0.27mL及び水を加えて500mLとする．

(ⅳ)　硝酸銀試液，銀染色用：水酸化ナトリウム試液40mLにアンモニア水(28)3mLを加え，更にかき混ぜながら硝酸銀溶液(1→5)8mLを滴加する．次に水を加えて200mLとする．

(ⅴ)　脱色試液：水／メタノール／酢酸(100)混液(5：4：1).

(ⅵ)　停止試液：酢酸(100)10mLに水を加えて100mLとする．

(ⅶ)　トリクロロ酢酸試液，固定用：トリクロロ酢酸10gを水／メタノール混液(5：4)に溶かし，100mLとする．

表1　分離ゲルの調製

溶液の組成		各溶液の容量(mL)／ゲル容量							
		5mL	10mL	15mL	20mL	25mL	30mL	40mL	50mL
6%アクリルアミド	水	2.6	5.3	7.9	10.6	13.2	15.9	21.2	26.5
	アクリルアミド溶液*1	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	8.0	10.0
	1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)*2	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100g/L SDS*3	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100g/L APS*4	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED*5	0.004	0.008	0.012	0.016	0.02	0.024	0.032	0.04
8%アクリルアミド	水	2.3	4.6	6.9	9.3	11.5	13.9	18.5	23.2
	アクリルアミド溶液*1	1.3	2.7	4.0	5.3	6.7	8.0	10.7	13.3
	1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)*2	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100g/L SDS*3	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100g/L APS*4	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED*5	0.003	0.006	0.009	0.012	0.015	0.018	0.024	0.03
10%アクリルアミド	水	1.9	4.0	5.9	7.9	9.9	11.9	15.9	19.8
	アクリルアミド溶液*1	1.7	3.3	5.0	6.7	8.3	10.0	13.3	16.7
	1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)*2	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100g/L SDS*3	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100g/L APS*4	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED*5	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02
12%アクリルアミド	水	1.6	3.3	4.9	6.6	8.2	9.9	13.2	16.5
	アクリルアミド溶液*1	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0	12.0	16.0	20.0
	1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)*2	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100g/L SDS*3	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100g/L APS*4	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED*5	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02
14%アクリルアミド	水	1.4	2.7	3.9	5.3	6.6	8.0	10.6	13.8
	アクリルアミド溶液*1	2.3	4.6	7.0	9.3	11.6	13.9	18.6	23.2
	1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)*2	1.2	2.5	3.6	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100g/L SDS*3	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100g/L APS*4	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED*5	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02
15%アクリルアミド	水	1.1	2.3	3.4	4.6	5.7	6.9	9.2	11.5
	アクリルアミド溶液*1	2.5	5.0	7.5	10.0	12.5	15.0	20.0	25.0
	1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)*2	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100g/L SDS*3	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100g/L APS*4	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED*5	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02

＊1　アクリルアミド溶液：30%アクリルアミド／ビスアクリルアミド(29：1)溶液

＊2　1.5mol/Lトリス溶液(pH8.8)：1.5mol/Lトリス塩酸塩緩衝液，pH8.8

＊3　100g/L SDS：100g/Lドデシル硫酸ナトリウム溶液

＊4　100g/L APS：100g/L過硫酸アンモニウム溶液．過硫酸アンモニウムはフリーラジカルを生成してアクリルアミドとビスアクリルアミドの重合を促す．過硫酸アンモニウムは次第に分解するので，溶液は用時調製すること．

＊5　TEMED：*N,N,N′,N′*−テトラメチルエチレンジアミン

表2　濃縮ゲルの調製

溶液の組成	各溶液の容量(mL)／ゲル容量							
	1mL	2mL	3mL	4mL	5mL	6mL	8mL	10mL
水	0.68	1.4	2.1	2.7	3.4	4.1	5.5	6.8
アクリルアミド溶液*1	0.17	0.33	0.5	0.67	0.83	1.0	1.3	1.7
1.0mol/Lトリス溶液(pH6.8)*2	0.13	0.25	0.38	0.5	0.63	0.75	1.0	1.25
100g/L SDS*3	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08	0.1
100g/L APS*4	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08	0.1
TEMED*5	0.001	0.002	0.003	0.004	0.005	0.006	0.008	0.01

＊1　アクリルアミド溶液：30%アクリルアミド／ビスアクリルアミド(29：1)溶液
＊2　1.0mol/Lトリス溶液(pH6.8)：1mol/Lトリス塩酸塩緩衝液，pH6.8
＊3　100g/L SDS：100g/Lドデシル硫酸ナトリウム溶液
＊4　100g/L APS：100g/L過硫酸アンモニウム溶液．過硫酸アンモニウムはフリーラジカルを生成してアクリルアミドとビスアクリルアミドの重合を促す．過硫酸アンモニウムは次第に分解するので，溶液は用時調製すること．
＊5　TEMED：*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン

キャピラリー電気泳動法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

キャピラリー電気泳動法は，毛細管内の電解質液中に存在する荷電試料が直流電場の影響下で移動することに基づいた物理的な分析法である．

電場Eにおける移動速度は，試料の電気泳動移動度と毛細管内の緩衝液の電気浸透移動度により決まる．電気泳動移動度μ_{ep}は試料の特性(電荷，分子の大きさと形)と緩衝液の特性(電解液の種類とイオン強度，pH，粘性及び添加剤)に依存する．球形を想定した物質の電気泳動速度ν_{ep}は，次式により与えられる：

$$\nu_{ep}=\mu_{ep}E=\left(\frac{q}{6\pi\eta r}\right)\left(\frac{V}{L}\right)$$

q：粒子の有効電荷
η：緩衝液の粘度
r：溶質イオンのStokes半径
V：電圧
L：毛細管の全長

緩衝液で満たされた毛細管に電圧を印加すると，電気浸透流と呼ばれる溶媒の流れが毛細管内に発生する．電気浸透流の速度は毛細管内壁の電荷密度及び緩衝液の特性に依存する電気浸透移動度μ_{eo}により決まる．電気浸透速度ν_{eo}は次式により与えられる：

$$\nu_{eo}=\mu_{eo}E=\left(\frac{\varepsilon\zeta}{\eta}\right)\left(\frac{V}{L}\right)$$

ε：緩衝液の誘電率
ζ：毛細管内壁のゼータ電位

試料の移動速度(ν)は次式により与えられる：

$$\nu=\nu_{ep}+\nu_{eo}$$

試料の電気泳動移動度と電気浸透移動度は試料の電荷により，同方向又は反対方向に働く．通常のキャピラリー電気泳動法では陰イオンは電気浸透流と逆方向に泳動され，移動速度は電気浸透流より遅い．陽イオンは電気浸透流と同方向に泳動され，移動速度は電気浸透流より速い．試料イオンの電気泳動速度と比べて速い電気浸透流が存在する条件下では，陽イオン，陰イオンの両者を一斉分析することが可能である．

毛細管の試料導入末端から検出部までの距離(有効長，l)を試料が移動するのに要する時間(t)は，次式により与えられる：

$$t=\frac{l}{\nu_{ep}+\nu_{eo}}=\frac{l\times L}{(\mu_{ep}+\mu_{eo})V}$$

通常，内面未処理の溶融シリカ毛細管は，pH3以上で内壁に存在するシラノール基が解離することにより負電荷を帯びる．したがって，陽極側から陰極側へと向かう電気浸透流が発生する．試料の移動速度において高い再現性を得るために電気浸透流を一定に保つ必要がある．分析の目的によっては，毛細管の内壁を修飾したり，緩衝液の濃度，組成及びpHを変えることにより電気浸透流を抑制することが必要な場合がある．

試料導入後，各試料成分イオンは，それぞれのゾーンとして電気泳動移動度に応じて電解質内を移動する．ゾーンの分散，すなわちそれぞれの試料バンドの広がりはいろいろな現象によって起こる．理想的な条件では試料ゾーンの広がりに対する唯一の原因は毛細管に沿った方向への試料成分の分子拡散(軸方向拡散)である．理想的な場合のゾーンの分離効率は，理論段数(N)として次式により表される：

$$N=\frac{(\mu_{ep}+\mu_{eo})\times V\times l}{2\times D\times L}$$

D：緩衝液中での試料の分子拡散

実際には，熱放散，毛細管壁への試料吸着，試料と緩衝液間の伝導率の不均一性，試料プラグ(層)の長さ，検出セルのサイズ，泳動液槽の水位差なども，ゾーンの広がりの原因となりうる．

二つのバンド間の分離(分離度R_Sとして表される)は，試料の電気泳動移動度，キャピラリー内に発生する電気浸透移動度を変更して各試料イオンのゾーンの分離効率を向上することにより達成される．

$$R_S=\frac{\sqrt{N}(\mu_{epb}-\mu_{epa})}{4(\bar{\mu}_{ep}+\mu_{eo})}$$

μ_{epa}及びμ_{epb}：分離した2種類の試料イオンの電気泳動移動度
$\bar{\mu}_{ep}$：2種類の試料イオンの電気泳動移動度の平均
$\left(\bar{\mu}_{ep}=\frac{1}{2}(\mu_{epb}+\mu_{epa})\right)$

装置

キャピラリー電気泳動装置は下記のものから構成される．

（1）　電圧可変高電圧電源

（2）　規定の陽極液及び陰極液を入れ，同じ水位に保持された二つの泳動液槽

（3）　泳動液槽に浸され，電源に接続した一対の電極(陰極と陽極)

（4）　光学検出用ウインドウを設けた分離用毛細管(通常溶融石英製)．毛細管の両端は泳動液槽中に置かれる．この毛細管は各条で規定する溶液で満たされる．

（5）　適切な試料導入システム

（6）　所定の時間に毛細管の検出部を通過する目的物質の量をモニターできる検出器．通常，紫外可視吸光度測定法あるいは蛍光光度法によるが，分離目的によっては電導度測定，電流測定又は質量分析による検出も有用である．紫外吸収又は蛍光性を持たない化合物には間接的な検出法が用いられる．

（7）　再現性のよい分離が得られるように毛細管内の温度を一定に保つことのできる温度調節システムが勧められる．

（8）　レコーダー及び適切なインテグレーター又はコンピューター

注入操作とその自動化は正確な定量分析のために重要である．注入方法として，落差法，加圧法あるいは吸引法及び電気的な導入法がある．電気的に導入される各試料成分の量は，各々の電気泳動移動度に依存し，この試料導入法の採否を決定する要素となる．

各条に規定された毛細管，泳動液，毛細管の分析前処理法，試料溶液及び分析条件を用いる．分析中に検出を妨害したり，気泡が発生して通電が遮断されることを防ぐため，泳動液はろ過及び脱気を行う．泳動時間について，高い再現性を得るためには，各分析法において厳密な毛細管の洗浄手順を設定しておくべきである．

1.　キャピラリーゾーン電気泳動法

キャピラリーゾーン電気泳動法では，対流を防ぐ支持体を含まない緩衝液のみを満たした毛細管内で試料を分離する．この方法では，試料中のそれぞれの成分が，異なる速度で不連続のバンドとして移動することにより分離が起こる．各バンドの移動速度は毛細管内での溶質の電気泳動移動度と電気浸透流に依存する(概論参照)．シリカ表面に吸着しやすい物質の分離能を高めるために内面修飾された毛細管も使用できる．

本分離モードを用いて，低分子試料(M_r＜2000)並びに高分子試料(2000＜M_r＜100000)を分析できる．キャピラリーゾーン電気泳動法の高い分離効率により，質量電荷比がわずかしか異ならない分子間の分離も可能となる．この分離法ではキラルセレクター(chiral selectors)を分離用緩衝液に加えることによってキラル化合物の分離も可能となる．

分離の最適化

複数のパラメーターが分離に関与する場合には，分離条件の最適化が複雑になる．この分離法の条件設定では，機器及び電解質溶液が主要なパラメーターである．

機器に関するパラメーター

（1）　電圧　印加電圧及びカラム温度の決定には，ジュール熱プロットが有用である．分離時間は印加電圧に反比例する．しかし，電圧を上げると過剰な熱が発生し，毛細管内部の緩衝液の温度が上昇し泳動液の粘度にむらが生じる．結果としてバンドが広がり，分離度を低下させる．

（2）　極性　電極の極性については通常の電圧印加(試料導入側が陽極，廃液側が陰極)で，電気浸透流は陰極側へ流れる．極性を逆にした場合には電気浸透流は廃液側から導入側へ向かって発生し，電気浸透流よりも速い電気泳動移動度を持つ試料のみが検出部を通過する．

（3）　温度　温度の影響は主に，泳動液の粘度と導電率に対して見られ，移動速度に影響を与える．場合によっては毛細管温度の上昇がたん白質の立体構造を変化させ，それらの移動時間や分離効率が変化することもある．

（4）　毛細管　毛細管の寸法(長さ及び内径)は分析時間，分離効率及び試料容量に影響を与える．全長の増加は電場を減少(定電圧時)させ，有効長及び全長の増加により泳動時間が長くなる．緩衝液と電場が一定ならば，熱放散効率は毛細管内径により異なる．したがって，それによって起こされる試料バンドの拡散は毛細管の内径によっても変化する．また，使用する検出法にもよるが，内径が変わると試料導入量が変化するため，検出限界にも影響を及ぼす．

毛細管内壁への試料成分の吸着が分離効率を低下させるため，分離法の設定で吸着を防ぐ方法を考慮する必要がある．特にたん白質を試料とする場合，吸着を防ぐいくつかの方法が工夫されている．その方法として緩衝液組成の工夫(高又は低pHや陽イオン性添加剤の内壁への吸着)をするだけでたん白質の吸着を防ぐ方法もある．その他，たん白質と負電荷を帯びたシリカ表面との相互作用を防ぐために，毛細管内壁を共有結合によりポリマーで被覆する手法がある．この目的のために，親水性の中性ポリマーや陽イオン性又は陰イオン性ポリマーで修飾された毛細管を入手することができる．

電解質溶液に関するパラメーター

（1）　緩衝液の種類と濃度　キャピラリー電気泳動法に適した緩衝液は，使用するpH範囲内で適当な緩衝能を持ち，また，電流発生を最少に抑えることができる低移動性のものである．

可能ならば緩衝液イオンの移動度を溶質の移動度に合わせることにより，ピーク形状のゆがみを最少にすることができる．分離効率を高め検出感度を向上するために，キャピラリー内において試料ゾーンの収束を図る上で，試料溶媒の種類も重要である．

一定のpHにおいて緩衝液濃度を高くすると電気浸透流及び試料の移動速度は減少する．

（2）　緩衝液のpH　緩衝液のpHは，試料や添加剤の電荷及び電気浸透流に影響するので，試料の分離に影響を及ぼす．たん白質及びペプチドの分離において，緩衝液のpHを試料の等電点より高いpHから等電点より低いpHに変えることにより，試料の正味の電荷が負から正に変化することになる．一般に，緩衝液のpHを高めると電気浸透流は速くなる．

（3）　有機溶媒　試料又は泳動液添加剤の溶解度を高めたり，試料成分のイオン化度を変えるために水性緩衝液に有機溶媒(メタノール，アセトニトリルなど)を添加する場合がある．一般にこれらの有機溶媒の緩衝液への添加は電気浸透流を低下させる．

（4）　キラル分離のための添加物質　光学異性体を分離するためには，泳動液にキラルセレクターを添加する．最も一般的に用いられるキラルセレクターはシクロデキストリン類であるが，クラウンエーテル類，多糖類若しくはたん白質が使用される場

合もある．光学異性体の認識はキラルセレクターとそれぞれの鏡像異性体との相互作用が異なることによるため，その分離度は用いるキラルセレクターの種類により著しく異なる．内腔の大きさの異なるシクロデキストリン類(α－，β－，γ－シクロデキストリン)，中性基(メチル，エチル，ヒドロキシアルキルなど)又は極性基(アミノメチル，カルボキシメチル，スルホブチルエーテルなど)を持つシクロデキストリン類を用いることができる．修飾シクロデキストリンを使用するとき，製品間で修飾率にばらつきがあるため，キラル分離に影響を及ぼすことがあるので，注意する必要がある．キラル分離で分離度に影響を与えるそのほかの因子として，キラルセレクターの濃度，緩衝液の組成とpH，及び分析温度がある．メタノール又は尿素のような有機系添加剤の使用も分離度に影響を与える．

2. キャピラリーゲル電気泳動法

キャピラリーゲル電気泳動法では，分子ふるい効果を持つゲルを充てんした毛細管内で分離が行われる．類似した質量電荷比を持つ分子において，分子サイズの小さい成分が大きい成分よりもゲルのネットワーク内を自由に移動できることから，小分子が大分子よりも速い速度で泳動されることで分離が達成される．キャピラリーゲル電気泳動法は類似した質量電荷比を持つ生体高分子(例えばたん白質及びDNA断片)をそれらの分子量に従って分離できる．

ゲルの特徴

二種類のゲルが用いられる．架橋型ゲルと非架橋型ゲルである．架橋されたポリアクリルアミドゲルのような化学ゲルは，毛細管内でモノマーを重合させて調製する．通常ゲルは溶融シリカ内壁と結合しているので，毛細管を破壊しない限り取り去ることはできない．ゲルを還元条件下でたん白質の分析に使用するときは，泳動液は通常ドデシル硫酸ナトリウム(SDS)を含み，試料を導入する前にSDSと2－メルカプトエタノール又はジチオスレイトールの混液と加熱して変性させる．非還元的条件の分析(例えば未変性の抗体)では，2－メルカプトエタノール及びジチオスレイトールを使用しない．架橋ゲル中での分離において(「1.キャピラリーゾーン電気泳動法」で述べたように)，泳動液の調節やゲル調製時のアクリルアミドの濃度や架橋剤の比率を変更してゲルのポアサイズを調節することによって最適化できる．一般に，ポアサイズが小さい場合は試料の移動度も小さくなる．ゲルは強固なため試料導入は電気的方法を利用する必要がある．

流動性(非架橋型)ゲルとして，直鎖ポリアクリルアミド，セルロース誘導体，デキストランなどの水溶性ポリマーも分子ふるいの効果を有する．これらの分離媒体は，架橋型ポリマーと比べて調製が容易である．バイアル中で調製し，電気浸透流が発生しないように内壁が修飾された毛細管に圧力によって充てんすることができる．一般に試料を導入する前にゲルを交換することにより分離の再現性は高くなる．高分子量のポリマー(一定の濃度で)を使うか，ポリマー濃度(一定の分子量で)を低くすることで，ゲルのポアサイズを大きくすることができる．ゲルのポアサイズを小さくすると同一緩衝液では試料の移動度は小さくなる．これらのポリマーは緩衝液に溶解しても粘性は低いので，試料の導入は落差法及び電気的導入法のいずれでも行える．

3. キャピラリー等電点電気泳動法

等電点電気泳動法では，分離緩衝液に溶解した広範囲の等電点(pI)を持つ両性電解質(ポリアミノカルボン酸)により形成されたpH勾配中で，試料分子はそのpI以外のところでは電荷を持つため電場の影響下で移動する．

等電点電気泳動法の三つの基本的なステップは，試料添加(loading)，集束(focusing)及び移動(mobilization)である．

(1) 試料添加　二つの方法を利用できる．

(i) ワンステップ添加：試料を両性電解質と混和し，加圧又は吸引により毛細管に導入する．

(ii) 連続的な添加：リーディング緩衝液(leading buffer)，両性電解質，両性電解質と混和した試料，両性電解質，最後にターミナル緩衝液(terminating buffer)の順に毛細管に導入する．試料の容量はpH勾配を乱さないように少量でなければならない．

(2) 集束　電圧を印加すると，両性電解質はそれぞれの電荷により陰極あるいは陽極へと移動し，陽極(低いpH)から陰極(高いpH)へpH勾配が形成される．同時に分離する成分は，それらの等電点(pI)に対応するpHのところに移動し，集束すると電流が著しく低下する．

(3) 移動　分離した成分のバンドを検出部まで移動させる．三種の方法を利用できる：

(i) 第1の方法では，電気浸透流により集束中に成分移動が達成される．ただし，成分を集束させるために電気浸透流を小さくする必要がある．

(ii) 第2の方法では，集束終了後に圧力を用いて移動させる．

(iii) 第3の方法では，集束終了後に陰極又は陽極側の泳動液(移動させたい方向により選択)に塩類を加えて電圧を印加すると毛細管中のpHが変化し，成分が移動する．pHが変化するにつれてたん白質と両性電解質は塩類を加えた液槽の方向へ移動し，検出器を通過する．

得られる分離はpH勾配($\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x$)，異なる等電点を持つ両性電解質の数，分子拡散係数D，電場の強さE及びそのpHにおける試料の電気泳動移動度の変化($-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH$)から$\Delta pI$により表すことができる．

$$\Delta pI=3\sqrt{\frac{D\left(\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x\right)}{E\left(-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH\right)}}$$

最適化

分離条件を決定する主要なパラメーターを以下に示す．

(1) 電圧　キャピラリー等電点電気泳動法では集束時に300～1000V/cmの高電場を利用する．

(2) 毛細管　試料を検出部まで移動させる方法(上記参照)によっては電気浸透流を消失若しくは最小限に抑えなければならない．内面修飾された毛細管は電気浸透流を抑えるものが多い．

(3) 溶液類　陽極槽には等電点が最も酸性の両性電解質の等電点より低いpHの液を満たし，陰極槽には最も塩基性の両性電解質の等電点より高いpHの液を満たす．陽極側にはリン酸が，陰極側には水酸化ナトリウムがしばしば使用される．

両性電解質液にメチルセルロースのようなポリマーを添加すると，粘性が増すことによって対流や電気浸透流が抑制される．市販の両性電解質にはいろいろなpH範囲のものがあり，広いpH範囲が必要なときには，混和して使用する．広いpH範囲は試料の等電点を推定するために用い，狭い範囲のものは測定精

度を上げるために用いられる．標準たん白質マーカーの等電点と移動時間の関係からpHを校正することができる．

必要ならば，グリセリン，界面活性剤，尿素，両性イオン緩衝剤などを緩衝液に添加することにより等電点でたん白質が沈殿することを防ぐことができる．しかし，尿素は濃度によってはたん白質を変性させてしまう．

4.　ミセル動電クロマトグラフィー(MEKC)

ミセル動電クロマトグラフィー(MEKC)では，臨界ミセル濃度(*cmc*)以上の濃度で界面活性剤を含む電解質溶液中で分離が行われる．試料分子は水性緩衝液とミセルからなる疑似固定相へ，試料の分配係数に基づいて分配される．したがって，この方法は電気泳動とクロマトグラフィーの両者の特徴を有する．MEKCは，キャピラリー電気泳動の効率，スピード及び装置への適応性を兼ね備え，かつ中性及び荷電した試料の両者の分離に利用できる電気泳動法である．MEKCで最も広く用いられる界面活性剤は陰イオン性のSDSであるが，セチルトリメチルアンモニウム塩のような陽イオン性界面活性剤も用いられる．

MEKCにおける分離のメカニズムは以下のとおりである．中性及びアルカリ性pHにおいては，強い電気浸透流が発生し，泳動液は陰極方向に移動する．SDSを用いると負電荷を持つミセルは電気的に逆の陽極方向へ移動する．その結果，泳動液に比べてミセルの移動速度は遅くなる．中性物質の場合には，ミセルと水性緩衝液の間で分配が起こり，電気泳動されないため，その移動速度はミセルと水性緩衝液間の分配係数のみに依存する．電気泳動図において，中性物質由来のピークは常に電気浸透流マーカーのピークとミセルのピークの間に存在する(これらの二つのピーク間はseparation windowと呼ばれる)．電荷を持つ試料の場合，その移動速度はミセルと水性緩衝液間の分配係数とミセルが存在しない場合の電気泳動移動度との両者に依存する．

中性又は弱くイオン化した試料のMEKCにおける分離原理は本質的にはクロマトグラフィーであるので，試料の移動度と分離は試料の(k')，すなわちミセル中の溶質のモル数と移動相中のモル数の比である質量分布比(D_m)で一般化することができる．

$$k' = \frac{t_R - t_0}{t_0\left(1-\frac{t_R}{t_{mc}}\right)} = K\frac{V_S}{V_M}$$

t_R：試料の移動時間

t_0：保持されない物質の移動時間(ミセルに取り込まれない電気浸透流マーカー，例えばメタノールの移動時間)

t_{mc}：ミセルの移動時間(ミセルに常時取り込まれて，ミセルと共に移動するズダンⅢ(Sudan Ⅲ)のようなミセルマーカーの移動時間)

K：試料の分配係数

V_S：ミセル相の容積

V_M：移動相の容積

同様に，2種類の隣接して移動する試料間の分離度(R_S)は次式で得られる：

$$R_S = \frac{\sqrt{N}}{4} \times \frac{\alpha - 1}{\alpha} \times \frac{k'_b}{k'_b + 1} \times \frac{1-\left(\frac{t_0}{t_{mc}}\right)}{1+\left(\frac{t_0}{t_{mc}}\right)k'_a}$$

N：一方の成分の理論段数

α：選択性

k'_a，k'_b：両成分の質量分布比($k'_b > k'_a$)

同様の関係から，電気的に荷電した試料に対するk'値及びR_S値が得られる．

最適化

MEKCにおける分析条件を決定する際に考えられる主なパラメーターとして以下に示すものがある．

機器に関するパラメーター

(1)　電圧　分析時間は電圧に反比例する．しかし電圧を上げると熱を発生し，毛細管の断面で熱及び粘度の勾配が生じる．この効果はミセルを含むような高導電性の泳動液で著しく起こりやすい．熱放散が不十分な場合にはゾーンの拡散を引き起こし，分離度が低下する．

(2)　温度　毛細管の温度の変動は試料の緩衝液とミセルへの分配係数，臨界ミセル濃度及び泳動液の粘度に影響を及ぼす．これらのパラメーターは試料の移動時間に影響する．適切な冷却システムを用いることで試料の移動時間の再現性が改善される．

(3)　毛細管　キャピラリーゾーン電気泳動法におけるように，毛細管の寸法(長さ及び内径)が分離時間及び分離効率に影響を与える．有効長及び全長を長くすると(定電圧下では)電場が低くなり，移動時間が長くなるため分離効率が向上する．内径は(同一泳動液及び同一電場下で)熱放散に関与し，結果として試料ゾーンの拡散にかかわる．

電解質溶液に関するパラメーター

(1)　界面活性剤の種類と濃度　界面活性剤の種類はクロマトグラフィーの固定相と同様に分離の選択性を変えるので分離度に影響を与える．界面活性剤の濃度の増加に伴い，中性化合物のlog k'値は直線的に増加する．k'が$\sqrt{t_m/t_0}$値に近づくとMEKCにおける分離度は最大に達するので，移動相中の界面活性剤の濃度が変わると分離度は変化する．

(2)　緩衝液のpH　pHはイオン化していない試料の分配係数を変えないが，コーティングしていない毛細管中の電気浸透流を変化させる．MEKCにおいて，pHが下がると電気浸透流が減少し，そのため分析時間が長くなり，中性試料の分離度が向上する．

(3)　有機溶媒類　疎水性化合物のMEKCにおける分離を改善するため，電解質溶液にメタノール，プロパノール，アセトニトリルなどを添加することができる．これらの溶媒の添加により一般に移動時間及び分離の選択性が減少する．有機溶媒の添加は臨界ミセル濃度に影響を与える．有機溶媒濃度を高くするとミセル形成が阻害されるので，MEKCの分配メカニズムが失われるような高濃度では使用できない．高濃度の有機溶媒の存在によるミセルの消失が必ずしも分離を不可能にするということではなく，イオン性の界面活性剤モノマーと中性の試料との疎水性相互作用により電気泳動的に分離可能な親溶媒性の複合体が形成される場合もある．

(4)　光学分離用添加物質　MEKCで光学異性体を分離するた

めにはキラルセレクターを界面活性剤と共有結合させたり，泳動液に添加するなどしてミセル分離系に加える．光学識別できる部位を持つミセルには*N*－ドデカノイル－L－アミノ酸塩，胆汁酸塩などがある．光学活性体の分離は，光学認識能のない界面活性剤を含む電解質溶液にシクロデキストリン類のようなキラルセレクターを添加することによっても達成される．

（5）　その他の添加剤　泳動液に化学物質を添加して，選択性を変更させる方法がいくつかある．数種のシクロデキストリン類を添加してミセルと疎水性試料間の相互作用を競合させ，選択性を高めることもできる．

ミセルに吸着する化合物を加えて試料とミセル間の相互作用を調節し，MEKCにおける分離を改善できる．これらの添加剤にイオン性あるいは非イオン性の他種の界面活性剤を添加して混合ミセルを形成したり，ミセルに溶けて試料と錯体形成が可能な金属陽イオンを加えることもできる．

定量分析

ピーク面積は，以下の理由から対応するピークの泳動時間で除することにより正しい面積を求める．

（1）　分析ごとの移動時間の変動によるピークレスポンスの補正

（2）　異なる泳動時間で観察される試料成分間のレスポンスの補正

内標準物質を使用する場合は，定量しようとする物質のピークが内標準物質のピークと重ならないことを確認する．

計算

得られた値から目的成分の含量を算出する．処方されている試料の場合は，測定しようとする一成分又は複数成分の含量%を，溶媒や添加剤以外の全ピークの補正した総面積に対する目的ピークの面積%として求める．自動積分システム(インテグレーター又はデータ読込み処理装置)の使用が推奨される．

適合性パラメーター

キャピラリー電気泳動システムのチェックには適合性パラメーターを使用する．これらのパラメーターは用いるキャピラリー電気泳動法の分離モードにより選択する．質量分布比(k'，ミセル動電クロマトグラフィーの場合のみ)，理論段数(N)，シンメトリー係数(A_S)及び分離度(R_S)がある．N 及びR_Sに関する理論的説明は上述のとおりであるが，電気泳動図から次式によってこれらのパラメーターを算出することができる．

理論段数

$$N=5.54\left(\frac{t_R}{w_h}\right)^2$$

t_R：目的成分のピークの移動時間又は試料導入点から目的成分のピークの頂点から垂直に下ろした点までのベースラインに沿った距離

w_h：ピークの半値幅

分離度

ほとんど同じピーク高さを持つ2種類の成分間の分離度(R_S)は次の式で表される．

$$R_S=\left(\frac{1.18(t_{R2}-t_{R1})}{w_{h1}+w_{h2}}\right)$$

$t_{R2}>t_{R1}$

t_{R1}，t_{R2}：泳動時間又は試料注入点から隣り合う二つのピークのそれぞれの頂点から垂直に下した各線のベースラインに沿った各点までの距離

w_{h1}，w_{h2}：各ピークの半値幅

一部分離しているピークの場合は二つのピーク間の谷の高さ(H_v)と小さい方のピークの高さ(H_p)を測定し，その比を計算して分離度を算出してもよい．

$$p/v=\frac{H_p}{H_V}$$

ピークの対称性

ピークの対称性を示すシンメトリー係数は次式により計算することができる：

$$A_S=\frac{w_{0.05}}{2d}$$

$w_{0.05}$：ピーク高さの1／20におけるピーク幅

d：ピーク頂点から垂直に下した点とピーク高さの1／20におけるピークの立上がり部分との距離

面積の再現性(面積又は面積と移動時間の比の標準偏差)及び移動時間の再現性(移動時間の標準偏差)の試験を適合性パラメーターに加えるべきである．移動時間の再現性は，毛細管の洗浄操作の適合性の試験になる．移動時間の再現性が低い場合には，内標準物質との相対移動時間を用いて再現性を補うことができる．

標準試料に対するSN比を調べる(又は定量限界の測定)試験も有用である．

シグナル－ノイズ比

検出限界値及び定量限界値はそれぞれSN比3以上及び10以上に相当する．SN比は次式を用いて計算する．

$$S/N=\frac{2H}{h}$$

H：規定の標準試料溶液で得られた電気泳動図中の目的成分に相当するピークの高さ，ピークトップから半値幅の20倍に相当する範囲から推定できるベースラインまでの距離を測定する．

h：ブランクの注入後に得られた電気泳動図で，規定の標準試料溶液から得られた泳動図中のピークの半値幅の20倍に相当する時間範囲で，かつこのピークが現れる位置の前後の範囲を観察したときの，バックグラウンドの幅．

たん白質定量法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

以下の方法は薬局方医薬品に含まれるたん白質の定量法の例を示したものである．HPLCなどの他の方法であっても，すべてのたん白質が回収されることを示すことができれば利用して差し支えない．以下に記載したたん白質定量法の多くは市販の

キットを用いて測定することが可能である．
注：水を用いる際は精製水を用いること．

方法１（紫外吸収法）

溶液中のたん白質は，芳香族アミノ酸，主としてチロシン及びトリプトファンにより，波長280nmの紫外線を吸収する．この性質を利用したのが本法である．波長280nmにおける吸光度を用いたたん白質定量は主にたん白質のチロシンとトリプトファン含量に依存する．たん白質の溶解に用いる緩衝液が水よりも高い吸収を示す場合，緩衝液に妨害物質が存在していることを示している．この妨害は分光光度計で緩衝液の吸光度をゼロに調整することにより補正可能である．妨害物質による吸収が大きく，分光光度計の感度の限界に近づく場合，正確な結果が得られない可能性がある．更に，低濃度ではたん白質はキュベットに吸着し，溶液中のたん白質含量の低下を引き起こす可能性がある．これは高濃度の試料を調製するか，若しくは試料調製に非イオン性界面活性剤を用いることにより防止可能である．
注：試料溶液，標準溶液，緩衝液は試験中，同じ温度に置くこと．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液と同じ緩衝液に，試料溶液と同じ濃度で溶かした液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，1mL当たり0.2～2mgのたん白質を含む液を調製する．

操作法　標準溶液及び試料溶液につき，緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，石英製のセルを用いて，波長280nmにおける吸光度を測定する．正確な結果を得るには，試験するたん白質の濃度が直線性の得られる範囲にある必要がある．

光散乱　たん白質の紫外吸収測定の精度は試料による光散乱の影響で低下する可能性がある．溶液中のたん白質が測定光の波長(250～300nm)に匹敵するサイズである場合，光散乱により試料の吸光度は明らかな増加を示す．光散乱による波長280nmの吸光度を算出するには，試料溶液につき，波長320nm，325nm，330nm，335nm，340nm，345nm及び350nmにおける吸光度を測定し，直線回帰法を用いて，測定したみかけの吸光度の対数を波長の対数に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求め，外挿により波長280nmにおける光散乱による吸光度を求める．波長280nmにおける総吸光度から光散乱による吸光度を差し引くことにより溶液中のたん白質の吸光度が得られる．特に溶液が明らかに濁っている場合は，0.2μmのメンブランフィルターを通すか，若しくは遠心分離することにより，光散乱の影響を減らすことが可能である．

計算法　次式により試料溶液中のたん白質濃度C_Uを求める．

$$C_U = C_S\left(\frac{A_U}{A_S}\right)$$

C_S：標準溶液のたん白質濃度
A_U：試料溶液の補正した吸光度
A_S：標準溶液の補正した吸光度

方法２（Lowry法）

本法は一般にローリー(Lowry)法と呼ばれる方法で，Folin－Ciocalteuのフェノール試液(フォリン試液)に含まれるリンモリブデン酸・タングステン酸混合物の発色基がたん白質により還元されて，波長750nmに吸収極大が得られることを利用した方法である．フォリン試液は主としてたん白質のチロシン残基と反応するため，たん白質の種類が異なると呈色度に差異を生じる場合がある．本法は妨害物質の影響を受けやすいため，試料からたん白質を沈殿させる操作を入れることもできる．試料中のたん白質から妨害物質を分離する必要がある場合には，試料溶液の調製に先立ち，後述する「妨害物質」の項に示す方法により操作する．妨害物質の影響は，試料たん白質を正確に測定できる濃度範囲内で希釈することにより影響を減らせる可能性がある．公定書[※1]に収載されているローリー法の変法は以下の方法に代えて用いることができる．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶解する．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1mL当たり5～100μgのたん白質を含む，標準曲線上等間隔の5種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．適切な緩衝液はpH10～10.5の範囲である．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

試薬・試液

硫酸銅試液　硫酸銅(Ⅱ)五水和物100mg及び酒石酸ナトリウム二水和物200mgを水に溶かして50mLとし，A液とする．無水炭酸ナトリウム10gを水に溶かして50mLとし，B液とする．B液をゆっくりとA液に振り混ぜながら加える．この試液は毎日新たに調製する．

SDS試液，5%　ドデシル硫酸ナトリウム5gを水に溶かして100mLとする．

アルカリ性銅試液　5%SDS試液，硫酸銅試液，水酸化ナトリウム溶液(4→125)の混液(2：1：1)を調製する．室温で2週間保存できる．

希フォリン試液　フォリン試液10mLに水50mLを加える．室温で遮光容器に保存する．

操作法　標準溶液，試料溶液及び対照液，各1mLにアルカリ性銅試液1mLを加えて混和し，室温で10分間放置する．各液に希フォリン試液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜた後，室温で30分間放置する．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，対照液から得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．

計算法　吸光度とたん白質濃度に直線関係が成立する濃度範囲の標準溶液を用いて，直線回帰法により標準溶液の吸光度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の吸光度から，試料溶液中のたん白質の濃度を求める．

妨害物質　以下の操作法では，試験に先立ち，デオキシコール酸・トリクロロ酢酸を試料に加えてたん白質を沈殿させることにより妨害物質を除去する．この方法はたん白質を希釈溶液から濃縮するためにも利用することができる．

デオキシコール酸ナトリウム試液　デオキシコール酸ナトリウム150mgを水に溶かし，100mLとする．

トリクロロ酢酸試液　トリクロロ酢酸72gを水に溶かし，100mLとする．

操作法　試料たん白質溶液1mLにデオキシコール酸ナトリウム試液0.1mLを加え，攪拌機を用いて混和する．室温で10分間放置した後，トリクロロ酢酸試液0.1mLを加え，同様に混和する．次に3000×gで30分間遠心分離し，上澄液を捨て，更に残った水分をピペットで取り除く．たん白質の沈殿をアルカリ性銅試液1mLに溶解し，試料溶液の項に準じて操作する．[注：呈色は室温で放置する間，20～30分で最高となり，その後徐々に低下する．妨害物質のほとんどは呈色度を低下させるが，界面活性剤の中には呈色をわずかに強めるものがある．塩濃度が高いと沈殿を生じる場合がある．たん白質の種類が異なると呈色強度が変わることもあるので，標準たん白質と試料たん白質は同じでなければならない.]

方法３(Bradford法)

本法は一般にブラッドフォード(Bradford)法とよばれる方法で，クーマシーブリリアントブルーG－250色素の吸収極大波長が，たん白質と結合することにより470nmから595nmにシフトすることを利用した方法である．クーマシーブリリアントブルーG－250は主にたん白質のアルギニン残基及びリシン残基に結合するため，たん白質の種類が異なると反応性が変わることもある．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶解する．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1mL当たり100μg～1mgのたん白質を含む，標準曲線上等間隔の5種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

クーマシー試液　クーマシーブリリアントブルーG－250[※2] 100mgをエタノール(95)50mLに溶かす．[注：色素の含有量は製品により異なるため，製品が違うと異なる結果が得られることがある.]この液にリン酸100mLを加え，水を加えて1000mLとする．この液をろ紙(ワットマンNo.1又は相当品)を用いてろ過し，室温で遮光容器に保存する．[注：試液の保存中に徐々に沈殿が生じる．用時ろ過する.]

操作法　標準溶液，試料溶液及び対照液，各100μLにクーマシー試液5mLを加え，転倒混和する．再現性に影響を与えるので泡立たせないようにする．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長595nmにおける吸光度を測定する．[注：石英製のセルは色素を吸着するため用いてはならない．たん白質の種類が異なると呈色強度が異なることもあるので，標準たん白質と試料たん白質は同じでなければならない.]妨害物質は比較的少ないが，界面活性剤やアンフォライト類を試料に共存させることは避けるべきである．塩基性の高い試料は酸性の試液を妨害することがある．

計算法　吸光度とたん白質濃度に直線関係が成立する濃度範囲の標準溶液を用いて，直線回帰法により標準溶液の吸光度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の吸光度から試料溶液中のたん白質濃度を求める．

方法４(ビシンコニン酸法)

本法は一般にビシンコニン酸(BCA)法とよばれる方法で，たん白質が銅Ⅱ(Cu^{2+})イオンを銅Ⅰ(Cu^{+})イオンに還元することを利用した方法である．BCA試液は銅Ⅰ(Cu^{+})イオンの検出に用いられる．本法に対する妨害物質はほとんど存在しない．妨害物質が共存するときは，試料たん白質を正確に測定できる濃度範囲内で希釈することにより影響を減らせる可能性がある．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶かす．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1mL当たり10～1200μgのたん白質を含む，標準曲線上等間隔の5種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

試薬・試液

BCA試液　ビシンコニン酸10g，炭酸ナトリウム一水和物20g，酒石酸ナトリウム二水和物1.6g，水酸化ナトリウム4g及び炭酸水素ナトリウム9.5gを水に溶かし，必要なら水酸化ナトリウム又は炭酸水素ナトリウムを加えてpH11.25に調整した後，水を加えて1000mLとする．

硫酸銅試液　硫酸銅(Ⅱ)五水和物2gを水に溶かし，50mLとする．

銅・BCA試液　硫酸銅試液1mLとBCA試液50mLを混和する．

操作法　標準溶液，試料溶液及び対照液，各0.1mLに銅・BCA試液2mLを加え，混和する．これらの液を37℃で30分間放置した後，時刻を記録し，室温になるまで放置する．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，記録した時刻より60分以内に，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，石英製のセルを用いて波長562nmにおける吸光度を測定する．これらの液の呈色強度は室温に戻った後も徐々に増加する．試験を妨害する物質が共存するときは，方法2の「妨害物質」の項を準用して処理する．たん白質の種類が異なると呈色強度が異なることもあるので，標準たん白質と試料たん白質は同じでなければならない．

計算法　吸光度とたん白質濃度に直線関係が成立する濃度範囲の標準溶液を用いて，直線回帰法により標準溶液の吸光度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の吸光度から試料溶液中のたん白質濃度を求める．

方法５(Biuret法)

本法は一般にビウレット(Biuret)法とよばれる方法で，アルカリ性溶液中でたん白質と銅Ⅱ(Cu^{2+})イオンが反応し，波長545nmの吸光度が生じることを利用した方法である．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，あらかじめ窒素分析によりたん白質含量を測定したヒトアルブミン(窒素－たん白質換算係数は6.25を用いる)，若しくは試料たん白質の標準品又は標準物質を，塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かす．この液の一部を塩化ナトリウム溶液(9→1000)で希釈し，1mL当たり0.5～10mgのたん白質を含む，標準曲線上等間隔の3種類以上の濃度の標準溶液を調製する．[注：試料とヒトアルブミンでプロリン含量が大きく異なるとき，反応性が低い場合がある．その場合は別の標準たん白質を用いること.]

試料溶液　試料たん白質の適当量を塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　塩化ナトリウム溶液(9→1000)を用いる．

ビウレット試液　硫酸銅(Ⅱ)五水和物3.46gを水10mLに溶かし，

必要ならば加温して溶かした後，放置冷却する(A液)．クエン酸三ナトリウム二水和物34.6g及び無水炭酸ナトリウム20.0gを水80mLに溶かし，必要ならば加温して溶かした後，放置冷却する(B液)．A液及びB液を混和し，水を加えて200mLとする．ビウレット試液は室温で6箇月間安定であるが，濁りや沈殿を生じたものは使用しない．

操作法　標準溶液及び試料溶液の一定量に等量の水酸化ナトリウム溶液(6→100)を加え，混ぜる．直ちに試料溶液の0.4容量のビウレット試液を加えて振り混ぜた後，15～25℃で15分間以上放置する．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，ビウレット試液を加えてから90分以内に，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長545nmにおける吸光度を測定する．[注：濁りや沈殿を生じた溶液はたん白質濃度の算出に用いてはならない．]

計算法　最小二乗直線回帰法を用いて，標準溶液のたん白質濃度と吸光度をプロットし，最も近似する標準曲線を求め，この線の相関係数を計算する．[注：標準品の濃度範囲内ではたん白質濃度と吸光度はほぼ直線関係が成立する．]相関係数が0.99以上の直線が得られるのが理想である．標準曲線と試料溶液の吸光度から，必要な補正を行い，試料中のたん白質の濃度を求める．

妨害物質　妨害物質の影響を最小にするため，次のように試料からたん白質を沈殿させることができる．試料の溶液1容量に50％トリクロロ酢酸0.1容量を加え，上清を捨てた後，沈殿物を0.5mol/L水酸化ナトリウム試液少量に溶かし，これを試料溶液の調製に用いる．

解説　本試験では，等量のIgGとアルブミンでごくわずかな相違が見られる．水酸化ナトリウム溶液とビウレット試液を一緒に加えたり，水酸化ナトリウム溶液を加えた後の混和が不十分であったり，水酸化ナトリウム溶液を加えてからビウレット試液を加えるまでに時間をあけた場合などでは，アルブミンよりIgGのほうが大きな値が得られる．妨害物質の影響を減らすためにトリクロロ酢酸を用いる方法は，試料中のたん白質の濃度が500μg/mL以下の場合にも利用することができる．

方法６（蛍光法）

本蛍光法は，たん白質の第一級アミン(例えばN末端アミノ酸やリシン残基のεーアミノ基など)と反応する*o*ーフタルアルデヒド(OPA)によるたん白質の誘導体化を利用した方法である．試験に先立ち，たん白質を加水分解することにより試験感度を増加させることができる．加水分解により，たん白質を構成するアミノ酸のαーアミノ基がOPA試薬と反応できるようになる．本法は極微量のたん白質でも測定可能である．

トリス緩衝液やアミノ酸緩衝液では，トリスヒドロキシメチルアミノメタンやアミノ酸のような第一級アミンがOPAと反応するため，使用を避けるか除去する必要がある．高濃度のアンモニアもOPAと反応する．アミンがOPAと反応して得られる蛍光は不安定である．標準的な操作を自動化することにより試験の正確さ，精度は改善される．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶かす．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1mL当たり10～200μgのたん白質を含む，標準曲線上等間隔の5種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

試薬・試液

ホウ酸緩衝液　ホウ酸61.83gを水に溶かし，水酸化カリウムを加えてpH10.4に調整した後，水を加えて1000mLとする．

OPA試液原液　*o*ーフタルアルデヒド120mgをメタノール1.5mLに溶かし，ホウ酸緩衝液100mLを加えて混和する．これにポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル0.6mLを加える．室温で3週間安定である．

OPA試液　OPA試液原液5mLに2ーメルカプトエタノール15μLを加える．使用する30分以上前に調製しておく．この試液は1日は安定である．

操作法　試料溶液及び各標準溶液をpH8.0～10.5に調整する．試料溶液及び各標準溶液10μLをOPA試液100μLと混和し，室温で15分間放置した後，0.5mol/L水酸化ナトリウム試液3mLを加えて混和する．これらの液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起波長340nm，蛍光波長440～455nmにおける蛍光強度を測定する．[注：励起のための照射は蛍光強度を低下させるため，各測定は1回限りとすること．]

計算法　たん白質濃度と蛍光強度は直線関係が成立する．直線回帰法を用いて，標準溶液の蛍光強度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の蛍光強度から，試料中のたん白質濃度を求める．

方法７（窒素測定法）

本法はたん白質定量の手段として窒素定量を利用した方法である．試料たん白質に他の窒素含有物質が共存すると本法を妨害することになる．窒素定量を行うと試料は破壊されるが，溶液中以外のたん白質にも適用可能である．

操作法A　窒素定量法により試験を行い，試料たん白質の窒素含量を測定する．ケルダール法用の市販の装置が利用できる．

操作法B　窒素分析用の市販の装置が利用できる．窒素分析装置のほとんどは熱分解(例えば1000℃近い温度で酸素中の試料を燃焼する)を利用し，試料たん白質に含まれる窒素から一酸化窒素(NO)及び他の窒素酸化物(NO_x)を産生させる．装置によっては生じた酸化窒素を窒素ガスに変え，熱伝導度検出器で量を測定するものもある．その他，一酸化窒素(NO)をオゾン(O_3)と混和して二酸化窒素ラジカル(NO_2･)とし，それが減衰するときに発する光をケミルミネッセンス検出器で測定する装置もある．装置への注入や熱分解条件を最適化し，分析の恒常性を評価するには，比較的純粋で試料たん白質と同一組成のたん白質標準品又は標準物質を用いる．

計算法　試料の窒素含量をそのたん白質の既知の窒素含量で割ることにより，たん白質の含量を算出する．たん白質の既知の窒素含量はたん白質の化学組成から求めるか，若しくは適切な標準品又は標準物質の窒素含量と比較することにより求めることができる．

◆※1　例：生物学的製剤基準及び薬局方医薬品各条◆

※2　試液の調製において色素の純度が重要である．

等電点電気泳動法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

はじめに

等電点電気泳動法は等電点の違いを利用してたん白質を分離できる電気泳動法である．分離は両性電解質(アンフォライト)の混合物を含むポリアクリルアミド又はカンテン平板ゲルを用いて行う．このようなゲルに電圧をかけることによりアンフォライトがゲル内を移動し，pH勾配が形成される．ゲルの調製時にゲル自体に弱酸又は弱塩基の解離基を導入した固定化pH勾配を持ったゲルを用いる場合もある．添加したたん白質がその等電点と同じpHのゲルの位置にまで泳動されると，たん白質の相対電荷が中和されて移動が止まる．混合するアンフォライトを選択することにより，いろいろな範囲のpH勾配を作ることが可能である．

理論

たん白質は電場がかけられたゲル内の等電点の位置では実効荷電が0となり移動度がゼロとなるが，拡散作用による移動は認められる．たん白質は通電により形成されたpH勾配の各々の等電点位置で移動が停止し，そこに濃縮される．この濃縮効果を“フォーカシング(focusing)”とよぶ．電圧をかけることにより発生する熱を放散させなければならないため，かけられる電圧には制限があるが，試料量を少なくして高電圧で分析することにより，たん白質の分離度を向上できる．薄いゲルや自動温度調節循環装置を利用した冷却板を用いることによりゲルの発熱を防ぎ，切れのよいフォーカシングが可能となる．分離度Rは隣り合う二つのバンドを分離するのに必要な最小pI差(ΔpI)を測定することで算出される．

$$R:\ \Delta pI = 3\sqrt{\frac{D\left(\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x\right)}{E\left(-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH\right)}}$$

式中，Dはたん白質固有の拡散係数，$\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x$はpH勾配，Eは電界強度(V/cm)，$-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH$はたん白質のpH移動度曲線上におけるpIに等しいpHでの傾きである．D及び$-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH$はたん白質固有の値であり変えることはできないが，より狭いpH範囲を用い，電界強度を大きくすることにより分離をよくすることができる．アンフォライト担体を用いて作製された等電点ゲルによるたん白質の分離は非常に良好な結果が得られる．ゲル自体にアンフォライト担体と同様の解離基を導入した固定化pH勾配を用いることにより分離度を更に向上させることができる．アンフォライト担体を用いて作製した等電点ゲルでは，pH値0.02以上異なる等電点を持つたん白質を分離できるが，固定化pH勾配を用いたゲルでは，pH値約0.001以上異なる等電点を持つたん白質を分離できる．

操作

試料の特性並びにその調製には，特に注意を払う必要がある．必要に応じて透析又はゲルろ過法により，試料を脱イオン水ないしは2%アンフォライトを含む溶液に調製することが最も望ましい．

ポリアクリルアミド平板ゲルでフォーカシングが完了するのに要する時間は色素たん白質(例えばヘモグロビン)をゲル表面の別々の位置に添加し，電圧をかけることによって確認できる．すなわち，異なる位置に添加した色素たん白質のバンド位置が同一になった時点でフォーカシングが完了したことが確認できる．プロトコールによってはフォーカシングの完了を泳動開始後の経過時間で定めることができる．

適切に調製された標準品又は等電点電気泳動用マーカーたん白質と泳動パターンを比較することにより，等電点電気泳動を目的たん白質の確認試験に用いることができる．また，標準品の泳動バンドとの濃淡を比較することにより，限度試験として等電点電気泳動を用いることもできる．更には，デンシトメーターを用いてバンドの濃淡を測定することにより定量法として用いることも可能であり，若しくは同様の操作により目的たん白質のバンドに含まれるたん白質の相対量を測定することも可能である．

装置

装置の構成は以下のとおりである．

定電圧定電流定電力電源装置．2500Vの電圧を供給できるものが汎用されているが，このような電源装置が操作上，最適と考えられる．また30W以上の出力を持つ装置が望ましい．

適当な材質でできたゲル支持用冷却板を含むプラスチック製等電点電気泳動装置．

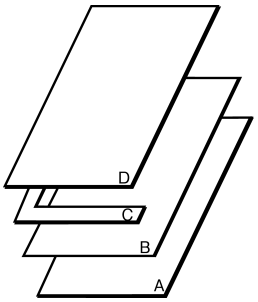
白金電極が付いたプラスチック製カバー．各電極はそれぞれ陽極液及び陰極液で浸された適当な幅，長さ及び厚さの紙芯でゲルと接続される．

ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法：操作の詳細

以下はポリアクリルアミド平板ゲルを用いる等電点電気泳動操作法の詳細であり，医薬品各条に特に規定がない限り本法を用いる．

平板ゲルの調製法

型枠　型枠(図参照)はガラス板(A)，ゲルの取扱いを容易にするためのポリエステルフィルム(B)，一つ以上のスペーサー(C)，ガラス板(D)及びこれらを固定するためのクランプからなっている．



7.5%ポリアクリルアミドゲル　アクリルアミド29.1g及びN,N'－メチレンビスアクリルアミド0.9gを水100mLに溶かす．この液2.5容に医薬品各条に規定されたアンフォライト混液を加え，水で10容とする．この液を注意深く混和した後，脱気する．

型枠の組立て　一番下のガラス板にポリエステルフィルムをのせ，スペーサーを置き，2枚目のガラス板をその上に置き，それらをクランプで固定する．上記で用時調製した7.5%ポリ

アクリルアミドゲルをマグネチックスターラーでかき混ぜながら，10％ペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液0.25容及び*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.25容を加え，この液を直ちに型枠のガラス板間の隙間に流し込む．

方法

型枠を外し，冷却した支持板を適当な液体2～3mLでぬらし，その上に気泡が生じないよう注意しながらポリエステルフィルム上に重合させたゲルを移す．医薬品各条に規定されたように試料溶液及び標準溶液を調製する．約10mm×5mmの試料添付用の紙片(複数)をゲル板上に置き，各紙片に試験する試料の規定量を浸み込ませる．また，等電点既知のたん白質溶液の規定量をpHマーカーとしてゲルにのせる．プロトコールによっては紙片の代わりに試料液を添付する溝を持ったゲル板を使用する．ゲルの幅に届く長さに切った2枚のろ紙をそれぞれの電極液(陽極液は酸性，陰極液はアルカリ性)に浸す．陽極液及び陰極液のそれぞれの組成は医薬品各条に規定される．これらの紙芯をゲルの両端に端から数ミリメートル重なるように置く．両電極が各紙芯に接触するようにカバーをかける．医薬品各条に規定された電気泳動条件に従って泳動を開始する．標準たん白質混合物の泳動が終了した時点で電流を止め，ピンセットで試料添加用紙片と両電極紙芯を取り除き，ゲル平板を“ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動用固定液”に浸す．室温で30分間穏やかに振とうした後，固定液を除き，“脱色液”200mLを加えて1時間，振とうする．脱色液を捨て，“クーマシー染色試液”を加えて30分間放置する．次に“脱色液”に浸して透明な背景にバンドが見えるようになるまでゲルを脱色する．医薬品各条に記載されている染色パターンのバンドの位置及び濃度を調べる．

本試験法の細部の変更　(検証の必要な項目)

本法を準用して，試験法又は操作法の変更を行う場合には適切な検証が必要である．変更には次のようなケースが含まれる．

（1）　市販平板ゲル，染色及び脱色液のキットの使用

（2）　固定pH勾配ゲルの使用

（3）　ディスクゲルの使用

（4）　種々のサイズの超薄層(0.2mm)平板ゲルカセットの使用

（5）　異なるサンプル量若しくは紙以外のサンプル添加手段を含むサンプル添加操作法の変更

（6）　ゲルの寸法や装置に応じた電流，電圧等の変更や，バンドの移動度から判断するのではなく定められた泳動時間の分離等，種々の泳動条件の利用

（7）　プレフォーカシング段階の組入れ

（8）　自動装置の使用

（9）　カンテンゲルの使用

等電点電気泳動操作法の検証

本法と異なる方法を採用する場合にはその検証を行う必要がある．次の判断基準により分離能を評価することができる．

（1）　例えば等電点既知の着色pHマーカーを用いる場合は目的とする安定なpH勾配が形成されているかどうかの評価

（2）　被験物質の標準物質の泳動パターンと被験物質の電気泳動パターンとの比較

（3）　医薬品各条に記述された以外の評価基準

本法の規定の変更

特定の物質の分析に必要な本法の変更は各医薬品各条に詳細に規定することができる．これらには次のものが含まれる．

（1）　泳動ゲル中への尿素の添加(3mol/Lの濃度がたん白質を可溶化しておくのに必要な量としてしばしば用いられるが，8mol/Lまで用いることもできる)：等電点において沈殿を生じるたん白質がある場合には，沈殿を起こさせないようにゲルの組成に尿素を加える．尿素を使う必要がある場合には，たん白質のカルバミル化を防ぐために用時調製した溶液を用いるべきである．

（2）　他の染色法の利用

（3）　たん白質の凝集や沈殿を防ぐために非イオン性の界面活性剤(例えばオクチルグルコシド)や両親媒性の界面活性剤(例えば3－[(3－Cholamidopropyl)dimethylammonio]－1－propanesulfonate(CHAPS)や3－[(3－Cholamidopropyl)dimethylammonio]－2－hydroxy－1－propanesulfonate(CHAPSO))を添加したゲルの使用や試料へのアンフォライトの添加

注意

試料はゲルのどの場所にでも添加できるが，極端なpH環境に試料をさらすことのないように電極付近に試料を添加することは避けるべきである．試験法を開発する場合に，被験試料をゲルの三つのポイント(中心と両端)に添加することができるが，両端に添加したたん白質の泳動パターンは同一にはならないことも起こりうる．

フォーカシングを長時間行うとpH勾配が崩れて「pHドリフト(陰極流)」とよばれる現象が起こる可能性がある．その機構は完全に解明されているわけではないが，電気的浸透圧と二酸化炭素の吸収が陰極流を引き起こす要因であると考えられている．pHドリフトはゲルの陰極側からフォーカスしたたん白質が外へ泳動されてしまう現象である．固定化pH勾配を用いることによりこの問題を解決することができる．

泳動中はゲルを支えるゲル支持板を十分に冷却(約4℃)することが重要である．電気泳動中に高い電場をかけると発熱することがあり，ゲルのフォーカシングにも影響する．

試薬・試液

ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動用固定液　5－スルホサリチル酸二水和物35gおよびトリクロロ酢酸100gに水を加えて溶かし，1000mLとする．

◆**クーマシー染色試液**　クーマシーブリリアントブルー　R－250 125mgを水／メタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)100mLに溶かし，ろ過する．

脱色液　水／メタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)◆

日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件

はじめに

日局に収載された医薬品の品質規格は，当該医薬品の品質管理や品質の恒常性確保はもとより，有効性，安全性を確保する上にも基本的な役割を果たすべきものと考えられている．一方，近年，医薬品の品質や安全性等の確保に関する時代の要請は極めて厳しいものとなってきている．生物起源由来の医薬品やバイオテクノロジー技術応用医薬品などの生物薬品に関しては，特に安全性確保の面での懸念が強くなってきていることに留意

した対応が望まれている．生物薬品の場合，最終製品の品質規格のほかに，その起源の選択と適格性評価，製造工程の妥当性評価とその恒常性維持及び特異的な物性をいかにコントロールするかが品質，安全性確保上のキーポイントとなる．これらの点をふまえ，局方の枠組みの中でいかにその品質，安全性などを確保するかが改めて問われてきていると考えられる．そこで，本参考情報はこれらの課題を解決するためにどのようなアプローチがあるかについて述べている．

日局収載医薬品の品質・安全性などの確保は，科学の進歩，経験の蓄積を反映してその時代における最も先端的な方法，考え方でなされることが望ましい．本参考情報では，現時点における科学的考察の到達点を示すことを試みた．これにより，日局収載医薬品のみならず，生物薬品の品質・安全性確保が時代を反映したより科学的根拠に基づくものとなり，また，各条収載に関する効率的な審議の推進につながることが期待される．

1. 日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための基本方策

日本薬局方生物薬品には，ほ乳類などの生体組織や体液(尿，血液など)に由来するものが含まれる．ヒト又は動物細胞株由来のたん白質性医薬品(組換え医薬品，細胞培養医薬品などのバイオ医薬品)も含まれる．これら日局生物薬品のウイルスに対する総合的な安全性確保を図るための必要な基本的方策には，次のようなものが挙げられる．1)ウイルス汚染の可能性(汚染源)について熟知すること，2)原材料及びその起源たるヒトや動物の適格性に関して慎重に吟味すること，及び医薬品の製造基材と定めた段階の試料(例えばプールした体液や細胞バンクなど)において徹底的な解析とスクリーニングを行い，ウイルスの存在の有無及び存在するウイルスの種類・性質について検討すること，3)ウイルスやウイルス様粒子が存在した場合，どの程度ヒトへの有害性が高いかを検討・確認すること，4)ヒトに感染性や病原性を示すウイルスが存在しないような製造関連物質(試薬，抗体カラムなど)を選択すること，5)必要に応じて最終製品を含む製造工程の適当な段階の製品のウイルス否定試験を実施すること，6)製造工程によるウイルスクリアランスを達成するために工程中にウイルスの除去・不活化に関する効果的な方法を用いること，各種の方法の組合せによるより高いウイルスクリアランスの達成に留意すること，7)周到なウイルスクリアランス試験計画を立てること，8)ウイルス不活化及び除去を評価する試験を実施し，評価すること．これらの方策を，段階的にかつ相互補完的に活用していくことによって，生物薬品のウイルス面での安全性を確保，向上させることが可能になるものと考えられる．

2. 各条及び参考情報におけるウイルス安全性確保策

1.で示した日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための方策は，本参考情報に一括して必要な留意事項，具体的情報を記載している．各条では，当該各条に特殊な留意事項がある場合は別にして，一般には，「健康な動物から製し，原材料又は医薬品の製造基材及び生物起源由来の製造関連物質にはヒトに感染性や病原性を示すウイルスの存在は否定されている」こと，又は「ウイルス安全性に関し適格性及び妥当性が評価された細胞株及び培養方法を用いて製し，生物起源由来の製造関連物質にはヒトに感染性や病原性を示すウイルスの存在は否定されている」こと，及び「感染性や病原性を示すウイルスを除去できるような製造工程で製造されている」などの趣旨を記載して，ウイルス安全性を考慮すべき製品との注意を喚起すると共に，安全性上懸念されるウイルスについての必要な試験や工程評価試験はなされていることを明らかにしておくべきと思われる．

3. 本参考情報において盛り込んだ事項と内容

ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品のウイルス安全性については，ICH国際合意文書を受けた国内版通知「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」(平成12年2月22日付医薬審第329号厚生省医薬安全局審査管理課長通知)があり，また，血漿分画製剤については，「血漿分画製剤のウイルスに対する安全性確保に関するガイドライン」がある．日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための本参考情報は，基本的にこれらのガイドラインに盛り込まれた事項を参考にしながら，日局に収載されている生物薬品はもとより，将来収載される可能性のあるすべての生物薬品，すなわち生体組織や尿などの体液に由来する生物薬品，更にはヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品などのウイルス安全性確保に必要な一般的留意事項及び各論を盛り込んでいる(表1).

表1 日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための参考情報に含まれる事項

Ⅰ はじめに
- 1. 日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための基本方策
- 2. 各条及び参考情報におけるウイルス安全性確保策
- 3. 本参考情報において盛り込んだ事項と内容

Ⅱ 一般的事項
- 1. 目的
- 2. 背景
- 3. ウイルス安全性確保策における未知のリスク問題
- 4. 適用範囲
- 5. 日局生物薬品がウイルスに汚染される可能性(ウイルスの汚染源)
- 6. ウイルス安全性確保の基本
- 7. ウイルス試験の限界
- 8. ウイルスクリアランス試験の役割

Ⅲ 原材料・医薬品製造基材
- 1. 原材料・医薬品製造基材の起源たる動物種と採取部位に依存した問題と対策
- 2. 原材料・医薬品製造基材の供給源としてのヒトや動物の適格性評価試験

Ⅳ 製造及びウイルス試験にかかわる留意事項
- 1. 精製工程前のウイルス試験
- 2. 中間原料等の受入れ試験としてのウイルス検査
- 3. 最終製品におけるウイルス試験

Ⅴ ウイルスクリアランスに関する工程評価
- 1. ウイルスクリアランスの工程評価の意義，目的，一般的留意事項
- 2. ウイルスの選択
- 3. ウイルスクリアランス試験の設計
- 4. ウイルスクリアランス試験結果の解釈
  - 1) ウイルスクリアランス指数の評価
  - 2) ウイルスクリアランス指数の計算法
  - 3) 結果の解釈及び評価上留意すべき事項

Ⅵ 統計
- 1. ウイルス力価測定における統計学とその留意点
- 2. ウイルスクリアランス試験の再現性，信頼限界

Ⅶ ウイルスクリアランスの再評価が必要な場合

Ⅷ ウイルスクリアランス試験にかかわる測定法
- 1. ウイルス感染価の測定法
- 2. 核酸増幅法(NAT)による検査

Ⅸ 記録と保存

Ⅹ その他

3.1.　目的

ほ乳類などの生体組織や体液に由来する生物薬品及びヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品のウイルスに対する総合的な安全性確保策についての考え方について提示することを目的とする．すなわち，①ウイルス汚染源についての配慮，②原材料の選択及びその起源たるヒトや動物の適格性に関する適切な評価，③医薬品の製造基材段階におけるウイルス試験とその解析・評価，④生物起源の製造関連物質(試薬，抗体カラムなど)の選択に関する適切な評価，⑤製造工程の適当な段階の製品における必要に応じたウイルス否定試験の実施，⑥ウイルスクリアランス試験計画の立案，⑦ウイルスクリアランス試験の実施と評価，などに関する方策や留意事項について記述し，これらの要素を相補的に適切に組み合わせることによって，生物薬品のウイルス面での安全性を確保，向上させることを包括的に示すことを目標とする．

3.2.　背景

ヒト又は動物を直接起源とする生物薬品や，ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品(組換え医薬品，細胞培養医薬品などのバイオ医薬品)において留意すべき安全性上の極めて重要な課題の一つにウイルス汚染の可能性がある．ウイルス汚染が発生すれば，臨床使用において深刻な事態を招く可能性がある．ウイルス汚染は，原材料・医薬品製造基材に由来して起きる可能性がある．また，製造工程中に外来性因子として混入した結果生じる可能性もある．

日局生物薬品や細胞株由来たん白質性バイオ医薬品は，従来から医療に多大の貢献を果たしてきており，また，過去にウイルスによる安全性上の問題が生じたことはない．しかし，より慎重なかつ科学的合理性に基づいた安全性確保措置をとることにより，不測の事態を未然に防ごうとすることは，健康被害の未然防止に関する社会の強い関心を考慮すると社会的要請として重要である．生物起源由来の医薬品のウイルス安全性をどのような視点でどこまで追求すべきかは，関係者にとって常に大きな関心事であり課題でもある．

この課題を論ずるにあたって，まず二つの基本的なことを再確認しておく必要がある．その一つは，医薬品が持つ科学的側面，医学的側面，社会的側面を考慮する必要があるということである．すなわち，「医薬品はリスクとベネフィットを科学的，社会的に勘案して医療のために活用するという特徴を持つ社会的資産である」ということである．社会的資産である医薬品を医療現場へいかに速やかに効率よく安定供給し，患者に福音をもたらすかが医薬品関係者の目標であり使命であるということである．

もう一つは，ウイルス安全性は個別医薬品の成分本体にかかわる安全性(狭義の安全性)とは独立した，いわばより一般的な医薬品安全性(広義の安全性)にかかわる課題であると整理して考える必要があるということである．日局医薬品のように当該医薬品が長期間にわたり臨床で使用されてきたものの場合，広義の安全性については疫学的に立証されているものと考えられるので，その実績は極めて重い意味を持つ．しかし，個別医薬品(成分)本体の安全性とは異なり，ウイルス汚染の可能性ということの本質を考えれば，実績のみで将来にわたる当該医薬品のウイルス安全性を必ずしも保証できないことも考慮しなければならない．実績を評価しつつ，適切な予防的措置についても配慮を尽くすという方策が，日局生物薬品のウイルス安全性という広義の医薬品安全性を確保する上での基本となるべきであると考えられる．

予防的措置に対する取組みとしては，とりあえず規制や試験実施を理論的に考えられる最大限行って安全性を保証するという方策もないわけではない．しかしそうした方策を科学的吟味や使用実績に対する評価を十分に行うことなく一般的に適用すると，必ずしも科学的合理性を持たない過度な規制や試験実施の要求となる．その結果，実績がある医療上重要な医薬品の医療現場への速やかで効率的な供給に支障をきたし，医薬品という社会的資産が必ずしも有効に活用されない結果になる可能性がある．医薬品の最大の特徴は，有効性と安全性上の要件という両刃を持ちながら医療に活用しようとする剣である．有効性と安全性上の要件というのはその時点での科学の結晶として導き出され，有用性というバランスシートで相対的に評価されるべきものである．適正な科学的合理性に基づかない安全性上の過度な懸念にウエイトを置くあまり，有用性評価がバランスを欠くものになってはならない．バランスのとれた適切な科学的有用性評価に時の社会的関心，評価が加味され，当該医薬品は社会的資産として活かされることになる．言い換えれば，医薬品という社会的資産は，その時点での科学の結晶を社会が医療のために活用するという特徴を持つ共通の資産であり，活用にあたってのキーポイントは科学的，社会的評価に基づくリスクとベネフィットのバランスにある．生物起源由来の日局医薬品のウイルス安全性をどのような視点でどこまで追求すべきかは，これらの要素を勘案しながら検討する必要がある．

また，一般に医薬品のリスクとベネフィットは，当該医薬品が使用される分野における他の医薬品や治療法との相対的な比較において論じられるべきものであり，代替薬や類薬，代替治療法の有無とそれらとのリスクとベネフィットの比較評価によって当該医薬品の有用性が最終的に評価されることになる．

このような背景の下，本稿の目的は，科学的に合理性のある日局生物薬品のウイルス安全性に関する方策を論じることにある．科学的合理性のある方策とはあくまで現時点の科学的知識で想定できる問題に対して，現状の科学水準に基づき，適切かつ効果的に対応することである．言い換えれば，汚染の可能性を想定するウイルスは，種類，形態，粒子サイズ，物理的・化学的性質などにおいて既存のウイルス学の知見の範囲にあるものであり，また，当該生物薬品の起源であるヒト又は動物，組織や体液，製造過程に使用する試薬，資材，添加物などに存在が予測されるウイルスである．試験としては，これらのウイルスを対象とした検出法を適用し，ウイルスクリアランス試験を考慮することになる．

3.3.　ウイルス安全性確保策における未知のリスク問題

リスクの問題には既知のリスクと未知のリスクがある．

医薬品(医薬品成分)が本質的に有しているか，品質上の限界から不可避的に存在するいわば既知のリスクに対しては，試験方法や評価基準を明確にしやすいし，リスクをいわば定量化することも可能である．すなわち，既知のリスクはベネフィットとの関係においてバランスシートにのせて評価しやすい．日局医薬品はこの点に関しては既に相応の評価が定まっているものと考えられる．

一方，ウイルス安全性確保上，不可避的に課題となる未知のリスクは対象も特定できず，量的な概念も適用しにくいので，対策や評価は必ずしも容易ではない．これは，医薬品関係者が

英知を結集して対処しなければならない課題である．

未知のリスクについて考慮するとき，“未知であるから危険である”という視点と，“何が未知でそれに対していかに安全性確保を図るか”という視点がある．

“未知であるから危険である”というのは，それ自体既に一つの評価であり，医薬品としての可否を決定づける最終判断につながるものである．こうした評価・判断に至るときは，合理性のある科学的又は社会的な判断根拠に立脚しているべきである．

例えば，「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されたが，同定確認ができず，したがって危険性も否定できない」というケースでは，“未知であるから危険である”という評価に科学的合理性，妥当性がある．しかし一方，「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されないが，未知の何かがあるかもしれない‘おそれ’がある」として“未知であるから危険である”とするような評価の仕方は，その限りでは合理性のある科学的又は社会的な判断根拠に立脚しているとはいえない．ウイルス安全性問題に関しては，慎重の上にも慎重であるべきことはいうまでもないが，少なくとも‘おそれ’の内容について明確に説明できるのでなければ，‘おそれ’は，社会的資産である医薬品を医療に活用しようとする意義ある使命との間で齟齬をきたす可能性がある．

科学的観点から英知を発揮すべきは，「未知の何かがあるかもしれない‘おそれ’がある」として，「危険である」とするのではなく，“何が未知でそれに対していかに安全性確保を図るか”という課題に取り組むことであろう．その際，現段階での科学的知識を基に，“何が未知であるか”という問題を立てられるもの，立てるべきものを明確にすることが重要である．それによって初めて“安全性確保を図る”ための方策を考えることが可能になるからである．

ウイルス安全性における未知のリスクの防止という概念を“何が未知であるか”という前提なしにつきつめていけば，理論的には「未知なるものは」どこまでも残るので際限のない問いかけになる．このようなアプローチをすると，「問題」と「対策」を科学的に関係付けることはできなくなり，結果的には過度な規制や試験実施の要求につながることになる．しかし，そうしてみても科学的に関係付けのない「対策」が「何が未知であるかわからないという問題」に有効である可能性は極めて少ないであろう．

例えば，「製造工程中にどのようなウイルスが迷入してきても，精製工程がウイルスをクリアランスできる十分な能力を有することを評価する」という場面における“何が未知であるか”は，「どのような既存ウイルスが迷入してくるかが未知」という問題設定であるべきである．「どのようなウイルスが世に存在しているかが未知」ということではない．前者の問題設定では，DNAウイルス又はRNAウイルス，エンベロープを有するウイルス又は有しないウイルス，粒子サイズ，物理的・化学的性質など，現在われわれが知り得るウイルスを前提とした上での問題設定となる．迷入してくるウイルスは未知でも，そのウイルスは種類，形状，諸性質などにおいて既存の学問，知識の範囲内にあるものという前提である．そうした前提をふまえ，既存の学問，知識の範囲内にあるウイルスのいずれかが迷入した場合の工程が持つクリアランス能力を評価するということであれば，核酸の種類，エンベロープの有無，粒子サイズ，物性等の異なる3種類程度のモデルウイルスを適切に組み合わせて精製工程のウイルスクリアランス特性解析試験を行えば，既存のすべてのウイルスのクリアランス状況をシミュレートしたことになり，“安全性確保を図る”ための方策になる．

「どのようなウイルスが世に存在しているかが未知」という点に関しては，ウイルス学の将来の研究課題としてあり得るが，ウイルスクリアランス試験における問題設定としては適切とはいえない．また仮に，現在知られているいかなるウイルスよりも粒子サイズが小さい未知ウイルス，又はいかなるウイルスも持たない物理的・化学的性質を持つ未知ウイルスが存在するかもしれないという問題設定が机上でできたとしても，そのようなウイルスモデルが現に存在しない以上，現在の科学水準では実験的には対応のしようがない．また，想定されるウイルス粒子サイズや性質が不明な以上，既存のいかなる方法や技術を駆使してウイルスクリアランス試験を行ってみても“安全性確保を図る”ための方策にはならない．同様に，現在のスクリーニング法では検出できない「未知」のウイルスが存在するかもしれないと問題設定してみても，対応のしようはなく，どのような段階で，どのようなウイルス検出試験を課してみても“安全性確保を図る”ための方策とはならない．

科学的合理性を過度に超えた規制や試験実施の要求は，医薬品供給側に人的，経済的，時間的負担の増大をもたらすことになるが，これはひいては医療現場への迅速，効果的，経済的な医薬品供給に影響を及ぼすことになる．医薬品が科学的に評価されるべきものであり，社会的資産であることを考慮すれば，いかに科学的に合理性のあるアプローチで人的，経済的，時間的負担を最小限にして最大限の安全性を確保するかが課題であると思われる．

ここで，これらの課題の達成は，医薬品供給側の適切な対応をすべての前提にしていることを改めて確認する必要がある．例えば，前述の「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されないが，未知の何かがあるかもしれない‘おそれ’がある」という問題設定では，「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されない」と判断した試験が，その時点の科学的水準から見て妥当なものであることを当然の前提条件としている．こうした前提の成立に疑問がある場合は，「未知の何かがあるかもしれない‘おそれ’がある」と問われるのは当然である．

3.4. 適用範囲

国内で使用される生体組織や体液に由来する日局生物薬品及びヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品を適用対象とする．ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品の場合，前述の医薬審第329号「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」通知施行後に開発・承認された製品は通知に従った対応がなされているはずであるが，それ以前に承認された製品では対応が必ずしも十分になされていないものもあると思われる．これらバイオ製品については日局収載時までに参考情報に適合するよう必要十分な検討が行われることが期待される．一方，血液製剤に関しては，生物学的製剤基準に収載され，また「血漿分画製剤のウイルスに対する安全性確保に関するガイドライン」が適用されるので，日局参考情報の適用対象外とする．更に生物起

源由来物質でもアミノ酸，糖類，グリセリンなどのような比較的低分子の化合物や，感染性や病原性を示す高分子化合物でもゼラチンのようなものは，その製法や精製法からウイルスの迷入の可能性が考えられないケースが多く，また，たん白質には適用できないような強力なウイルス不活化／除去操作を適用することも可能なので，これらについては，適用対象外とするのが合理的である．ただし，本情報に盛り込まれた事項のうち合理的に適用できる部分があれば，参考にすればよい．なお，日局には収載されていない生物薬品であっても，本文書の適用対象となる日局生物薬品と同様なものについては，本参考情報を参考にしてウイルスに対する総合的な安全確保対策をとることが推奨される．

3.5.　日局生物薬品がウイルスに汚染される可能性（ウイルスの汚染源）

日局生物薬品がウイルスに汚染される可能性(ウイルスの汚染源)について注意を喚起し，また対応策について言及しておくことは，ウイルス汚染の可能性をもとから絶ち，安全性確保の確率を高めるという意味において重要である．生物薬品の多くはヒト又は動物の組織，体液等を起源・原材料とした「医薬品製造基材」から製造され，その精製過程や製剤化の過程においても生物起源由来の試薬，カラム材料又は医薬品添加剤として生物起源由来物質を用いる場合があることより，これらを汚染源として伝播するウイルスについて十分な安全対策を実施しなければならない．また，ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品についても医薬品製造基材である細胞株及びそれ以降の製造過程におけるウイルス汚染の可能性について配慮が必要であることは医薬審第329号通知に述べられているとおりである．

なお，ここで「医薬品製造基材」とは，原薬の品質・安全性を確保する上で決定的に重要な位置付けにあると定めた原薬製造のための出発素材と定義する．「医薬品製造基材」は，ヒト又は動物の組織，体液等そのものである場合もあり，尿等にあってはプールしたものである場合もあり，また，一定の処理を経たものである場合もある．ウイルス汚染に関する本格的な試験，評価及び管理は「医薬品製造基材」を起点とする考え方で実施するのが合理的であることも多いと思われる．「医薬品製造基材」段階で試験，評価，又は品質管理の程度を徹底化すればするほど，より上流段階の原材料や個体レベルでの評価や管理は合理化することができる．逆に，上流段階の原材料や個体レベルでの評価や管理の程度を厳密にすることによって，「医薬品製造基材」段階での試験，評価，又は品質管理の程度を合理化することもできる．

現在日局に収載されている生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための方策は，個々の製剤に規定された製造方法や規格試験法にうかがわれるが，起源・原材料・医薬品製造基材から精製工程，最終製品に至る全体を俯瞰した，総合的かつ合理的なウイルス安全性確保対策についての統一された方針や情報については明確にされてこなかった．まず第一に重要な要素は，起源動物，原材料，医薬品製造基材のいずれかの段階でウイルス汚染の可能性を徹底的に排除する方策を講ずることである．生物薬品の例ではないが，原材料・医薬品製造基材からのウイルス汚染の例としては，古くは血液分画製剤においてA型肝炎ウイルス(HAV)やC型肝炎ウイルス(HCV)が混入したケースが知られている．また，1980年代の血漿分画製剤によるヒト免疫不全ウイルス(HIV)感染も記憶に新しいところである．今回の参考情報ではこのような歴史的教訓に学びながら，日局生物薬品のウイルスに対する総合的な安全性を確保するための具体的な指針を示そうとするものである．ヒト由来で病原性を持つ感染性ウイルスで，医薬品原材料等に混入する可能性があり，注意すべきものとして現在までに明らかになっているものには，HIV，HAV，B型肝炎ウイルス(HBV)，HCV，ヒトT細胞白血病ウイルス(HTLV－Ⅰ／Ⅱ)，ヒトパルボウイルスB19，サイトメガロウイルス(CMV)などがある．ヒト又は動物由来の組織，体液などを原材料・医薬品製造基材とする生物薬品には，常にこのようなヒトに対して病原性が知られているウイルスによる汚染やその他のウイルス潜在の可能性があり，安全対策は徹底して実施する必要がある．また，原材料・医薬品製造基材とする生体成分以外の材料からのウイルス汚染の可能性，例えば，製造工程で酵素やモノクローナル抗体カラムを用いる場合又は安定化剤にアルブミンなどを用いる場合には，それぞれの起源動物あるいは細胞由来のウイルスなどによる汚染の可能性に対する注意も必要である．更に，製造施設環境から汚染される可能性や製造従事者より汚染される場合，又は製品取扱い中におけるウイルス汚染の可能性も考えられないわけではないので，これらにも留意した対策が必要である．

ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品の場合，細胞には，潜伏感染又は持続感染状態のウイルス(例えば，ヘルペスウイルス)又は内在的なレトロウイルスが存在している可能性がある．また，1)感染した動物からの細胞株の入手，2)細胞株を樹立するためのウイルスの使用，3)汚染された生物起源由来の試薬(例：動物血清成分)の使用，4)細胞取扱い中における汚染などにより，外来性のウイルス汚染が発生する可能性がある．医薬品製造過程では，1)培養などに使用する血清成分のような生物起源由来の試薬の汚染，2)目的たん白質をコードする特定の遺伝子の発現を誘導するためのウイルスの使用，3)精製等に使用するモノクローナル抗体アフィニティーカラムのような試薬の汚染，4)製剤化に使用する添加剤の汚染，5)細胞及び培養液の取扱い中における汚染などの原因により外来性ウイルスが最終製品に迷入する可能性がある．なお，細胞培養パラメーターをモニターすれば，外来性ウイルスの汚染の早期発見に役立つとされている．

3.6.　ウイルス安全性確保の基本

ヒト又は動物由来の組織，体液，細胞株等を原材料・医薬品製造基材とする生物薬品のウイルスに対する安全対策は，次に示す複数の方法を適切かつ相補的に行うことにより達成される．

（1）　ウイルス汚染の可能性(汚染源)について熟知すること

（2）　原材料及びその起源たるヒトや動物の適格性に関して慎重に吟味すること，及び医薬品の製造基材と定めた段階の試料において徹底的な解析とスクリーニングを行い，ウイルス存在の有無及び存在するウイルスの種類・性質について検討すること

（3）　ウイルスやウイルス様粒子が存在した場合，どの程度ヒトへの有害性が高いかを検討・確認すること

（4）　ヒトに感染性や病原性を示すウイルスが存在しないような生物起源製造関連物質(試薬，抗体カラムなど)を選択すること

（5）　必要に応じて最終製品を含む製造工程の適当な段階の製品のウイルス否定試験を実施すること

（6） 製造工程によるウイルスクリアランスを達成するために工程中にウイルスの除去・不活化に関する効果的な方法を用いること．各種の方法の組合せによるより高いウイルスクリアランスの達成に留意すること

（7） 周到なウイルスクリアランス試験計画を立てること

（8） ウイルス不活化及び除去を評価する試験を実施し，評価すること

製造業者は，それぞれの製品や製造工程について，ウイルスに対する安全性を保証するための総合戦略の中で採用したアプローチを説明し，その妥当性を示す必要がある．その際，参考情報で推奨されているアプローチを合理性がある限り適用するべきである．

3.7. ウイルス試験の限界

ウイルスの存在の有無を検出するにはウイルス試験を実施する．しかし，ウイルス試験には，それだけでウイルスが存在しないことを決定的に結論づけたり，製品の安全性を確立するのに十分であるというものはなく，限界があることを認識しておく必要がある．例えば，1)統計的理由により低濃度のウイルスを検出するときの感度がサンプルサイズに依存するなど定量性の面で固有の限界がある．また，2)通常，いかなるウイルス試験法にも検出限界が存在するため，ウイルス試験の結果が陰性であってもウイルスの存在を完全に否定できないこともある．更に，3)用いたウイルス試験法がヒト又は動物由来の組織，体液等に存在するウイルスの検出に特異性や感度において必ずしも適切ではなく，それらを検出できない場合もあり得る．

ウイルス試験の方法は学問や技術の進歩と共に向上するため，試験の実施にあたりその時点での科学的に最高水準の技術を取り入れ，適切に行うことでウイルス検出の確度を高める努力を前提とすることはいうまでもないが，それでも，上記の様々な限界を完全に乗り越えることはできない．また一方，生物薬品の製造過程では，ウイルスが混入してくる可能性を完全には否定できないので，これらを念頭に置いた上で安全対策を講ずる必要がある．

したがって，最終製品に感染性ウイルスが存在しないという，より確実な保証は，多くの場合，原材料・医薬品製造基材や製品を直接試験して否定することのみでは得られず，その精製法のウイルス不活化／除去能力を併せて示すことによって得られると考えるべきである．

3.8. ウイルスクリアランス試験の役割

前項で述べたウイルス試験の限界及びヒト・動物由来の生物薬品の原材料・医薬品製造基材にはウイルス潜在の可能性があること，又は製造過程での外来性ウイルス迷入の可能性を前提にすると，ウイルスに対する安全対策の上で重要なことの一つは，原材料などにおいて検出できなかったウイルス及びその後の不測の事態で迷入したウイルスを製造工程でいかに除去や不活化ができるかである．ウイルスクリアランス試験を実施する目的は，精製工程や，製造工程中に組み込まれたウイルス除去や不活化過程が，どのようなウイルス除去／不活化能力を有しているかを実験的に評価することである．このためにウイルス粒子のサイズ，形状，エンベロープの有無，核酸の種類(DNA型，RNA型)，耐熱性や化学的処理に対する抵抗性などの特性を考え，適切なウイルスを選択し，実験室規模での添加試験(スパイク試験)を実施することにより，原材料などにおいて検出できなかったウイルス及びその後の不測の事態で迷入したウイルスに対する除去及び不活化能力を検討・評価することが必要である．

このように，ウイルスクリアランス試験の役割は，製造工程が有するウイルス除去及び不活化能力をモデル試験により推測することであり，ヒト又は動物由来の個々の生物薬品がウイルス安全性に関して受け入れられるレベルに達しているという科学的根拠を得ることに寄与するものである．

ウイルスクリアランス試験の実施に際しては，個々の製品ごとにその起源，原材料・医薬品製造基材や製造方法の特徴を十分に考慮して，最終製品がウイルス安全性において問題がないことを最も確実にかつ合理的に保証できるよう適切なアプローチ法を採用する必要がある．

4. 原材料・医薬品製造基材

4.1. 原材料・医薬品製造基材の起源たる動物種と採取部位に依存した問題と対策

現在日局に収載されている生物薬品でウイルスに対する安全対策が必要なものの原材料・医薬品製造基材は，動物種としては主にヒト，ウシ，ブタ，ウマなどより得ている．いずれも健康な個体由来であるべきことは当然である．動物の場合，野生の動物は避け，可能な限り適切に規定された特定病原体感染防止条件(SPF：specific pathogen-free)に適合したコロニー由来で，適切な微生物汚染防止策や汚染監視システムを含む衛生管理の行き届いた環境下で飼育された動物個体を使用する．食肉基準がある動物種についてはこれを満たした動物個体を使用する．動物種に応じて考慮対象とすべきウイルスが異なってくるが，動物個体の衛生管理状況，食肉基準等への適合状況によっては，検討すべきウイルスを更に絞り込むことも可能であろう．一方，同一の動物種であっても，原材料・医薬品製造基材を採取した部位に応じても対策を講じる必要がある．例えば，血液やある特定の組織から原材料・医薬品製造基材を得る場合には，それぞれに特徴的に存在する可能性があるウイルスのリスク度やそのウイルスが増殖するリスクについて考慮する必要がある．その方策は，尿や乳汁などの体外排泄物や分泌物が原材料・医薬品製造基材である場合のそれとは異なるかもしれない．なお，下垂体などの原材料を用いる場合は伝達性海綿状脳症(TSEs)に対する考慮も必要となるであろうが，これらの病原体に対する方策は本参考情報では対象範囲外とする．基本は，当該動物にTSEsの汚染の報告がない国(地域)由来の原材料などやTSEsに感染していない動物あるいは感染の危険性が報告されていない動物種由来の原材料などを使用することである．使用する原材料などとTSEsに対する考慮事項について明確でない点がある場合にはあらかじめ規制当局と協議することが推奨される．

わが国における生物薬品の製造に用いられる原材料・医薬品製造基材としては以下のものがある．

（1） ヒト由来生物薬品

ヒト由来生物薬品の原材料を得るソースとしては，血漿，胎盤，尿などが用いられている．これらの原材料については，各々の原材料を得た個人ごとにその適格性を問診したり検査したりすることが可能なケースと原材料の種類によっては個人レベルでの十分な検査ができない場合がある．個体レベルで十分な検査が不可能な場合は，その後の製造工程における適切な段階，例えば医薬品製造基材と規定した段階でウイルス汚染を否定する検査を行う必要がある．

（2）　ヒト以外の動物を用いて製造される生物薬品

動物由来の生物薬品としては，ウシ，ブタ，ウマなどの血漿や各種組織より，ヘパリンや性腺刺激ホルモンなどが製造されている．

（3）　ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品

ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品の場合，ヒト又は動物起源細胞株が実質的な原材料であり，医薬品製造の直接の製造基材はクローン化された細胞株から調製された細胞バンク(マスター・セル・バンク，ワーキング・セル・バンク)である．ウイルス安全性面での適格性は，一般には細胞バンクレベルで十分に検討すればよいと考えられるが，起源たる動物のウイルス面に関しての情報やマスター・セル・バンクの基である細胞株樹立の経緯が詳細であればあるほど，マスター・セル・バンクの適格性評価試験をより適切かつ合理的に計画及び実践できることはいうまでもない．

4.2.　原材料・医薬品製造基材の供給源としてのヒトや動物の適格性評価試験

（1）　ヒト由来生物薬品

ヒト由来生物薬品にあっては，健康なヒトから得た体液などを用いることが必須である．更に，各々の原材料を得た個人ごとにその適格性を問診したり検査したりすることが可能でかつ必要なケースでは，適切なプロトコールに従って問診を行うと共に，特異性や感度，精度が十分に評価された試験法を用いて血清学的検査を行い，少なくともHBV，HCV及びHIVの存在が否定されたヒトより得た原材料を用いるべきである．また，特異性，感度及び精度が十分に評価された核酸増幅法(NAT)を用いてHBV，HCV及びHIVの遺伝子の検査を実施する必要がある．

一方，ヒト尿のように各々の個人レベルでは通常の健康診断程度以上の十分な検査を行うことができないか又は個別検査することが合理的ではない原材料にあっては，プールした原材料を医薬品製造基材として，特異性，感度及び精度が十分に評価された抗原検査や核酸増幅法(NAT)などを用いて少なくともHBV，HCV及びHIVの存在を否定しておくべきである．

（2）　ヒト以外の動物を用いて製造される生物薬品

生物薬品の製造に用いられる動物は，適切な健康管理を行われており，様々な検査によりその動物が健康であることが明らかにされている必要がある．更には，飼育されている群が適切に管理された飼育条件にあって全く異常な個体が発生していないことも必要である．また，ヒトに感染症や疾病をもたらすことが知られている各々の動物特有のウイルスの存在については，否定できる情報や科学的根拠を示すか，血清学的又は核酸増幅法(NAT)などを用いて否定しておくべきである．各々の動物に感染することが知られている人獣共通感染ウイルスの例を表2に暫定的に示した．表2は更に吟味して完成する必要があるが，これらすべてについて，各動物個体，原材料となる組織，体液など，又はプールした原材料(医薬品製造のための直接の基材)のレベルなどで実際に試験を行って否定することが必須であるという意味では必ずしもない．表2は動物の由来，健康状態，健康管理や飼育状況，食肉基準に適合しているか否かなど，多くの関連情報を含め，ある特定の動物種を起源とした場合にどのようなウイルスに着目して試験を行うべきか，必ずしも行う必要がないかなどを総合的に考察するための参考資料の一つとして利用するためのものである．個々のケースについてはどのようなウイルスを対象にどのような検討を行えば現実問題として合理的なのかについて十分に吟味し，その根拠を明らかにすることが重要である．

（3）　ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品

医薬品製造基材であるマスター・セル・バンク(MCB)において，医薬審第329号通知「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」に記載された要領に沿って内在性及び非内在性のウイルスによる汚染の有無を徹底的に検討する必要がある．また，医薬品製造のためにイン・ビトロ細胞齢の上限にまで培養された細胞(CAL)についても，適切な外来性ウイルス試験(例えば*in vitro*及び*in vivo*試験)及び内在性ウイルスの存在の有無について試験を実施し，評価する必要がある．医薬品製造のための出発細胞基材としての各ワーキング・セル・バンク(WCB)については，それ自体を対象に又は各WCBを培養したCALの段階で，外来性ウイルスに関する試験を実施すること．適切な非内在性ウイルスの試験がWCBのもとであるMCBで実施され，かつ，そのWCBに由来するCALにおいて外来性ウイルスの試験が実施されている場合，同様の試験は当該WCBでは不要である．

5.　製造及びウイルス試験にかかわる留意事項

ヒトあるいは動物由来の組織，体液などからウイルス面で安全性が高い生物薬品を製造するには，3.5.で述べたようなウイルスの汚染源に配慮しつつ，原材料となる組織や体液など又は医薬品製造基材からのウイルス汚染の可能性を排除すると共に，製造工程や製品取扱い中の汚染，製造従事者や製造施設環境からのウイルスなど汚染の可能性を極力低減させるため，適切な製造条件及び技術の採用，製造環境の整備などを行う必要がある．

更に，近年のめざましい技術進歩をふまえ，有用なウイルス検査技術やウイルス不活化／除去技術を積極的に導入する必要がある．ウイルス不活化／除去については，原理の異なる二つ以上の工程を採用することが望ましい．また，医薬品と同程度の品質を持つ試薬を用いることによりウイルスの迷入の可能性に対する安全性を高める必要がある．代表的な不活化／除去工程としては，①加熱(例えば，55～60℃，30分の加熱で肝炎ウイルスのような一部の例外を除き大部分のウイルスが不活化するとされている．血液や尿由来の製品では液状60℃，10～24時間処理，乾燥加熱処理の例もある)，②有機溶媒・界面活性剤処理(S／D処理)，③膜ろ過(15～50nm)処理，④酸性処理，⑤放射線処理(γ線照射など)，⑥カラムクロマトグラフィー処理(例えば，アフィニティークロマトグラフィー，イオン交換クロマトグラフィー)，⑦分画処理(例えば有機溶媒分画，硫酸アンモニウム分画処理)，⑧抽出処理，などがある．

5.1.　精製工程前のウイルス試験

（1）　ヒト由来生物薬品

精製工程前のウイルス試験の試験試料として想定されるのは，多くの場合，原材料として得られた個人の体液や組織，又はこれらをプールしたり，抽出物とした医薬品製造基材である．これらのケースでは，既に4.2.(1)で述べたように，特異性や感度，精度が十分に評価された試験法を用いて少なくともHBV，HCV及びHIVの存在を否定しておく必要がある．精製工程前の未精製バルクが医薬品製造基材より下流にある場合でも，医薬品製造基材段階で適切なウイルス試験がなされ，ウイルスの存在が否定されていれば，製造基材段階から生物起源由来の試

表2　各々の動物に感染することが知られている人畜共通感染ウイルス

	ウシ	ブタ	ヒツジ	ヤギ	ウマ
牛痘ウイルス(Cowpox virus)	◎				
偽牛痘ウイルス(Paravaccinia virus)	◎	◎	◎	◎	
マレーバレー脳炎ウイルス(Murray valley encephalitis virus)	◎	◎			
羊跳躍病ウイルス(Loupingill virus)	◎	◎	◎	◎	
ウエッセルズブロンウイルス(Wesselsbron virus)			◎		
口蹄疫ウイルス(Foot-and-mouse disease virus)	◎	◎			
日本脳炎ウイルス(Japanese encephalitis virus)		◎			
水疱性口内炎ウイルス(Vesicular stomatitis virus)		◎			
ウシ丘疹性口内炎ウイルス(Bovine papular stomatitis virus)	◎				
オルフウイルス(Orf virus)			◎		
ボルナ病ウイルス(Borna disease virus)			◎		◎
狂犬病ウイルス(Rabies virus)	◎	◎	◎	◎	◎
インフルエンザウイルス(Influenza virus)		◎			
E型肝炎ウイルス(Hepatitis E virus)		◎			
脳心筋炎ウイルス(Encephalomyocarditis virus)	◎	◎			
ロタウイルス(Rotavirus)	◎				
東部ウマ脳炎ウイルス(Eastern equine encephalitis virus)					◎
西部ウマ脳炎ウイルス(Western equine encephalitis virus)					◎
ベネズエラウマ脳炎ウイルス(Venezuelan equine encephalitis virus)					◎
ウマモービリウイルス(Morbillivirus)					◎
ヘンドラウイルス(Hendra virus)					◎
ニパウイルス(Nipah virus)		◎			
伝染性胃腸炎ウイルス(Transmissible gastroenteritis virus)		◎			
ブタ呼吸器コロナウイルス(Porcine respiratory coronavirus)		◎			
ブタ流行性下痢症ウイルス(Porcine epidemic diarrhea virus)		◎			
血球凝集性脳髄膜炎ウイルス(Hemagglutinating encephalomyelitis virus)		◎			
ブタ繁殖呼吸器病症候群ウイルス(Porcine respiratory and reproductive syndrome virus)		◎			
ブタコレラウイルス(Hog cholera virus)		◎			
パラインフルエンザ3型ウイルス(Parainfluenza virus Type 3)		◎			
エンテロウイルス1型(Talfan/Teschen disease virus)		◎			
レオウイルス(Reovirus)		◎			
内在性レトロウイルス(Endogenous retrovirus)		◎			
ブタアデノウイルス1～4型(Porcine adenovirus)		◎			
ブタサーコウイルス(Porcine circovirus)		◎			
ブタパルボウイルス(Porcine parvovirus)		◎			
ブタポックスウイルス(Porcine poxvirus)		◎			
ブタサイトメガロウイルス(Porcine cytomegalovirus)		◎			
仮性狂犬病ウイルス(Pseudorabies virus)		◎			
ロシア春夏脳炎ウイルス(Russian spring-summer encephalitis virus)			◎	◎	
リフトバレー熱ウイルス(Rift Valley fever virus)			◎	◎	
クリミア・コンゴ出血熱ウイルス(Crimean-Congo hemorrhagic fever virus) (ナイロウイルス(Nairovirus))	◎		◎	◎	
トロウイルス(Torovirus)	◎				

薬などを用いて調製される特別なケースなどを除いて，精製工程前ウイルス試験を重複して実施する必要は必ずしもないと思われる．

（2）　ヒト以外の動物を用いて製造される生物薬品

5.1.(1)と同様に，精製工程前のウイルス試験の試験試料として想定されるのは，多くの場合，原材料として得られた動物の体液や組織，又はこれらをプールしたり，抽出物とした医薬品製造基材である．これらのケースでは，生物薬品の製造に用いられる動物に存在することが知られており，ヒトに感染症や疾病をもたらすことが明らかな又はその可能性が高いウイルスについて，既に4.2.(2)で述べたように存在を否定できる情報を示すか，特異性や感度，精度が十分に評価された血清学的検査あるいは核酸増幅法(NAT)などを用いてその存在を否定しておく必要がある．精製工程前の未精製バルクが医薬品製造基材より下流にある場合の考え方は，(1)の場合と同様である．

（3）　ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品

この場合は，一般に，医薬品製造基材は細胞バンクであり，細胞培養後ハーベストされた細胞及び培養液の単一又は複数のプールからなる未加工／未精製バルクが精製工程前の試験試料となる．未加工／未精製バルクが必ずしも細胞を含まず培養液からなる場合もある．MCBやWCBレベルでのウイルス試験によるウイルス存在の否定は，培養終了後の未加工／未精製バルクにおけるウイルス存在の否定を必ずしも意味するものではない．また，CALでの試験も通常一回行われるのみなので，バリデーションとしての意味合いは大きいが，恒常的なウイルス否定を保証するものではない．培地に血清や生物起源由来の成分が使用されるときには，これらのロット更新という変動要因もあるので，CALでの試験をロット更新ごとに行わない限り未加工／未精製バルクレベルでの恒常的なウイルス否定を保証することはできない．

未加工／未精製バルクとして典型的なサンプルは培養槽から

取り出された後，処理を行っていないものである．これは，細胞培養中に迷入した外来性ウイルス汚染の可能性を高確率で検出するのに最も効果的な段階の一つである．ウイルス試験はこの未加工／未精製バルクの段階で適切に実施されるべきである．ただし，ごく一部工程を進めることによってウイルス試験がより高感度に行える場合には，この限りではない(例：未加工／未精製バルクがウイルス試験に用いる培養細胞に毒性を示すが，部分的に処理したバルクにおいては毒性を示さないようなケース)．培養槽から取り出されたそのままの細胞，破砕細胞及び培養上清からなる混合物を処理を施すことなく試験することが適切な場合もある．

未加工／未精製バルクについては，パイロットプラントスケール又は実生産スケールから得た未加工／未精製バルクの少なくとも3ロットについてウイルス試験を行うことが最低限の要求として求められる．更に，それ以降の各製造バッチについても何らかの外来性ウイルス試験を実施することを考慮してみることが望まれている．この未加工／未精製バルクにおけるウイルス試験の範囲，程度及び頻度を決定するにあたっては，以下のような諸点を考慮する必要がある．例えば，目的産物を生産するために用いられる細胞株の種類・性質，細胞株の適格性試験のため実施されたウイルス試験の程度と試験結果，培養方法，原材料の起源とウイルスクリアランス試験の結果などである．未加工／未精製バルクにおける試験として一般に用いられているのは，一種又は数種の細胞株を用いる*in vitro*スクリーニング試験である．なお適宜，NAT試験その他の適切な試験法を用いるとよい．

一般に，外来性ウイルスが検出されたハーベストは，医薬品などを製造するために用いるべきではない．もしこの段階で何らかの外来性ウイルスが検出されたならば，その汚染の原因を突きとめるために製造工程を注意深く点検し，適切な対応をとるべきである．

5.2.　中間原料などの受入れ試験としてのウイルス検査

ヒト又は動物由来の組織，体液などから生物薬品を製造する場合，原材料や医薬品製造基材として部分的に加工された中間原料を他の製造業者より購入し製造に用いる場合もある．この場合，原材料など製造者により既に本参考情報に沿った試験が行われている場合は，これらの中間原料を購入し，生物薬品を製造するメーカーにおいて，受入れ試験としてどのようなウイルス検査を実施すれば適切かについて検討し，検査の実施の有無，検査する試験の内容を含めてその合理的根拠を明らかにしておく必要がある．

一方，原材料など製造業者により本参考情報に沿った試験が行われていない場合は，本文書に沿い中間原料を直接の医薬品製造基材とみなし，必要なすべてのウイルス否定試験を行う必要がある．

5.3.　最終製品におけるウイルス試験

最終製品(又はそれに至る製造段階のいずれかの製品)においてどの程度のウイルス試験を実施すべきかは，原材料や医薬品製造基材の種類，原材料や医薬品製造基材の各種ウイルス検査，製造工程におけるウイルス除去及び不活化工程の評価試験の結果，及び製造工程においてウイルスが迷入する可能性がどの程度あるかなどを勘案して総合的に決定する必要がある．原材料・医薬品製造基材の選択，原材料・医薬品製造基材又は中間原料に対するウイルス試験，製造工程中の適切な段階でのウイルス試験，ウイルスクリアランス試験を的確に実施することなどによりウイルス汚染に対する総合的な安全確保が図られるであろうことは当然期待される．しかし，原材料が例えば不特定多数のヒト由来のものであり，ウインドウ期のウイルスの存在の可能性があり，若しくはウイルス試験に固有の検出上の限界などがあるといった特殊な事情が背景にあった場合で，万一，製造プロセスに何らかの欠陥(例えば，ろ過膜が破損)や人為ミスによる原材料などの取違えなどが生じると，最終製品にウイルスが汚染してくる可能性もある．このような偶発性のウイルス汚染を防ぐために，最終製品において原材料などに存在する可能性があるものでも特に危険度の高いウイルスに着目した核酸増幅法(NAT)による検査などを行うことが推奨される場合もあるかも知れない．

6.　ウイルスクリアランスに関する工程評価

6.1.　ウイルスクリアランスの工程評価の意義，目的，一般的留意事項

ウイルス不活化や除去に関する工程評価はヒト又は動物由来の組織，体液などに由来する生物薬品の安全性を確立するために重要である．このウイルスクリアランスに関する評価を行うことは，原材料などに存在する可能性がある，若しくは不測の事態により迷入する可能性があるウイルスを除去できるということの一定限の保証となる．ウイルスクリアランス試験は，綿密な試験のデザインの下，適切な方法により実施し，合理的に評価される必要がある．

ウイルスクリアランス試験の目的は，ウイルスの不活化や除去に有効であると考えられる工程について評価すること，それらの各工程を合わせて全体としてウイルスがどの程度減少したかを定量的に評価することにある．この目的を達成するには，製造・精製工程における様々な段階にしかるべき量のウイルスを意図的に添加し，以降のそれぞれの工程を経る間に添加されたウイルスがどの程度除去又は不活化されるかを示す必要がある．その際，必ずしも製造工程のすべての工程について評価する必要はなく，十分なクリアランスが示されるいくつかの工程について試験し，評価することでよい．しかし，評価対象以外のステップがウイルスの不活化／除去に関する結果に間接的に影響を与える可能性についても留意しておくべきである．なお，ウイルスクリアランス試験に用いたアプローチについて説明し，その妥当性を明らかにできるようにしておく必要がある．

ウイルス量(感染性)は，ウイルス粒子の除去又はウイルス感染性の不活化により減少する．ウイルスクリアランスに関して評価の対象とした各製造工程については，ウイルス量の減少のメカニズムが不活化によるのか除去によるのかに関して推定しておく必要がある．不活化を評価しようとする工程における試験に際しては，検体を時間を変えてサンプリングし，不活化曲線が描けるように計画するべきである．

6.2.　ウイルスの選択

ウイルスクリアランス試験に使用されるモデルウイルスとしては，広範囲にウイルス除去／不活化の情報を得るという観点から，DNAウイルス及びRNAウイルス，エンベロープの有無や粒子径の大小において差異があるもの，及びウイルスクリアランス能力を試験する目的に叶う物理的・化学的処理に対する抵抗性が高いものなどを含む広範な特性を持つウイルス類を選択することが望ましい．これらの特性を網羅するには3種類程度のモデルウイルスを組み合わせることが必要になる．

表3　ウイルスクリアランス試験に用いられたことのあるウイルスの例

ウイルス	科	属	宿主	ゲノム	エンベロープ	サイズ(nm)	形状	耐性
水疱性口内炎ウイルス (Vesicular Stomatitis Virus)	ラブドウイルス科 (Rhabdo)	ベジクロウイルス属 (Vesiculovirus)	ウマ ウシ	RNA	有	70×150	弾丸形	低
パラインフルエンザウイルス (Parainfluenza Virus)	パラミクソウイルス科 (Paramyxo)	1型・3型　Respirovirus属 2型・4型　Rubulavirus属	多種	RNA	有	100～200＋	多様な形	低
マウス白血病ウイルス (MuLV)	レトロウイルス科 (Retro)	C型オンコウイルス属 (Type C oncovirus)	マウス	RNA	有	80～110	球形	低
シンドビスウイルス (Sindbis Virus)	トガウイルス科 (Toga)	アルファウイルス属 (Alphavirus)	ヒト	RNA	有	60～70	球形	低
ウシ下痢症ウイルス (BVDV)	フラビウイルス科 (Flavi)	ペスチウイルス属 (Pestivirus)	ウシ	RNA	有	50～70	多様な形	低
仮性狂犬病ウイルス (Pseudorabies Virus)	ヘルペスウイルス科 (Herpes)	アルファヘルペス亜科 Varicellovirus属	ブタ	DNA	有	120～200	球形	中
ポリオウイルスSabin 1型 (Poliovirus Sabin Type 1)	ピコルナウイルス科 (Picorna)	エンテロウイルス属 (Enterovirus)	ヒト	RNA	無	25～30	正20面体	中
脳心筋炎ウイルス (Encephalomyocarditis Virus)	ピコルナウイルス科 (Picorna)	カルジオウイルス属 (Cardiovirus)	マウス	RNA	無	25～30	正20面体	中
レオウイルス3型 (Reovirus 3)	レオウイルス科 (Reo)	オルトレオウイルス属 (Orthoreovirus)	多種	RNA	無	60～80	球形	中
シミアンウイルス40 (SV 40)	パポーバウイルス科 (Papova)	ポリオーマウイルス属 (Polyomavirus)	サル	DNA	無	40～50	正20面体	高
パルボウイルス(ウシ，ブタ) (Parvovirus : canine，porcine)	パルボウイルス科 (Parvo)	パルボウイルス属 (Parvovirus)	イヌ ブタ	DNA	無	18～24	正20面体	高

モデルウイルスを選択する際，原料に存在している可能性のあるウイルスに類似している，若しくは同じ特性を持っているなどの理由でウイルスを選択する場合もある．この際，2種類以上のウイルスが候補として選択可能な場合には，原則としてウイルス除去及び不活化処理に対して，より抵抗性の強いウイルスを選択する．また，高力価の材料が調製できるウイルスが望ましい(ただし，これがいつも可能であるとはいえない)．更に，使用するそれぞれのウイルスの検出法に関しては，試験対象の各製造工程段階における試料の状態などによって検出感度が影響される可能性もあるので，それぞれの段階において効果的で信頼性の高いアッセイができるようなウイルスを選択する必要がある．なお，ウイルスの選択にあたっては，クリアランス試験従事者に健康被害をもたらす可能性も考慮するべきである．

その他ウイルスの選択に際しての留意事項は，医薬審第329号通知を適宜参考にするとよい．また，ウイルスクリアランス試験に用いられるウイルスの例を表3に示した．これは医薬審第329号通知から引用したものである．ただし，医薬審第329号通知はヒト又は動物細胞株由来の製品のウイルス安全性を対象としているので，生物薬品の起源・原料によっては，より適切なモデルウイルスを選択する必要があると思われる．

6.3.　ウイルスクリアランス試験の設計

ウイルスクリアランス試験は，目標とする特定の製造工程段階で意図的にウイルスを添加し，当該製造工程のウイルス除去や不活化能力を定量的に評価するものである．

ウイルスクリアランス試験の計画を立案する際，検討することが望ましい留意点を以下に示す．

（1）　高力価の材料が調製できるウイルスを選択することが望ましいが，その場合には凝集を避けるよう注意を払うべきである．凝集が起これば，物理的除去が過大に評価されたり，不活化が過小に評価され，実際の製造での状況を反映しなくなる可能性が生じる．

（2）　使用するそれぞれのウイルスの検出法は，ウイルスクリアランス指数の算定に大きく影響するので，可能な限り検出感度の高い方法を用い，事前に，用いる方法の検出感度を把握しておく必要がある．それぞれの製造工程段階において十分な感度と再現性を有し，有用で信頼性の高い結果が得られるアッセイ法である必要がある．結果に関して統計的に適切で妥当な処理が行えるよう，十分な測定サンプル数で実施する必要がある．感染性試験を行う際には，感度保証のために適切なウイルスコントロールを含むべきである．感染性を指標としない定量試験もその妥当性を明らかにした上で使用してもよい．また，低濃度のウイルス試料(例えばウイルス粒子数が1L当たり1～1000)を取り扱う場合，ウイルス試料のサンプリングの仕方によって生じる統計学上の問題を考慮に入れるべきである．

（3）　ウイルスクリアランス試験は，製造業者が当該生物薬品の製造工程の規模を縮小した試験系で実施する．GMP上，製造に用いないウイルスを製造施設に持ち込むことはできないので，ウイルスクリアランス試験は，製造設備とは別のウイルス試験設備で行わなければならない．このためウイルスクリアランス試験は，ウイルス学的研究を行う設備のある隔離された別の施設で，ウイルスの専門家と精製工程のスケールダウンを設計し，準備に関与した製造技術者が協同で行う必要がある．その際のウイルスクリアランス試験はGLPの基本理念に基づき実施しなければならない．

（4）　この製造規模の縮小版で行うウイルスクリアランス試験における工程の各要素は，実生産規模での製造工程のそれを可能な限り反映したものとし，その妥当性を明らかにする必要がある．クロマトグラフィー装置については，カラムベッド高，線流速，ベッド容量に対する流速の比率(すなわち接触時間)，緩衝液，カラム充てん剤の種類，pH，温度，たん白質濃度，塩濃度，目的物質濃度に関して，すべて実生産スケールの製造

に相応している必要がある．また，溶出のプロフィールも同様のものが得られなければならない．同様な考え方をその他の工程についても適用すること．やむを得ない事情により実際の製造工程を反映させることができない場合には，それが結果へどのような影響を及ぼすかを考察しておくべきである．

（５） 製造工程のうち，ウイルス不活化／除去に関して原理が異なると考えられる二つ以上の工程を選択し，検討することが望ましい．

（６） ウイルスを不活化／除去することが予想される工程について，そのクリアランス能力を個々に評価し，それぞれが不活化工程なのか，除去工程なのか，又は不活化／除去いずれにも関与するのか慎重に検討し，試験を計画すべきである．一般にウイルスクリアランス試験では，試験対象となる各段階ごとにウイルスを添加し，当該工程を経た後の感染性の減少度を評価するが，ある工程段階に高力価のウイルスを添加し，工程間のウイルス濃度を試験することで十分である場合もある．ウイルス除去が分離・分画操作による場合，可能な範囲で，ウイルスがどのように分離・分画されたのか(マスバランス)を検討することが望ましい．

（７） ウイルスの不活化を評価するためには，試験対象とする工程前の試料に感染性のウイルスをスパイクし，工程を経る間における減少度を計算すべきである．その際，ウイルスの不活化は単純な一次反応でなく，通常，速い“第一相”と遅い“第二相”から構成される複雑な反応であることに留意すべきである．したがって試験に際しては，時間を変えて検体をサンプリングし，不活化曲線が描けるように計画すべきである．不活化試験においては，最短曝露時間でのポイントに加えて，曝露ゼロ時より長く，かつ最短曝露時間よりも短い時間でのポイントを少なくとも1点はとることが望ましい．少なくとも2回の独立した試験を実施して不活化において再現性があることを示す必要がある．ヒトへの病原性が知られているウイルスが迷入する可能性がある場合には，その不活化に効果的な工程をクリアランス試験に組み込むよう計画し，可能な範囲で当該ウイルス(若しくは同種又は密接に関連しているウイルス)を試験対象として更に詳しいデータ(より多数のポイント)をとることが，特に重要である．ウイルス負荷量は，スパイクした出発物質中のウイルス量の実測値に基づいて定めるべきであるが，実際上これが困難な場合には，スパイクに用いたウイルス溶液の力価からウイルス負荷量を算出することになる．試験対象の工程条件下では不活化があまりにも速く，不活化曲線を作成することができない場合，不活化により事実上感染性が失われていることを適切な試験系により示す必要がある．

（８） 工程前の試料中にウイルスに対する抗体が存在する場合には，ウイルス除去及び不活化工程におけるウイルスの挙動に影響を及ぼす可能性があるので，このことを考慮に入れた上でクリアランス試験を実施する必要がある．

（９） 工程前の試料中に添加するウイルス量は，その製造工程のウイルス除去及び不活化能力を評価するのに十分な量とする．ただし，添加するウイルスが製品の特性を変えたり希釈による製品中のたん白質の挙動を変えたりすることがないよう，工程前の試料の容量に対してできるだけ少量とするのが望ましい．

(10) 被験試料中のウイルスは，可能な限り超遠心分離，透析，保存などの操作を行わずに定量することが望ましい．しかし，阻害物質や毒性物質の除去のための操作，又はすべての試料を同時に定量するために一定期間保存することなど，定量前に何らかの処理をすることが避けられない場合もある．希釈，濃縮，ろ過，透析，保存など，測定試料調製のための操作を伴う場合は，それによるウイルス感染性における変化を評価するために，同様な調製手順を経るコントロール試験を並行して行う必要がある．

(11) 緩衝液又は製品(に含まれる目的たん白質やその他の成分)が指示細胞に望ましくない影響を及ぼす可能性がある．したがって，これらのウイルス力価測定法に対する毒性作用又は干渉作用をそれぞれ個別に評価して，測定に支障のないような対策を講ずるべきである．仮に，緩衝液がウイルス試験に用いる指示細胞に対して毒性を有する場合は，希釈，pHの調整，又はスパイクウイルスを含む緩衝液の透析等を試みるとよい．製品(目的たん白質など)が抗ウイルス活性を持っている場合，クリアランス試験を疑似工程(mock run)，すなわち目的たん白質などそのものは含まない条件下でのクリアランス試験を実施する必要がある．しかし，製造工程によっては，目的たん白質などを除くことや抗ウイルス活性を持たない類似たん白質で代替することがウイルスの挙動に影響することもあり得る．

(12) 同様な緩衝液又はカラムを複数の精製工程で繰り返し使用するケースでは，データを解析する際に，この繰り返し使用の影響を考慮すべきである．ウイルス除去の効果は，その方法が製造工程のどの段階で使用されるかにより変化する可能性があることに留意する必要がある．

(13) 非常に強い殺ウイルス性を有している製造条件を用いている場合又は緩衝液などが指示細胞に対し非常に強い毒性や殺ウイルス性を有している場合には，総ウイルスクリアランス指数は過小評価される可能性があるので，ケース・バイ・ケースの考え方に立脚して考えるべきである．逆に総ウイルスクリアランス指数は，ウイルスクリアランス試験に固有の限界ないしは不適切な試験計画のために過大評価される場合もあることに留意する必要がある．

(14) ある特定のウイルス除去／不活化工程のクリアランス能はウイルスの種類によって異なることを考慮する必要がある．ウイルス除去／不活化工程のうち，特異的な作用原理・機構によりウイルスクリアランスを発揮する工程は，その作用機構に当てはまるウイルス類に対しては極めて有効であるが，それ以外のウイルスに対しては有効でない可能性がある．例えば，S／D(有機溶媒／界面活性剤)処理は，一般に脂質膜を有するウイルスに対しては有効であるが，脂質膜を有しないウイルスに対しては有効でない．また，ウイルスによっては通常の加熱工程(55～60℃，30分)にも抵抗性を示すものもある．このようなウイルスに対してクリアランスを期待する場合は，条件を更に強くするか，作用原理・機構が異なる工程の導入を考慮する必要がある．S／D(有機溶媒／界面活性剤)処理や加熱処理とは原理が異なるウイルス除去膜処理工程は，膜の特性上，これを通過できないサイズを持つ広範囲のウイルスに対して有効である．一方，目的たん白質を特異的に吸着させるアフィニティークロマトグラフィー工程は，目的たん白質以外のウイルスなどを徹底して洗い流すことも可能なので，ウイルス除去に一般に有効である．イオン交換クロマトグラフィーやエタノール分画処理工程などにおいては，製品中の目的たん白質と各種ウイルス類との分離・分画状況は様々な様相を呈するが，これらの工程が他の処理工程で十分に不活化・除去できないウイルスの

クリアランスに有効であるケースも少なくない.

(15) ウイルスクリアランスは，例えば，不活化工程が2段階以上ある場合，相互補完的分離工程が複数ある場合，又は不活化及び分離工程が複数組み合わされたような場合に効果的に達成される．分離工程においては，個々のウイルスの物理的・化学的特性がゲル・マトリクスとの相互作用や沈降特性に大きく影響し，ウイルスごとに分離状況に違いが生じる可能性がある．しかし，こうした変動要因にもかかわらず，相互補完的分離工程の組合せや，又は不活化工程と分離工程との組合せにより，効果的なクリアランスが達成される．また，クロマトグラフィー工程，ろ過工程及び抽出工程などの分離工程で，目的ウイルスとモデルウイルスの分離に影響する項目などをふまえて十分に吟味してデザインしたものは，適切にコントロールされた条件下で操作を行った場合，効果的なウイルス除去工程となり得る．

(16) ウイルスクリアランス工程として有効であることを示すために，少なくとも2回以上の独立した試験により添加ウイルス量の低減に再現性があることを立証できるよう試験計画を立てる必要がある．

(17) クロマトグラフィー用カラムなどのウイルスを除去する能力が，繰り返し使用した後又は経時的に低下する可能性がある．カラムなどの繰り返し使用ができるかどうかはカラムを数回使用した後にウイルスクリアランスに関する性能を示す指標を測定することにより評価できる．

(18) その他，生物薬品のウイルスクリアランス試験の設計に関しては医薬審第329号通知を適宜参考にすること．

6.4. ウイルスクリアランス試験結果の解釈

6.4.1. ウイルスクリアランス指数の評価

ウイルスクリアランス指数は，製造工程においてクリアランス試験の対象とした各製造段階を経る間のウイルス量(ウイルス感染性：力価)の減少度を対数で表したものである．製造工程全体における総ウイルスクリアランス指数は，これら各製造段階でのウイルスクリアランス指数のうち適切に評価できるものを加算することにより得られる．

得られた各ウイルスクリアランス指数及び総ウイルスクリアランス指数が受入れ可能かどうかについて，原材料及び製造過程に混入(迷入)する可能性が現実的に考えられるすべてのウイルスを念頭において評価し，その妥当性を示すべきである．

齧歯類の細胞基材由来のバイオ医薬品のケースのように医薬品製造基材などに何らかのウイルス粒子の存在が認められる場合，当該ウイルスが排除又は不活化されたということのみでなく，ウイルスクリアランスに関して，必要な程度を上回る能力が精製工程に組み込まれていて，最終製品の安全性が適切なレベルに確保されていることを示すことが重要である．製造工程により除去され，又は不活化されたウイルスの量は，医薬品製造基材などに存在が推定されるウイルス量と比較されるべきである．比較をする上で，原材料・医薬品製造基材など中のウイルス量を測定することが重要である．この測定値は，感染性の測定又はその他の方法，例えば電子顕微鏡(TEM)により，得られるべきである．精製工程全体を通して評価した場合，1回の臨床投与量に相当する原材料・医薬品製造基材など中に存在すると推定されるウイルス量よりはるかに上回るウイルス量を排除することができなければならない．しかし，医薬品製造基材などにウイルスの存在が推定されるというケースは，齧歯類の細胞基材由来のバイオ医薬品を除いては極めてまれであろう．当該医薬品が他の製法では得られず，臨床上も不可欠であり，存在するウイルス粒子に関する感染性を含む情報が明らかであるなどの特別な場合を除いて，そのような原材料・医薬品製造基材などは，原則として医薬品生産には使用できない．

通常は，生物薬品の製造基材には，何らかの試験・検査によりウイルスの存在は否定されている．そのような場合，可能性が現実的に考えられる特定のウイルスをモデルとすることもありうるが，一般的には，6.2.で述べたように，広範囲なウイルスに関する工程のクリアランス能を示すことができる適切なモデルウイルス類の組合せを選択し，クリアランス試験をすることになる．このような場合には，ウイルスクリアランスに関する一般的な数値目標は特に設定できない．工程のウイルスクリアランス指数の妥当性は，医薬品製造基材などのウイルス汚染の現実的可能性をめぐる各種の情報やウイルス否定試験の検出感度，その他文献的事例などを勘案しながら考察することになる．

6.4.2. ウイルスクリアランス指数の計算法

ウイルス除去及び不活化工程のウイルスクリアランス指数Rは，次式で示される．

$$R=\log[(V_1\times T_1)/(V_2\times T_2)]$$

ここで，R＝対数で表される減少度であり，V_1＝工程処理前の試料の容量，T_1＝工程処理前のウイルス量(力価)，V_2＝工程処理後の試料の容量，T_2＝工程処理後の試料のウイルス量(力価)である．

ウイルスクリアランス指数を算出する場合には可能な限り，試料に添加したウイルス力価でなく，添加後の工程処理前の試料中に検出されるウイルス力価に基づき算出する．これが不可能な場合，スパイクに用いられるウイルス溶液の力価からウイルス負荷量を算出することになる．

6.4.3. 結果の解釈及び評価上留意すべき事項

ウイルス不活化／除去工程の有効性に関するデータを解釈，評価する際には，①試験に使用されたウイルスの適切さ，②クリアランス試験のデザイン，③対数で表されるウイルス減少度，④不活化の時間依存性，⑤工程のウイルス不活化／除去に影響する要素・項目，⑥ウイルスアッセイ法の感度，⑦ある不活化／除去工程が特定種類のウイルスに特に有効である可能性など，様々な要因を組み合わせて考察する必要がある．更に補足的事項を以下に示した．

これら様々な要因が結果に影響することをふまえて，適正な解釈，評価に導くようにする必要がある．

（1） 試験に使用したウイルスの挙動

ウイルスクリアランス試験の結果を解釈するにあたって，クリアランスの機構は試験に使用したウイルスの種類によって異なる可能性があることを認識しておく必要がある．また，使用されるウイルスは，通常組織培養で製造されるが，製造工程中において，組織培養ウイルスの挙動は自然界に存在するウイルスの挙動とは異なっている可能性がある．例えば，自然界に存在するウイルスと培養ウイルスとでは純度や凝集の程度が異なっている場合がある．また，分離工程の特性によっては，糖鎖付加のようなウイルスの表面特性の変化が，分離状況に影響する可能性がある．これらの点を念頭に置き，結果を解釈する必要がある場合も考えられる．

（2） 試験の設計

製造工程の変動要因，規模縮小における変動要因などを考慮に入れてウイルスクリアランス試験は設定されているはずであるが，実生産スケールそのものではないのでやむを得ず差異が生じている可能性もある．データの解釈上，こうした差異を考慮したり，試験に限界があることに留意する必要がある場合も考えられる．

（3） ウイルス減少度データの取捨選択

総ウイルスクリアランス指数は，対数で表された各製造段階での減少度を加算することによって算出される．しかし，複数の工程，特にほとんど減少を伴わない工程(例えば1 $\log_{10}$以下の工程)の減少率を加算すると，工程全体を通してのウイルス除去／不活化能力を過大評価してしまう可能性がある．したがって，1 $\log_{10}$以下のウイルス力価における除去／不活化は正当な理由がない限り通常計算に入れるべきではない．なお，同一又は近似した方法を繰り返して達成されたウイルスクリアランス指数は，合理的な理由がない限り加算するべきではない．

（4） 不活化の時間依存性

ウイルス感染性の不活化は，急速な初期相とそれに続く遅い相からなる2相性の曲線を示すことも多い．そのような不活化工程で不活化を免れたウイルスは次の不活化工程で抵抗力がより強くなる可能性がある．例えば，不活化を免れたウイルス(抵抗性画分)が凝集形態をとった場合，各種化学処理や熱処理に対しても抵抗性を示す可能性がある．

（5） 対数で表されるウイルス減少度の評価

ウイルス力価の減少度を対数で表してウイルスクリアランス指数とするため，残存感染性ウイルス量が著しく低減することは示せるが，力価は決してゼロにはならないという限界がある．例えば，mL当たり8 $\log_{10}$感染単位を含む標品から8 $\log_{10}$のファクターで感染性の低減があっても，試験の検出限界をも考慮すれば，mL当たりゼロ $\log_{10}$すなわち1感染単位を残していることになる．

（6） 製造工程の変動因子

スパイクされた試料と緩衝液やカラムとの接触時間などの製造工程の変動因子のわずかな変動に対しウイルスの除去及び不活化効果が影響を受けやすい場合も考えられる．このような場合には，これらの因子の変動が当該製造工程のウイルス不活化効果に対していかに影響していたかを考慮する必要があるかもしれない．

（7） 抗ウイルス抗体の存在

試料中に試験に用いるウイルスに対する抗体が存在すると，ウイルスの分配や不活化処理に対する感受性に影響を与える可能性がある．ウイルスの感染性を中和するのみでなく，試験結果の解釈を複雑化する．したがって，試料中のウイルスに対する抗体の存在は一つの重要な変動要素であると考えられる．

（8） 不活化／除去工程の新規導入

ウイルスクリアランスが製品の安全性確保にとって重要な因子と考えられるにもかかわらず，製造工程による感染性に関するクリアランスの達成度が不十分である場合には，目的に特に叶うと考えられる不活化／除去機構を特徴とする工程を新規に導入したり，既存の工程と相互補完できるような不活化／除去工程を追加導入すべきである．

（9） ウイルスクリアランス試験の限界

ウイルスクリアランス試験は，最終製品がウイルス安全面から見て受け入れられるレベルに達しているという確証を得るのに寄与はするが，それそのものが安全性を保証するわけではない．また，上述のようなウイルスクリアランス試験のデザインや実施にかかわる様々な要因や結果の解釈如何が製造工程のウイルス感染性除去能力について必ずしも適正ではない評価に導く可能性もあることに留意する必要がある．

7. 統計

ウイルスクリアランス試験における結果の評価にあたってはデータを統計学的手法を用いて解析する必要がある．また，得られた結論が支持されるためには，試験結果が統計学的に妥当性が検証されたものである必要がある．

7.1. ウイルス力価測定における統計学とその留意点

ウイルスの力価測定は他の生物活性の測定と同様，ばらつきが大きい．ウイルスクリアランス試験を信頼性のあるものとするため，ウイルス力価測定の正確さとその測定値から得られるクリアランス指数の正確さ並びに試験方法の妥当性を評価する必要がある．統計学的評価の目的は実施したウイルスクリアランス試験がウイルス学的に適切な水準で実施されていることを裏付けることである．

1. ウイルス力価測定法には半定量法(quantal method)と定量法(quantitative method)があるが，半定量法，定量法共に，統計学的評価の対象となる．

2. 試験の変動は，希釈誤差，統計的な要因，及び測定法に固有で不可避的なばらつきにより生じる．通常，独立して実施した試験間のばらつき(試験間変動)は，一試験内で得られた結果のばらつき(試験内変動)より大きい．

3. 試験内変動の95%信頼限界を求めるとき，通常，平均値±0.5 logのレベルに収まるようにするべきである．試験内変動は一般的な方法で計算する．試験間変動は試験にウイルス標準品を用いることでモニターできるが，この際のウイルス標準品の力価の実測値は，別途当該試験法を用いて研究室で測定，確立しておいた試験結果の平均値のおよそ0.5 log以内であるべきである．より低い精度の試験を採用するにはそれなりの妥当な理由が必要である．

7.2. ウイルスクリアランス試験の再現性，信頼限界

ウイルス不活化／除去工程として有効であることを示すためには，少なくとも2回以上の独立した試験により添加ウイルス量の低減に再現性があることを立証する必要がある．

一方，クリアランス試験におけるクリアランス指数の95%信頼限界は，可能な範囲で算出することが望ましい．処理工程前の材料中のウイルス測定値の95%信頼限界が±sで，工程処理後のウイルス測定値の95%信頼限界が±aの場合，ウイルスクリアランス指数の95%信頼限界は

$$\pm\sqrt{(s^2+a^2)}$$

である．

8. ウイルスクリアランスの再評価が必要な場合

生産工程又は精製工程を変更する場合には，その変更がウイルスクリアランス能力に関して，直接又は間接に影響しないかを考え，必要に応じて変更した工程を含む全体のウイルスクリアランス能力を再度検証する必要がある．精製工程を変更するとウイルスクリアランスの程度が変わる可能性がある．

9. ウイルスクリアランス試験にかかわる測定法

9.1. ウイルス感染価の測定法

ウイルス感染価の測定法には，半定量法と定量法がある．半

定量法は動物を用いた感染性試験や，CCID法(Cultured cell infectious dose：培養細胞感染性価)で，動物や培養細胞の感染の有無をスコアする方法である．感染価は，感染した動物や培養細胞の割合で決められる．定量法においては，ウイルス量と測定される感染性は直線的な関係にある．定量法としてはプラーク法などがある．プラーク法では1プラークが1感染単位に相当する．測定法は，十分な感度と再現性を持つべきであり，コントロールを用いて統計学的に分析可能な結果が得られるようにする．半定量法，定量法共に，統計学的評価の対象となる．

9.2. 核酸増幅法(NAT)による検査

核酸増幅法(NAT)による検査は，各々のウイルスに対する血清学的検査が陰性であるときでも個別の検体やプールされた原材料・医薬品製造基材又は製品中のウイルスゲノムを高感度で検出できる方法である．培養系で測定できないHBVやHCV遺伝子などの検出にも応用できる．また，HBV，HCV及びHIVに関してはウインドウ期の大幅な短縮が可能になり，ウイルス安全性評価手段として寄与することが期待されている．しかし，用いるプライマーの選択によっては検出しようとする目的ウイルスのすべてのサブタイプを検出できないこともある．したがって，NATの採用にあたっては，可能な限りの様々なサブタイプに対して検出可能かどうかをあらかじめ検討しておく必要がある．

NATは，ウイルスクリアランス工程評価においてウイルス除去工程の有効な評価法となりうるが，ウイルス不活化工程では，不活化されたウイルスが依然として核酸陽性の結果を示すことがあるために，ウイルス不活化の程度が過小評価される可能性がある．また，NATを導入する場合には，検出感度の妥当性，ランコントロールとして用いる標準品の選定，プライマーなど用いる試薬の品質の保証・維持及び陽性又は陰性の結果の解釈において十分な注意を払わなければならない．

10. 記録と保存

ウイルス試験及びウイルスクリアランス試験にかかわる項目についてはすべて文書化し，保存しなければならない．

11. その他

ウイルス試験及びウイルスクリアランス試験について医薬審第329号が適切に適用できる場合にはこれを参考にすること．

おわりに

初めに述べたように，日局収載医薬品の品質・安全性などの確保は，科学の進歩，経験の蓄積を反映してその時代における最も先端的な方法，考え方でなされる必要がある．

日局生物薬品のウイルス安全性を確保するための基本要件を本参考情報に示したが，ここで述べられたことは新医薬品開発を行おうとする際の安全性確保策とほぼ同レベルの方策である．これは，新薬，既承認医薬品いずれもウイルス安全面では同等の関心を払うべきとの考えに基づいている．また，その時代における最も先端的な方法，考え方で日局収載医薬品の品質・安全性などの確保を図るべきとの考え方にも基づいている．更に，考えうるあらゆるケースを考慮しながら，すべての生物薬品に対して適用できるよう，網羅的に記述されている．したがって，長年にわたり医薬品として安全に用いられてきたある個別の生物薬品の側から見れば，改めて，本参考情報にすべて沿って，新薬に対すると同様のレベルのウイルス試験や工程のウイルスクリアランス試験を実施するのは必ずしも合理的ではない，というケースもあるかもしれない．個々の生物薬品については，その起源，由来，種類，製造方法，特性，臨床上の用法，過去の実績等を勘案しながら，ケース・バイ・ケースの原則で最も合理的に対処していく必要があると考えられる．

日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源としての動物に求められる要件

はじめに

日本薬局方の通則等に，「医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは，別に規定する場合を除き，当該動物は，原則として，健康なものでなければならない」旨の規定を追加することが平成14年3月29日付官報で告示された．

同日付，医薬発第0329001号通知では，「ここでいう健康なものとは，各医薬品の適切な使用方法において，ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さない動物をいうものであり，現時点においては，例えば，経口・外用医薬品などについて，動物由来成分の原料となる動物が食用基準をみたしていることが確認できることをいうこと，なお，この健康なものの基準は人獣共通感染症等に関する新たな知見等を踏まえ，適宜見直されるべきものであること」と記載されている．

本参考情報では，医薬発第0329001号通知の趣旨をふまえ，動物に由来するものを原料として製造される医薬品における感染性面での安全性確保について述べる．

1. 基本的考え方

ヒトを含む動物に由来するものを原料として製造される医薬品を使用する上で，当該医薬品にウイルスなど感染性物質が混入し，それがヒトに感染して感染症を発症若しくは何らかの身体的異常を生じさせる可能性があることに関する配慮が必要になる．この際，医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物や医薬品原料にウイルスなど感染性物質が存在しているかどうかがまず重要な留意点であることはいうまでもない．更に重要な点は，それを基に製造した医薬品にウイルスなど感染性物質が存在し，ヒトに投与した場合に，ヒトに感染する可能性があるかどうかということである．医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物が，「各医薬品の使用方法において，ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さないもの」として求められている要件は，「医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物の適格性に関する評価，適切な医薬品製造過程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守という全体方策をとおして，ヒトに感染症を引き起こすことはないもの」である．

2. 医薬品原料起源としてのヒトを含む動物について

ヒトを含む動物由来の医薬品によるヒトへの感染を防止するには，使用する原料にウイルスなど感染性物質が存在していないことを保証すること，すなわち，「ヒトに病原性がある感染性物質に汚染されていないことが証明されたという意味での健康な動物由来の原料を使用するか，動物由来の原材料に適切な処理を施した後，ヒトに病原性がある感染性物質に汚染されていないことを立証したものを医薬品製造原料として使用すること」が最も明快で適切な対応である．

ヒト由来製品の原材料としては，細胞・組織，血液，胎盤，尿などが用いられている．これらの原材料の起源となるドナー

について，個人ごとに問診や検査を行うべき場合や行うことができる場合には，ウイルスなど安全性面での適格性をこの段階で試験すべきである．

例えば，平成12年12月に厚生省医薬安全局より公表された「細胞・組織利用医薬品等の取扱い及び使用に関する基本的考え方(医薬発第1314号　平成12年12月26日，別添1)」に基づき，ドナー(ヒト)より提供される細胞・組織が感染性物質に関する十分な不活化・除去工程を経ることなく患者に投与されるところから，ドナーについて，病歴，健康状態，採取細胞・組織を介して感染する可能性がある各種感染症に関する検査項目などを考慮して，選択基準，適格性基準を定め，その妥当性を明らかにすることを求めている．特にB型肝炎(HBV)，C型肝炎(HCV)，ヒト免疫不全ウイルス(HIV)感染症，成人T細胞白血病，パルボウイルスB19感染症については，問診及び検査(血清学的試験や核酸増幅法など)により否定することが求められている．また，サイトメガロウイルス感染及びEBウイルス感染については必要に応じて検査により否定することとされている．そのほか，「梅毒トレポネーマ，クラミジア，淋菌，結核菌などの細菌による感染症」，「敗血症及びその疑い」，「悪性腫瘍」，「重篤な代謝，内分泌疾患」，「膠原病，血液疾患」，「肝疾患」，「認知症(伝達性海綿状脳症及びその疑いのあるもの)」については既往歴，問診などの診断を行うと共に，輸血，移植医療を受けた経験の有無などからドナーとしての適格性を判断することも求められている．検査項目及び検査方法については，その時点で最も適切とされる方法を採用することとするが，感染症などに関する新たな知見及び学問・技術の進歩に鑑み，随時見直しを行う必要があるとされている．また，ドナースクリーニングにあたっては，検査項目，検査方法などにより，ウインドウ期(感染初期に細菌，真菌，ウイルス等又は細菌，真菌，ウイルスなどに対する抗体が検出できない期間)を勘案し，可能な限り適切な時期に再検査を実施することとされている．

国内献血由来血漿分画製剤にあっては，献血者について問診，自己申告によりチェックし，献血血液段階で血清学的検査，HBV，HCV，HIVを対象としたミニプール核酸増幅試験(NAT)を実施している．また，分画用原料血漿は最低4箇月間貯留保管し，採血後情報／輸血後情報を反映する措置を講ずることによりヒトに何らかの感染症を引き起こす可能性のある原料の使用を排除しようとしている．

一方，尿由来製品などのように多数の不特定者から採取され，一定の処理が施された後原料とされるような場合，各個人ごとにウイルスなどの検査をすることは，現実的ではなくまた合理的でもない．この場合プールした原料についてウイルス試験など，適切な試験を行い確認するべきである．

ヒト以外の動物の場合，野生の動物は避け，適切な微生物汚染防止対策や汚染監視システムを含む衛生管理の行き届いた環境条件下で飼育された動物個体を使用するべきである．可能な限り適切に規定された特定病原体感染防止条件(specific pathogen-free：SPF)に適合したコロニー由来の動物を使用することが望ましい．また，食肉基準がある動物についてはこれを満たした動物個体を使用すべきである．必要に応じて適切な試験により病原体などの感染がないことを確認する必要がある．

伝達性海綿状脳症(Transmissible Spongiform Encephalopathies：TSEs)の病原体とされているプリオンによる伝播や汚染を極力回避するための具体的手段は，①ヒツジやヤギにおけるスクレイピー，ウシにおけるBSE，シカのChronic Wasting Disease (CWD)，ヒトにおける新型CJDなどのTSEs発生地域(国)やリスクの高い地域(国)の動物，長期(6箇月以上)滞在者由来の医薬品原料や関連物質の使用を避けること，②スクレイピー，BSE，CJDなどを発症している個体由来の物質の使用を避けること，③リスクの高い器官，臓器，細胞などに由来する物質の使用を避けること，④TSEsの発生状況，プリオンに関する疫学的調査結果，研究成果若しくは原料採取後のドナーの遅発性感染症の発症状況などに関する情報を収集して的確に対応することなどである．

3.　医薬品原料となるヒトや動物由来の細胞について

ヒトや動物由来の細胞基材を使用して，医薬品を製造することが行われているが，この場合，細胞基材の起源たるヒトや動物が健康なものであることが望ましいことはいうまでもない．しかし，一般には，細胞基材由来医薬品のウイルス安全性などの評価は，事実上の医薬品製造原料である細胞レベルで行われることが合理的であるとされている．この場合，可能な限り，細胞バンクを作製して，徹底的なウイルスなどに関する試験と解析を実施することにより安全性を確認する必要がある．この際の試験項目や試験方法については，ICH国際合意文書を受けた国内版通知「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」(平成12年2月22日付医薬審第329号厚生省医薬安全局審査管理課長通知)に詳細に記載されており，これに従うべきである．ところで細胞レベルでの試験の結果，ウイルスが仮に検出された場合，その細胞をどのように取り扱うかが問題である．この問題の取扱いについては，同通知に次のように記載されている．「医薬品の製造に用いる細胞株には，内在性のレトロウイルス，その他のウイルス又はウイルス由来の塩基配列を含むことが知られているものがある．そのような場合に製造業者が行うべき対応策が同通知の第Ⅴ章(ウイルスクリアランス試験と精製バルクにおけるウイルス試験の意義，考え方及び実施要領)に記載されている．内在性のレトロウイルス以外のウイルスが存在する細胞株の使用の可否は，ケース・バイ・ケースで規制当局が考慮することになるが，その際，製品のベネフィットや予定される臨床上の用途，混入するウイルスの種類・性質，ヒトへの感染性又は病原性，製品の精製工程(ウイルスクリアランスに関する評価データ等)，及び精製バルクにおいてどの程度のウイルス試験を実施したかなどに基づくリスク／ベネフィットのバランスを勘案し，判断することになる」．例えば，最もよく用いられるげっ歯類細胞には，内在性のレトロウイルス様のA粒子，R粒子，C粒子などの存在が知られている．しかしそれはヒトに感染することはなく，危険性がないことが知られており，CHO細胞などは医薬品生産に汎用されている．また，担ガン患者からの株化細胞(例：NAMALWA細胞，BALL－1細胞など)を用いて製造を行う場合もあるが，この場合も徹底的なウイルスなどの試験を行うことによりその安全性が確認されている．ウイルス安全性面からみた場合，徹底的なウイルス検査が困難な初代培養細胞よりこのような株化細胞のほうが安全性が高いといえる．

4.　適切な医薬品製造工程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守が安全性確保に果たす役割

医薬品原料となる動物レベルのみにおいて感染性などに関し

て安全性を保証するにはおのずと限界がある．また，「動物の健康」とは一義的に定められるものではなく，様々な要件によって異なる．本課題の最終目標は，医薬品がヒトに感染症などを引き起こすことがないようにすることである．この目的を達成するために適切な医薬品製造工程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守が果たす役割は大きい．

前述のように，医薬品生産に汎用されているげっ歯類細胞には内在性のレトロウイルス様粒子の存在が知られているが，二重三重に安全性が確保されているのは精製段階などで適切な不活化・除去処理工程が取り入れられていることによる．極端な例としては，製造の手段として，意図的にウイルスや微生物などを使用する場合もある．これについても，製造工程や精製工程に当該ウイルスなどに適応した除去や不活化手段が適切に取り入れられており，医薬品として使用することにおいて，ヒトへの感染の危険性は十分に否定され，安全性が担保されるという対応策がとられている．更に，当該動物において，仮にヒトに対する感染性物質の有無に関して明らかにすることが困難である場合や，原料にウイルスなどが存在している場合があったとしても，製造段階や精製段階などで適切な不活化・除去処理工程が取り入れられ，その有効性が検証され，またGMPなどによる適切な工程管理がなされることにより，十分に安全性が確保されるならば，当該原料の使用が可能な場合もある．

5. まとめ

医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物が，「各医薬品の使用方法において，ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さないもの」として求められている要件は，「医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物の適格性に関する評価，適切な医薬品製造過程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守という全体方策をとおして，ヒトに感染症を引き起こすことはないもの」である．

なお，本課題への対応は，その時点での科学的水準をふまえて行うこととするが，ヒトにおける感染症，動物由来感染症などに関する新たな知見及び学問・技術の進歩を随時反映した合理的根拠に基づくものとする必要がある．

バイオテクノロジー応用医薬品／生物起源由来医薬品の製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ否定試験

本文書は，バイオテクノロジー応用医薬品／生物起源由来医薬品の製造に使用する細胞基材で細胞バンクを基にするものに対し，現段階で実施すべきと考えられるマイコプラズマ否定試験について述べたものである．

試験方法としては，A．培養法，B．指標細胞を用いたDNA染色法，C．ポリメラーゼ連鎖反応(PCR)による検出法が挙げられる．

本マイコプラズマ否定試験の対象は，マスター・セル・バンク(MCB)，ワーキング・セル・バンク(WCB)及び医薬品製造工程中の培養細胞である．これらに対して，A法とB法による試験を実施する．ただし，B法はマイコプラズマ由来以外のDNAも検出するので，B法のみ陽性を示した場合はC法によりマイコプラズマの存在を否定することも考えられる．この場合，C法に用いるプライマーそのほかの試薬や反応条件を含めた試験方法の選択，方法の感度と特異性及び検体調製の妥当性を含め，マイコプラズマの存在を否定できると判定した合理的な理由を示す必要がある．

マイコプラズマ否定試験を実施する前には，検体がマイコプラズマ発育阻止因子を有するかどうか試験しておく必要がある．発育阻止因子が含まれる場合には，遠心分離，細胞の継代などの適切な方法により発育阻止因子を中和あるいは除去する．

検体を採取後24時間以内に試験するときは2～8℃で，24時間を超える場合は－60℃以下で保存する．

マイコプラズマが検出された場合，種を同定するための試験を行えば混入の原因を推定するのに役立つ可能性がある．

A. 培養法

1. 培地

培養法にはカンテン平板培地と液体培地の両方を使用する．両培地にはペニシリン以外の抗生物質を使用してはならない．使用する培地としては，生物学的製剤基準に記載されているものを参考にすること．ただし，2.の培地の性能試験に適合するものであればほかの培地でもよい．

2. 培地の性能試験

試験に用いる培地については，各ロットごとにマイコプラズマの発育性能に関し，適性であるか否かの試験を実施する．そのためには，少なくとも2種類の既知の菌株，デキストロース分解マイコプラズマ(*M. pneumoniae* ATCC 15531又は同等の種又は株)とアルギニン分解マイコプラズマ(*M. orale* ATCC 23714又は同等の種又は株)を陽性対照として加えた培地での試験をその都度実施し，これらの既知のマイコプラズマが検出できることを確認しておく必要がある．陽性対照試験に使用するマイコプラズマ株は，公的又は適切と認められた機関より入手後，適切に管理された継代数の低いもので，100CFU(コロニー形成単位)以下又は100CCU(色調変化単位)以下で培地に接種する．

3. 培養及び観察

1) カンテン平板培地1枚当たり検体(細胞懸濁液)0.2mL以上を，プレートに均等に広がるように接種する．カンテン平板培地は1検体当たり2枚以上とする．検体を接種した後，カンテン平板培地表面を乾燥し，5～10%の炭酸ガスを含む窒素ガス中(微好気的条件)で，適切な湿度のもと，36±1℃で14日間以上培養する．

2) 液体培地1本当たり検体(細胞懸濁液)10mL以上を，100mLの液体培地を入れた容器に接種する．液体培地は1検体当たり1本以上とし，36±1℃で培養する．

被検細胞の培養液中に抗生物質などのマイコプラズマ発育阻止因子が含まれているような場合には発育阻止因子を除去する必要があるが，遠心処理などはそうした目的に適している．マイコプラズマ発育阻止因子の測定は，生物学的製剤基準に記載されているマイコプラズマ発育阻止活性の試験を参考にできる．

3) 2)での培養開始後3日目，7日目及び14日目の計3回にわたり，それぞれ各液体培地より0.2mLずつを採取し，カンテン平板培地各2枚以上に接種する．カンテン平板培地での培養は微好気的条件で，36±1℃で14日間以上培養する．

4) 全カンテン平板培地を対象に7日目と14日目に100倍以上の倍率の顕微鏡でマイコプラズマの集落の有無を調べる．

B.　指標細胞を用いたDNA染色法

試験操作法の妥当性についてあらかじめ検討するため，培養Vero細胞に100CFU以下又は100CCU以下の*M. hyorhinis*(ATCC 29052，ATCC 17981又は同等の種又は株)及び*M. orale*(ATCC 23714又は同等の種又は株)を接種する．

マイコプラズマ汚染の検出に関して既知のものと同等以上の検出感度があることを示すデータがある場合は，上記以外の指標細胞やマイコプラズマ菌株を本試験に使用することもできる．マイコプラズマ菌株は，公的又は適当と認められた機関より入手後適切に管理された継代数の低いものにつき，接種単位をあらかじめ設定した上で使用しなければならない．細胞は適当と認められた細胞保存機関からマイコプラズマが検出されていないことを確認したデータと共に入手しなければならない．入手した細胞は，マイコプラズマ混入を避けて注意深く培養し，多数の種ストックを作製して，本文書で示すいずれか一つ以上の方法でマイコプラズマの混入を否定した後，凍結保存する．試験にはこのストックを解凍し，6継代以内のものを使用しなければならない．

カバーグラスを沈めた培養ディッシュ又は同等の容器に指標細胞を接種し，一日増殖させる．この培養ディッシュ2枚以上に試験検体(細胞培養上清)1mL以上を接種する．

試験には，陰性(非接種)対照及び2種類のマイコプラズマ陽性対照を置く．陽性対照には，例えば*M. hyorhinis*(ATCC 29052，ATCC 17981又は同等の種又は株)及び*M. orale*(ATCC 23714又は同等の種又は株)100CFU以下又は100CCU以下を使用する．

細胞は5%炭酸ガスを含む空気中，36±1℃で3～6日間培養する．

カバーグラス上の培養細胞を固定後，ビスベンズイミダゾール(bisbenzimidazole)又は同等の染色剤によりDNA蛍光染色し，蛍光顕微鏡(倍率400～600倍又はそれ以上)でマイコプラズマの存在を鏡検する．陰性対照及び陽性対照と検体を比較しマイコプラズマ汚染の有無を判定する．

方法

1)　細胞培養用ディッシュ(直径35mm)に滅菌したカバーグラスを無菌的に置く．

2)　10%ウシ胎児血清(あらかじめマイコプラズマがないことを確認しておく)を含むイーグルの最少必須培地中にVero細胞が1mL当たり1×10^4細胞となるように細胞懸濁液を調製する．

3)　Vero細胞懸濁液2mLを各培養ディッシュに接種する．このときカバーグラスを培地中に完全に沈め，培地表面に浮かないように注意する．細胞がカバーグラスに接着するよう5%炭酸ガスを含む空気中，36±1℃で一日培養する．

4)　培地を新鮮な培地2mLと交換した後，試験検体(細胞培養上清)0.5mLを培養ディッシュ2枚以上に添加する．陰性対照と陽性対照[*M. hyorhinis*(ATCC 29052，ATCC 17981又は同等の種又は株)及び*M. orale*(ATCC 23714又は同等の種又は株)等の2種類のマイコプラズマ]についても同じ操作を行う．

5)　培養液を5%炭酸ガスを含む空気中36±1℃で3～6日間培養する．

6)　各ディッシュより培養液を除去し，メタノール／酢酸(100)混液(3：1)(固定液)2mLをそれぞれに加え，5分間放置する．

7)　各ディッシュより固定液を除去し，再度各ディッシュに同量の固定液を加え10分間放置する．

8)　固定液を除去し，すべてのディッシュを完全に風乾する．

9)　各ディッシュにビスベンズアミド(bisbenzamide)蛍光染色液2mLを加え，ディッシュにふたをして室温で30分間静置する．

10)　各ディッシュより染色液を吸引除去し，ディッシュを蒸留水2mLで3回洗浄する．カバーグラスを取り出し乾燥する．

11)　カバーグラスに封入液を滴加して封入する．余分な封入液をカバーグラスの端より吸い取る．

12)　400～600倍又はそれ以上の倍率の蛍光顕微鏡で観察する．

13)　検体と陰性対照及び陽性対照の顕微鏡像を比較する．

14)　細胞核を囲むように微小な核外蛍光斑点を持つ細胞が1000個のうち5個(0.5%)以上あれば陽性と判定する．

C.　ポリメラーゼ連鎖反応(PCR)による検出法

PCR法は，非常にわずかな量のマイコプラズマDNAを特異的に検出することが可能な方法として現在ではよく知られており，細胞のマイコプラズマ汚染の検査法として，近年広く利用されてきている．しかし，その感度と特異性は採用した方法に依存し，またPCRで陽性反応を得てもそれは必ずしも生きたマイコプラズマの存在を意味するものではない．

PCR法では，培養細胞から得たDNAを特異的なプライマーを用いて増幅することによって目的DNAの有無を検出する．試験の検出感度と特異性を高めるには2段PCR法(ネステッドPCR法)を用いることが望ましい．試験は陽性対照[例えば100CFU以下又は100CCU以下の*M. hyorhinis*(ATCC 29052，ATCC 17981又は同等の種又は株)]と陰性対照を置き実施する．

細胞又は細胞培養液に含まれるマイコプラズマDNAを増幅するには，マイコプラズマに共通なDNA配列に対応するプライマーを用いる．増幅に際しては耐熱性DNAポリメラーゼのような適切なポリメラーゼを用い適切な条件下で反応を行う．増幅したDNAをアガロースゲル電気泳動を用いて分離し，エチジウムブロマイド染色後，紫外線照射により検出する．

本法で重要な点は，マイコプラズマに特異的で，かつ広範囲のマイコプラズマによく保存されている塩基配列に対応するプライマーを用いることである．例えばマイコプラズマの16S－23Sリボソーム遺伝子間のスペーサー領域等に対応するプライマーがある．

1次PCRで陰性となった場合には，感度と特異性を高めるためネステッドプライマーを用いる2段PCR法を実施することが望ましい．

2次PCRに用いるプライマーは内側配列部分のネステッドプライマーを選択する．アウター及びインナープライマーは実験的又は文献的に有効性と特異性が証明されていなければならない．

なお，Vero細胞を用いて検体中に存在する可能性があるマイコプラズマの増殖を図った後にPCRを行い，感染性マイコプラズマ由来のDNAの検出精度を高める方法もある．

以下に2段PCR法の例を示す．試薬や反応条件については，例示に限らず，適切であることが確認されている場合にはそれを使用してもよい．他の方法を使用する場合は，用いた方法の妥当性が立証され，その詳細が記載されていなければならない．その中に方法の感度と特異性が示されていなければならない．

操作法の例

1. テンプレートの調製

1) 被験細胞懸濁液(必要ならばVero細胞により継代する)600μLをチューブにとり，細胞を0.1%SDS等で溶かし，同量のTE緩衝液(10mmol/Lトリス－塩酸(pH8.0)，1mmol/L EDTA)を飽和したフェノールを加え，混合する．

2) 室温で15000rpm，5分間遠心する．

3) 上清400μLを別のチューブに移し，3mol/L酢酸ナトリウム10μLを加える．

4) エタノール(95)1mL(2.5倍量)を加え，十分に攪拌する．15分間氷冷した後，4℃で15000rpm，10分間遠心する．

5) 上清を除去し，沈殿を80%エタノール200～300μLで1～2回洗浄し，洗液はピペットで除去する．4℃で15000rpm，10分間遠心後，上清を完全に除去し，沈殿を乾燥する．

6) 沈殿を精製水40μLに溶解する．

2. 陽性対照，陰性対照についても同様の処理を行う．

3. 1段目PCR

1) 耐熱性DNAポリメラーゼ，dNTP溶液，アウタープライマー，反応緩衝液(Mgイオンを含む)を混合し，1本のチューブに90μLずつ分注する．

2) 調製したテンプレートより10μLをとり，1段目のPCR反応液(90μL)を入れたチューブ1本ずつに加える．

3) 94℃で30秒間の変性，プライマーに適した温度(例示のプライマーの場合は55℃)で2分間のアニーリング，72℃で2分間の伸長を，30回繰り返しDNA増幅を行う．

4. 2段目PCR

1) 耐熱性DNAポリメラーゼ，dNTP溶液，インナープライマー，反応緩衝液(Mgイオンを含む)を混合し，1本のチューブに99μLずつ分注する．

2) 1段目のPCRを終了したチューブから，それぞれの生成物(1μL)をとり，2段目のPCR反応液(99μL)を入れたチューブ1本ずつに加える．

3) 94℃で30秒間の変性，プライマーに適した温度(例示のプライマーの場合は55℃)で2分間のアニーリング，72℃で2分間の伸長を，30回繰り返しDNA増幅を行う．

5. アガロースゲル電気泳動

1) 1段目及び2段目のPCR生成物(10μL)を，泳動の先端を確認するための適当な色素液(2μL)と混合し，1%アガロースゲル電気泳動を行う．

2) アガロースゲルをエチジウムブロマイドにより染色し，紫外線照射条件下で写真撮影する．

3) DNAバンドが検出された場合，陽性と判定する．

[プライマーの例示]

・マイコプラズマ検出用

アウタープライマー

F1：5′-ACACCATGGGAG(C/T)TGGTAAT-3′

R1：5′-CTTC(A/T)TCGACTT(C/T)CAGACCCAAGG-CAT-3′

インナープライマー

F2：5′-GTG(G/C)GG(A/C)TGGATCACCTCCT-3′

R2：5′-GCATCCACCA(A/T)A(A/T)AC(C/T)CTT-3′

( )は混合

[PCR反応液]

	[1段目]	[2段目]
dNTP溶液(各1.25mol)	16μL	16μL
プライマー(10pmol/μL)	F1 2μL	F2 2μL
プライマー(10pmol/μL)	R1 2μL	R2 2μL
耐熱性DNAポリメラーゼ(1U/μL)	2μL	2μL
反応緩衝液		
25mmol/L塩化マグネシウム	8μL	8μL
10倍緩衝液*	10μL	10μL
滅菌精製水	50μL	59μL

*10倍緩衝液の組成

2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール・塩酸(pH8.4)	100mmol/L
塩化カリウム	500mmol/L
塩化マグネシウム	20mmol/L
ゼラチン	0.1g/L

[Vero細胞中でマイコプラズマを増殖させる方法]

1) 試験検体，陽性対照及び陰性対照について，それぞれ2枚以上のディッシュを使用する．

2) 細胞培養用ディッシュ(直径35mm)に，10%ウシ胎児血清(PCRによりあらかじめマイコプラズマDNAが検出されないことを確認しておく)を含むイーグル最少必須培地を用いて調製したVero細胞懸濁液(1×10^4細胞/mL)を2mLずつ加え，5%炭酸ガスを含む空気中，36±1℃で1日培養する．

3) 古い培地を新鮮な培地と交換し，試験検体(細胞培養上清)0.5mLをVero細胞の培養ディッシュ2枚以上に接種する．陽性対照[例えば100CFU以下又は100CCU以下の*M. hyorhinis*(ATCC 29052，ATCC 17981又は同等の種又は株)]と陰性対照についても同じ操作を行う．

4) 試験検体，陽性対照並びに陰性対照を接種したVero細胞の培養ディッシュをそれぞれ5%炭酸ガスを含む空気中，36±1℃で3～6日間培養する．

ペプチド及びたん白質の質量分析

質量分析(以下「MS」という)は，分子をイオン化させ，質量(m)を電荷数(z)で割ったm/zに応じてイオンを分離し，検出する方法である．測定結果は，イオンのm/zをx軸に，それに対する信号の相対強度をy軸に示したマススペクトルとして示される．イオンのm/zとzより，分子の質量を求めることができる．タンデム質量分析(以下「MS／MS」という)は，一段階目の分析部で選択した前駆イオンを解離させ，生じたプロダクトイオンを二段階目の分析部で分離し，検出する手法である．観測したプロダクトイオンのm/zにより，構造の確認や推定を行うことができる．質量分析で得られる情報は定性的であるが，定量にも利用される．MS並びにMS／MSは，ペプチド及びたん白質分子の質量の測定並びにアミノ酸配列の確認及び翻訳後修飾の確認などに利用できることから，ペプチド及びたん白質性医薬品の確認試験などに用いられる．

1. 装置

質量分析計は，イオン源，分析部，検出部及びデータ処理部からなる(図1)．イオン源は，導入された試料をイオン化する部位であり，ペプチド及びたん白質のイオン化には主に，マト

リックス支援レーザー脱離イオン化法(MALDI：Matrix-assisted laser desorption／ionization)及びエレクトロスプレーイオン化法(ESI：Electrospray ionization)が用いられる．分析部は，生成したイオンをm/zに応じて分離する部位であり，主に四重極型，飛行時間型，イオントラップ型及びフーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴型などが用いられる．検出部は，分離されたイオンを信号として検出する部位であり，検出された信号は，データ処理部で処理され，マススペクトルとして出力される．MS／MS又は多段階MSは，複数の分析部を連結した分析計並びにイオントラップ型及びフーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴型の分析計を用いて行われる．イオンの解離には，通例，衝突誘起解離(CID：Collision-induced dissociation)，ポストソース分解(PSD: Post-source decay)及び電子捕獲解離(ECD: Electron capture dissociation)などが利用される．

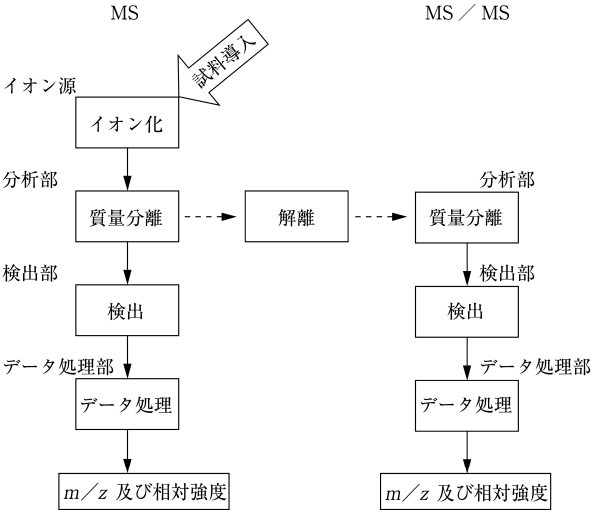


図1　MS及びMS／MSの概念図

2.　各種測定様式

2.1.　MS

MSの測定法には次の方法がある．

（1）　フルスキャンモード

選択したm/z範囲のイオンを検出する方法であり，試料の質量及び同位体に関する情報を得ることができる．

（2）　選択イオンモニタリング

特定のm/zのイオンのみを検出する方法であり，試料の高感度な検出に利用される．

2.2.　MS／MS

MS／MSの測定法には次の方法がある．

（1）　プロダクトイオンスキャンモード

選択したm/zの前駆イオンより生じたプロダクトイオンを検出する方法であり，試料や不純物の定性的な情報を得ることができる．

（2）　前駆イオンスキャンモード

解離により特定のm/zのプロダクトイオンを生ずる前駆イオンを走査する測定法であり，特定の部分構造を持つ試料の特異的検出に利用される．

（3）　コンスタントニュートラルロススキャンモード

解離により特定の質量の減少(中性種の脱離)が起こる前駆イオンを走査する測定法であり，特定の部分構造を持つ試料の特異的検出に利用される．

（4）　選択反応モニタリング

特定のm/zの前駆イオンを解離させて生じる特定のm/zのプロダクトイオンを検出する方法であり，複雑なマトリックス中の低レベルの試料の定量的検出に利用される．

3.　操作法

3.1.　MS

あらかじめ医薬品各条のシステム適合性で規定した試験溶液を用いて質量測定を行い，検出感度及び理論質量と測定質量の差などが医薬品各条に定める基準値に適合していることを確認する．基準値を満たしていない場合は，イオン源，分析部又は検出部の電圧などの調整や，適切な質量校正標準物質を用いた質量校正を行う．基準値を満たしていることを確認した後，医薬品各条に規定した方法で試料を調製し，試験条件に従い質量測定を行う．通例，イオン化法に応じて以下の方法で操作する．

（1）　マトリックス支援レーザー脱離イオン化法(MALDI)

脱塩した試料ペプチド及びたん白質を適切な溶媒に溶解して試料溶液とする．通例，溶媒にはトリフルオロ酢酸を含む水溶液などを用いる．別に試料ペプチド及びたん白質の構造特性に応じて適切なマトリックスを選び，トリフルオロ酢酸を含む水とアセトニトリルなどの混合液に溶かしてマトリックス溶液とする．通例，ペプチド及びたん白質の測定には，α－シアノ－4－ヒドロキシ桂皮酸，2,5－ジヒドロキシ安息香酸又はシナピン酸などを用いる．試料溶液とマトリックス溶液を混合し，サンプルプレートに滴下し，乾燥させる．サンプルプレートをイオン源に設置し，適切な強度のレーザーを照射して試料をイオン化し，マススペクトルを得る．

（2）　エレクトロスプレーイオン化法(ESI)

脱塩した試料ペプチド及びたん白質を適切な溶媒に溶解して試料溶液とする．通例，溶媒には酢酸などを含む水及びメタノール又はアセトニトリルの混合液を用いる．シリンジ又は液体クロマトグラフィーなどにより，試料溶液をキャピラリーに導入する．キャピラリーに電圧をかけて試料をイオン化し，マススペクトルを得る．

3.2.　MS／MS

あらかじめ医薬品各条のシステム適合性で規定した試験溶液を用いてMS／MSを行い，規定されたプロダクトイオンが検出されることを確認する．MSと同様に試料ペプチドを適切な溶媒に溶解して試料溶液とし，イオン源に導入してイオン化する．医薬品各条で規定された前駆イオンを選択し，試験条件に従い適切な解離条件を設定して解離させ，マススペクトルを得る．分子内にジスルフィド結合を含むペプチドのMS／MSを行う場合は，通例，試料を還元アルキル化する．還元試薬として，通例，ジチオスレイトール，2－メルカプトエタノール及びトリス(2－カルボキシエチル)フォスフィンなどが用いられる．また，アルキル化試薬として，通例，ヨード酢酸，ヨードアセトアミド及び4－ビニルピリジンなどが用いられる．

4.　確認試験への応用例

4.1.　分子の質量の確認

MSにより試料ペプチド及びたん白質分子の質量を測定する．モノアイソトピックピークが確認できる場合には，そのピークよりモノアイソトピック質量を求める．モノアイソトピックピークが確認できない場合は，ピークの頂点より平均質量を求める．試料たん白質が多数の多価イオンとして観測される場合に

は，デコンボリューション処理により平均質量を求める．測定値が医薬品各条で規定した値の範囲内であることを確認する．

4.2. アミノ酸配列などの確認

試料ペプチド分子の質量を確認した後，MS／MSにより医薬品各条で規定した前駆イオンを選択して解離させ，医薬品各条で規定したプロダクトイオンが検出されることを確認する．分子量が大きく有用なプロダクトイオンが観測できない場合，試料ペプチド及びたん白質を酵素などにより断片化し，生じたペプチド断片のMS／MSによりアミノ酸配列などを確認できることがある．ペプチド及びたん白質の断片化方法は，「ペプチドマップ法」におけるペプチド結合の選択的切断を参照する．

5. 用語解説

イオントラップ型(IT：Ion trap)：狭義には四重極イオントラップを指し，四重極型と同様の原理を利用して，高周波電圧によりイオンを閉じこめ，イオンをm/z別にセルから追い出すことによりイオンを分離する方法．特定のm/zのイオンをトラップし，解離及びイオン放出を繰り返すことにより，多段階MS(MS^n)を行うことができる．

エレクトロスプレーイオン化法(ESI：Electrospray ionization)：大気圧下，試料溶液を高電圧をかけたキャピラリーより噴霧し，帯電液滴を形成させ，試料イオンを生成する方法．ペプチド及びたん白質などの高分子化合物では多価イオンが生成する．液体クロマトグラフィーと接続して用いることができる．

四重極型(Q：Quadrupole)：直流と高周波を重ね合わせた電圧を，双曲線又はそれに相当する断面を持つ平行な4本の電極柱に印加し，電圧を変化させることによって通過できるイオンのm/zを変化させて，イオンを分離する方法．

衝突誘起解離(CID：Collision-induced dissociation)：加速されたイオンと中性の衝突ガス(He，Ar，N_2など)との衝突によって衝突エネルギーの一部がイオンの内部エネルギーに変換され，イオンが励起し，解離すること．衝突ガスと衝突させる際のイオンの加速電圧により低エネルギーCID(約1000V以下の電圧で加速されたイオンの衝突)と高エネルギーCID(1000V以上の電圧で加速されたイオンの衝突)に分けられる．

電子捕獲解離(ECD：Electron capture dissociation)：多価のプロトン付加分子が，低エネルギーの電子と反応し，ラジカルイオンとなった後，解離すること．フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴質量分析計やイオントラップ型質量分析計でイオンの解離に利用される．

飛行時間型(TOF：Time-of-flight)：イオン化した試料を高電圧で加速した後，一定距離を飛行するのに要した時間の違いによりイオンを分離する方法．イオン源から検出器までイオンを直線的に飛行させるリニア型と，静電界ミラー(リフレクトロン)を用いて反転させるリフレクトロン型がある．リフレクトロンを利用した場合，イオンの初期運動エネルギーのばらつきを補正することにより質量分解能が向上する．

フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴型(FT-ICR：Fourier transform ion cyclotron resonance)：一様な磁場中で，磁場に垂直な平面内で回転運動(サイクロトロン運動)するイオンの周期がm/zに反比例することを利用して，m/z値の異なるイオンを検出する方法．高周波電圧を印加してイオンを共鳴励起させた後，検出電極で検出した誘導電流信号をフーリエ変換により解析し，マススペクトルを得る．

ポストソース分解(PSD：Post-source decay)：MALDIにおいて，イオン源で生じたイオンが加速場領域を出てから検出器に到達するまでに，イオン自身の過剰内部エネルギー又は残留ガスとの衝突によって解離すること．リフレクトロン飛行時間型質量分析計を用いたMS／MSに利用される．

マトリックス支援レーザー脱離イオン化法(MALDI：Matrix-assisted laser desorption／ionization)：試料とマトリックスを混合し，ナノ秒オーダーの短時間のレーザー光を照射することにより試料イオンを生成する方法．たん白質や糖質，オリゴヌクレオチド，脂質などの生体高分子をほとんど分解せずにイオン化することができる．主に一価イオンが生成する．

ペプチドマップ法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

ペプチドマップ法はたん白質医薬品，特にバイオテクノロジー応用医薬品の確認試験の一方法である．本法はたん白質を化学的又は酵素的に処理してペプチド断片とし，その断片を再現性よく分離確認するもので，相補的DNA配列の読み違え若しくは点変異などによって生じる1個のアミノ酸の変化をも確認できる試験法である．標準品／標準物質について同様に処理したものと比較することで，たん白質の一次構造の確認，構造上の変化の有無の検出，製造工程の恒常性及び遺伝子安定性の評価を行うことが可能である．たん白質はそれぞれ固有の特性を有しており，化学的，分析学的アプローチによって十分に特異性のあるペプチドマップが可能になるように，当該たん白質の特性についてよく理解しておかなければならない．

ここでは，目的たん白質の特性解析，組換えたん白質生産のための遺伝子発現構成体の安定性及び製造工程全体の恒常性の評価，たん白質の同一性や安定性の評価，若しくはたん白質の変異の検出を目的として，本法を適用する際の手引きを記す．

1. ペプチドマップ

ペプチドマップ法にはどのようなたん白質にも適用可能な一般的な操作法はない．しかし，個々のたん白質に応じた特異的なマップの設定は可能である．ペプチドマップに関する解析技術は現在でも急速に進歩しつつあるが，広く認められている常法がいくつか存在する．各条においては，目的に応じてこれらの方法の変法が規定されることもある．

ペプチドマップはたん白質の指紋(フィンガープリント)とみなすことができ，酵素的又は化学的処理を受けた結果生成した最終分解産物であり，当該たん白質に関する包括的な情報を与える．本法は以下の主な4段階の操作からなる：たん白質が製剤成分の一部である場合には分離精製；ペプチド結合の選択的切断；得られたペプチドのクロマトグラフィーによる分離；各ペプチドの分析と確認．試料は標準品／標準物質と同様に消化，分析する．化学的な切断剤に比べてエンドプロテアーゼ(例えばトリプシン)のような酵素を用いればより完全な切断が可能である．ペプチドマップはたん白質を識別するのに十分な種類のペプチド断片を得るべきである．断片の数が多すぎると多くのたん白質が類似したプロフィールを示してしまい，かえってその特異性が失われる場合もある．

2.　分離と精製

たん白質の分離及び精製は，試験を妨害する添加剤やたん白質性賦形剤を含む原薬及び製剤を分析する場合に必要であり，必要に応じて各条で規定する．製剤からたん白質を分離・精製した場合は回収率の定量性を検証しておく必要がある．

3.　ペプチド結合の選択的切断

ペプチド結合を切断する手段はたん白質試料の種類により異なる．用いる切断剤は切断のタイプ(酵素的又は化学的)，及びそれぞれのタイプに存在する切断剤の種類に応じて選択される．いくつかの切断剤とその特異性を表1に示す．この表は，切断剤すべてを網羅しているということではなく，他の切断剤が適切と認められたときには追加される．

表1　切断剤の例

種類	試薬	特異性
酵素法	トリプシン(EC 3.4.21.4)	アルギニン，リシンのC末端側
	キモトリプシン(EC 3.4.21.1)	疎水性アミノ酸(ロイシン，メチオニン，アラニン，芳香族アミノ酸)のC末端側
	ペプシン(EC 3.4.23.1&2)	非特異的消化
	リシルエンドペプチダーゼ(Lys－Cエンドペプチダーゼ)(EC 3.4.21.50)	リシンのC末端側
	グルタミルエンドペプチダーゼ(*S.aureus*株V8由来)(EC 3.4.21.19)	グルタミン酸，アスパラギン酸のC末端側
	ペプチジル－Asp　メタロエンドペプチダーゼ(エンドプロテアーゼAsp－N)(EC 3.4.24.33)	アスパラギン酸のN末端側
	クロストリパイン(EC 3.4.22.8)	アルギニンのC末端側
化学法	臭化シアン	メチオニンのC末端側
	2－ニトロ－5－チオシアノ安息香酸	システインのN末端側
	o－ヨードソ安息香酸	トリプトファン，チロシンのC末端側
	希酸	アスパラギン酸，プロリン
	BNPS－スカトール	トリプトファン

3.1.　試料の前処理

たん白質の大きさや形状によっては特別な前処理を行う必要がある．モノクローナル抗体についてはあらかじめH鎖とL鎖に分離する必要があろう．分子量が100000ダルトン以上のたん白質の切断剤としてトリプシンを用いる場合には，リシン残基をあらかじめシトラコニル化若しくはマレイル化しておかないと多種類のペプチド断片が生成してしまう．

3.2.　切断剤の前処理

特に酵素系の切断剤については，マップの再現性を維持するために精製を目的とした前処理を行う必要がある場合がある．例えばトリプシンを用いる際には，混在するキモトリプシンを不活化するためにトシル－L－フェニルアラニンクロロメチルケトンで処理する必要がある．高速液体クロマトグラフィー(HPLC)によるトリプシンの精製，若しくはゲル支持体上への酵素の固定化などの方法も，たん白質試料が少量の場合に効果的である．

3.3.　たん白質の前処理

試料濃度が低い場合など試料の濃縮が必要な場合があり，また製剤の処方に用いる添加剤や安定化剤がマッピングの操作を妨害する場合，妨害物質をたん白質から分離する操作が必要な場合がある．前処理に用いる物理的方法として限外ろ過，カラムクロマトグラフィー，凍結乾燥が挙げられる．また，酵素がたん白質の切断部位に接近できるようにするため，たん白質の折りたたみ構造を解きほどく目的で，例えば変性剤(例えば尿素)を添加したり，あらかじめジスルフィド結合を還元し，アルキル化することがしばしば必要となる．

トリプシンを用いる場合に，非特異的切断，脱アミド化，ジスルフィド結合の異性化，メチオニン残基の酸化，ペプチドのN末端グルタミンの脱アミド化によるピログルタミル基の生成，などの酵素反応中に起こる副反応によりマップが不明瞭になることがある．更に，トリプシンの自己消化によりピークが生じることもあるが，自己消化に起因するピークのピーク強度(ピーク面積又はピーク高さ)は用いるトリプシンと試料たん白質の比率に依存する．酵素の自己加水分解を避けるには，酵素が活性を示さないように，至適pHとは異なるpH(例えばトリプシンではpH5)で酵素溶液を調製し，使用時に切断反応に用いる緩衝液で更に希釈調製するとよい．

3.4.　至適消化条件の設定

たん白質の消化の程度と効率に影響を及ぼす因子は，化学的又は酵素的切断に影響する因子そのものである．

(ⅰ)　pH：消化反応液のpHは用いる切断剤が働くのに最適と考えられる値に調整する．例えば，臭化シアンを切断剤に用いる場合は，強酸性条件(pH2，ギ酸)が必要であるが，トリプシンを用いる場合は弱アルカリ条件(pH8)が最適である．一般に，反応液のpHは，反応中に試料たん白質の化学的特性を変化させるものであってはならないし，切断反応の過程で変動してはならない．

(ⅱ)　温度：ほとんどの切断反応は25～37℃が適当であるが，副化学反応が最も少ない反応温度を選択する．反応温度が上昇するとたん白質によっては変性を受けやすいものもあるので，反応液の温度はたん白質の種類によって決定する必要がある．例えば，組換えウシソマトロピンは高温では消化反応中に沈殿するため，消化は4℃で行う．

(ⅲ)　反応時間：十分な量の試料たん白質が入手可能な場合には，再現性のあるマップを得るため，かつ不完全な消化を避けるため，至適反応時間を検討する．消化の時間を2～30時間の間で変化させ，例えばトリプシン処理の場合は，生じたマップを妨害しない酸の添加か凍結により反応を止める．

(ⅳ)　切断剤の量：反応時間を適度に短く(すなわち6～20時間)するために，通常は過剰量の切断剤を用いるが，マップのクロマトグラムパターンへの影響を避けるために，切断剤の使用は最少量に留める．たん白質とプロテアーゼの比率は20：1から200：1が一般的である．切断剤は最適な切断を得るため2回又はそれ以上の回数に分けて加えることもある．ただし，最終反応液量はペプチドマップ法におけるその後の操作(分離操作)を容易にするため，できるだけ小さくする．後の分析に障害となる分解生成物を区別するために，試料たん白質以外のすべての使用試薬を用いて空試験を行う．

4.　クロマトグラフィーによる分離

多くの方法がマッピングにおけるペプチド分離に利用される．

分離法は試験するたん白質に応じて選択する．ペプチドの分離に利用される効果的な方法を表2に示す．ここでは最も広く用いられている逆相分配型高速液体クロマトグラフィー(RP-HPLC)をクロマトグラフィーによる分離手法の例として示す．

表2　ペプチドの分離方法

逆相分配型高速液体クロマトグラフィー(RP-HPLC)
イオン交換クロマトグラフィー(IEC)
疎水的相互作用クロマトグラフィー(HIC)
ポリアクリルアミドゲル電気泳動(PAGE)，非変性
SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動(SDS-PAGE)
キャピラリー電気泳動(CE)
高圧ろ紙クロマトグラフィー(PCHV)
高電圧ろ紙電気泳動(HVPE)

溶媒や移動相の純度はHPLCによる分離において極めて重要な因子である．RP-HPLCでは入手可能な市販のHPLC用溶媒や水が推奨される．グラジエント法を用いて分離する場合，単一溶媒より混合溶媒において溶存ガスの溶解性が低いと，ガスが気化し問題を生じる場合がある．このような場合は，減圧や超音波による攪拌が溶存ガスを除去する有効な操作法として汎用される．溶媒中の固形物がHPLC系に入ると，ポンプのバルブシールの損傷，分離用カラムの先端の詰まりの原因になる．ポンプの前及び後のろ過も推奨される．

4.1.　分離用カラム

分離用カラムは個々のたん白質に応じて経験に基づき選択する．孔径10nm又は30nmのシリカ担体のカラムが分離に適している．小さなペプチドの分離には，直径3～10μmの全多孔性シリカ粒子にオクチルシランが化学的に結合した充てん剤又は直径3～10μmの多孔性シリカ粒子又はセラミックの微粒子にオクタデシルシランが化学的に結合した充てん剤は，直径5～10μmの全多孔性シリカ粒子にブチルシランが化学的に結合した充てん剤より有効である．

4.2.　溶媒

最も一般的に用いられる溶媒は水とアセトニトリルの混液に0.1％未満のトリフルオロ酢酸を加えた溶液である．粘度が過度に上昇しない限り，必要に応じてペプチドの溶解性を高めるために2－プロパノール又は1－プロパノールを加えてもよい．

4.3.　移動相

pHを3.0～5.0の範囲で変えることにより，酸性アミノ酸残基(例えばグルタミン酸及びアスパラギン酸)を含むペプチドの分離を改善できるので，pHの選択において適応範囲の広いリン酸塩緩衝液が移動相によく用いられる．リン酸ナトリウム，リン酸カリウム，酢酸アンモニウム，リン酸のpH2～7(ポリマー担体のカラム充てん剤ではそれ以上のpHでも使用できる)の溶液もアセトニトリルによるグラジエント法と組み合わせて用いられる．トリフルオロ酢酸を含むアセトニトリルも非常によく使用される．

4.4.　グラジエント法の選択

直線，非直線若しくは段階的グラジエントを用いることができる．複雑な混合物を分離するには濃度勾配の緩やかなグラジエントが推奨される．マーカーピークとなる1～2個のピークを明確に分離するのに最適なグラジエントを選択する．

4.5.　アイソクラティック法の選択

単一の移動相を用いるアイソクラティックHPLCシステムは，簡便でありかつ検出器の感度の向上が期待できるためによく用いられる．ピーク一つ一つについて明瞭な分離を得るように移動相の組成を決めることは，時として困難なことがある．移動相の組成比やpHのわずかな変化がペプチドマップのピークの保持時間に大きく影響するような移動相は，アイソクラティックHPLCシステムでは用いてはならない．

4.6.　その他のパラメーター

良好な再現性を得るためには，通常カラムの温度を制御する必要がある．移動相の流速は毎分0.1～2.0mL，ペプチドの検出はUV検出器を用いて200～230nmの測定波長で行う．その他の検出法も利用されている(例えば，ポストカラム誘導体化法)が，UV検出法より頑健性の点で劣り，また適用範囲も狭い．

4.7.　システム適合性

この項には試験法の全体にわたる性能を評価する方法を記述する．システム適合性の判定基準は，得られるデータの解釈と適否の決定に影響を及ぼす重要な試験パラメーターの特定に基づく．これらの重要なパラメーターはペプチドの消化とペプチド断片の分析をモニターする基準でもある．試料と全く同一に処理した標準品／標準物質との比較は，消化反応の終了を知る指標になる．システム適合性の判定基準を設定するために，試料と併行して標準品／標準物質を使用することが重要である．更に，比較のために標準品／標準物質から得たクロマトグラムの実例を付けるべきである．その他の指標として，目視によるたん白質又はペプチドの溶解性の検査，未切断たん白質が存在しないことの確認，消化の程度に依存して生成するペプチド断片の測定などがある．ペプチド分析のシステム適合性として重要なパラメーターは，ペプチドの分離方法及び検出方法並びにデータ解析に関する要求に依存する．

ペプチドマップ法を確認試験として用いる場合，システム適合性として選択性及び精度が重要である．たん白質の同一性の確認試験においては，変異たん白質の存在の確認の場合と同様に，試料たん白質のペプチドマップのペプチド断片を標準品／標準物質のペプチドマップのそれと比較することにより，既知の一次構造との一致を証明したり，変異たん白質の存在を確認する．ペプチドの分離度を測定するためには，試料たん白質の代わりに標準品／標準物質の消化物を利用することができる．変異たん白質の検討には，変異を生じたペプチド部分が特にマップ上で分離が不十分な領域に存在する場合，変異たん白質と標準品／標準物質との一定混合物の比較分析が有効である．パターンの一致度の指標としては，検出される主要ペプチド断片の数が用いられる．各ペプチド断片のパターンの一致度はペプチド断片のピークの分離度から最もよく判定できる．クロマトグラフィーで使用される各種のパラメーター(例えばピーク間の分離度，ピークの最大幅，ピーク面積，テーリングファクター，カラム効率)がペプチドの分離度の決定に利用できる．試験するたん白質及び用いる分離法によっては，一つ又は複数のペプチドの分離を適合性の条件としてもよい．

標準品／標準物質の消化物について試料と同一の条件で繰り返し分析することによって，試験精度の基準値が得られると共にペプチドの回収率を求めることができる．一般に試料たん白質のペプチド断片の回収率は，内標準物質又は外標準物質として添加したペプチドを用いて得られる．精度は相対標準偏差(RSD)で表される．回収率や精度は常に一定ではないので，システム適合性ではその両者についての限度値を設定しなければならない．これらの限度値は，試料たん白質に特有なものであ

り，各条ごとに規定されることになる．

まず，相対保持時間，ピーク強度，ピークの数，全体の溶出パターンなどを視覚的に比較する．次に，ピーク強度比の数学的分析，更に試料の消化物及び標準品／標準物質の消化物の1：1(v/v)混合液のクロマトグラムのプロフィールを比較して，一致することを確認する．試料と標準品／標準物質のそれぞれの消化物のすべてのピークが同じ相対保持時間及び同じピーク強度比を示すことにより，試料と標準品／標準物質との同一性が確認される．

試料と標準品／標準物質との間で明らかに異なる相対保持時間を示したピークが，上記の1：1混合液では単一ピークとして見られた場合は，システムの変動性を示している．1：1混合液でピークが分離するときは，それぞれのピークのペプチド断片が同一ではないことの証拠となる．1：1混合液中のあるピークが，試料及び標準品／標準物質消化液中のそれに相当するピークに比べ明らかにブロードならば，異なるペプチドの存在を示している可能性がある．ペプチドマップ分析のためのコンピューター用パターン認識ソフトウェアの利用が提案され，適用されているが，ソフトウェアの検証に問題があり，当面は公定法として採用することはできない．その他，計算式，数学的モデル，又はパターン認識による自動化の試みが既に行われている．例えば，赤外吸収スペクトルやダイオードアレイUVスペクトルによるペプチドの確認の自動化が挙げられる．しかしこれらの方法には，分解能が不十分な場合，ペプチド断片間の分離が不完全な場合，若しくは標準品／標準物質と試料の消化断片間にピーク強度に差がある場合において，限界が存在する．

ペプチドマップにおいて正確に同定された特定のピークについては，ピークの保持時間とピーク面積又はピーク高さに関して数値を比較することができる．ピーク面積は，ピーク面積積分法がベースラインの変動の影響を受けやすく誤差を生じやすいことさえ考慮すれば，変動の比較的小さいピークを内標準として利用して計算することができる．代わりに，試料のすべてのペプチド断片のピーク高さの合計に対する各ピーク高さの比率を算出し，標準品／標準物質で得られる該当ピークの比率と比較することもできる．トリプシンの自己消化の可能性はブランクのペプチドマップ，すなわちブランクの溶液をトリプシン処理した際得られるペプチドマップから確認できる．

ペプチドマッピング法の適格性を示すために最低限必要な要件は，試験条件の管理のためのシステム適合性試験を含む試験法が設定され，その適格性が証明されていることである．一般的には開発の初期段階においては，たん白質のペプチドマッピングの適格性を示すことのみで十分である．しかし，たん白質性医薬品の開発を進め，規制当局へ承認申請するためには，当該たん白質について意図したとおりにペプチドマップを得ることができることを保証するような，試験操作に関する検証を含めた方法の妥当性に関する追加的資料が必要な場合もある．

5.　ペプチドの分析と確認

この項は，規制当局へ承認申請を行うために医薬品の開発途上においてペプチドマッピングを用いる上での手引きである．

ペプチドマップを定性試験の手段として利用する場合には，個々のペプチドピークを完全に解析する必要はない．しかし，規制当局に承認申請する場合に必要なペプチドマップ法の検証には，個々のペプチドピークについて厳密な確認が必要である．ピークについての確認方法には，各ピークのN末端アミノ酸配列分析とアミノ酸組成分析の組合せによる方法から質量分析法(MS)まで様々である．

N末端アミノ酸配列分析法とアミノ酸組成分析法の組合せを解析に利用する場合には，ペプチドの分離スケールを上げる．スケールアップは時としてペプチドピークの分離能に影響を及ぼすので，その際分離度が低下しないことを実験的に確かめておく必要がある．特定のペプチドのピークに相当する画分を分取し，減圧濃縮し，必要ならば再度クロマトグラフィーで分離する．ペプチド断片のアミノ酸分析はペプチドの大きさによって制限を受ける．N末端がブロックされている場合にはアミノ酸配列分析を始める前にその除去が必要となる．カルボキシペプチダーゼ処理とMALDI TOF(Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization Time of Flight)－MS(マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析法)による検出を組み合わせたC末端アミノ酸配列分析法も各ピークの解析のために利用できる．

質量分析法によるアミノ酸配列分析では，分離したペプチドを直接測定装置に導入するか，又はオンライン液体クロマトグラフィー／質量分析法(LC-MS)を利用して構造を分析する．一般にエレクトロスプレー質量分析法，MALDITOF質量分析法やFAB(Fast Atom Bombardment)イオン化質量分析法が利用される．修飾たん白質のアミノ酸配列や修飾アミノ酸の決定には，タンデム質量分析法(MS／MS)も利用されている．

たん白質試料の還元前後における消化物のマススペクトルを比較することにより，ジスルフィド結合の形成にあずかるチオール基を含むペプチドのジスルフィド結合を同定することができる．

ペプチドマップで一次構造が明確に証明できない部分がある場合には，更に詳細なペプチドマップが必要な場合もある．ペプチドマップ法によってたん白質の一次構造を解析する場合，理論たん白質構造と少なくとも95％が一致することを目標とする．

G4.　微生物関連

遺伝子解析による微生物の迅速同定法

本法は，医薬品の製造工程管理試験や出荷判定試験において検出される微生物(細菌及び真菌)を遺伝子解析法によって種又は属レベルで同定又は推定する手法を示す．無菌試験や無菌製造工程で検出された汚染微生物の同定は，汚染原因の究明に役立つ．また，医薬品製造区域や医薬品原料等から検出される微生物の種類についての知見は，微生物学的に安全な医薬品を製造する上で重要である．微生物の同定法は，微生物固有の形態や生理・生化学性状，菌体成分の解析等を組み合わせて，分類階級の上位から下位に進めていく表現形質解析法が広く用いられてきた．表現形質による微生物同定用システムも数多く市販されているが，医薬品製造原料や環境から検出される微生物の中には，同定できないものも多い．また，表現形質による同定法は，一般に専門知識が必要な上，結果の判定が客観性に欠けるおそれがある．微生物の進化の歴史はリボソーム

RNA(rRNA)に記録されており，近年の微生物分類学ではこの記録をもとに，系統発生的に区分する手法が採用されている．本法は，細菌については，16S rRNAの高度可変領域の一部，真菌については18S rRNAと5.8S rRNA間のスペーサー領域(ITS1)の遺伝子配列を自動解析し，データベースと照合することによって微生物を迅速に同定又は推定する手法を示す．なお，本法は他の同定法に取って代わるものではない．また，本法に示した方法は，用いる装置や材料，実施者の経験などによって変更可能である．

また，本法に示した以外の遺伝子領域も合理性があれば使用可能である．

1. 装置

(ⅰ) DNA自動解析装置

DNAの塩基配列を読み取る(シークエンスする)装置で，ゲル板法やキャピラリー法など，種々の機種がある．

(ⅱ) DNA増幅装置

被検菌の標的DNAの増幅(PCR)に用いる．また，PCR産物をシークエンシング試薬で標識するためにも用いる．

2. 操作法

以下，操作法の一例を示す．

2.1. 鋳型DNAの調製

同定対象とする細菌又は真菌は純培養されていることが重要である．被検菌が集落の場合は，1.5mL遠心チューブに被検菌処理液を0.3mL入れ，これに滅菌竹串などで集落の一部(かびの場合は，ごく少量)をとり懸濁させる．被検菌が液体培養物の場合は，1.5mL遠心チューブに培養物を0.5mLとり，10000rpmで10分間遠心後，上清を除去し，残留物に被検菌処理液を0.3mL入れて懸濁させる．ヒーターを用いて懸濁液を100℃で10分間加熱する．細菌，酵母類は一般に，加熱処理物でもPCRはかかるが，かびの中には集落を用いるとPCR反応を阻害するものもある．その場合には，液体培養物からDNA抽出を行った方が良い．

2.2. PCR

PCR反応液に加熱処理した菌液の上清又はDNA抽出物を2μL加え，細菌の場合は10F／800Rプライマーセット(16S rRNAの後半部分についても解析する必要がある場合には，800F／1500Rプライマーセットを使用)，真菌の場合はITS1F／ITS1Rプライマーセットを添加して以下の条件でPCRを行う．94℃，30秒→55℃，60秒→72℃，60秒の反応を30サイクル．細菌の場合は約800bp，真菌の場合は菌種により約150～470bpのDNA断片が増幅生成する．PCRを行う際には，陰性対照(菌液の代わりに水)を置くこと．

2.3. PCR産物の検出

反応終了後のPCR液5μLを1μLのローディング緩衝液と混合し，1.5w/v%アガロースゲルのウェルに添加し，1倍TAE緩衝液を用いて電気泳動する．この際，適当なDNAサイズマーカーも並行して泳動する．泳動後，トランスイルミネーター(主波長：312nm)で観察し，鮮明な1本の標的サイズバンドが得られていることを確認する．複数のバンドが確認された場合には，標的バンドを切り出し，適当な市販DNA抽出キットを用いてDNAの抽出を行う．

2.4. PCR産物の精製

未反応物(dNTPやプライマーなど)を除去するための方法としてはいろいろある．採用する方法のプロトコルに従って精製する．

2.5. 精製DNAの定量

精製DNA量を分光光度計で測定する場合には，1 OD_{260}nm＝50μg/mLで換算する．

2.6. 精製PCR産物の標識

DNA解析装置又はそのプログラムに合った蛍光標識シークエンシング試薬を用い，PCR産物を標識する．

2.7. シークエンシング反応物の精製

1.5mL遠心チューブに薄めたエタノール(7→10)を75μL入れ，反応終了物を移す．氷中に20分間放置後，15000rpmで20分間遠心する．遠心終了後，上清を除去し，薄めたエタノール(7→10)250μLを加え，15000rpmで5分間遠心する．上清を除去し，乾燥させる．

2.8. 塩基配列の解析

DNA解析装置やシークエンス試薬に合った方法で処理した試料をDNA解析装置にセットし，塩基配列を読み取る．得られた塩基配列をBLAST検索によりデータベースと照合する．

3. 判定

一般に，得られた塩基配列とデータベースとが90%以上合致した場合，以下のように判定できる．

(ⅰ) 細菌の場合は，10Fプライマー(800F／1500Rプライマーセットを用いた場合には，800Fプライマー)で読み取った塩基をBLASTを用いて検索し，上位にランクされた菌種を被検菌と同一種又は近縁種と判定する．

(ⅱ) 真菌の場合は，ITS1Fプライマーで読み取った領域をBLASTを用いて検索し，上位にランクされた菌種を被検菌と同一種又は近縁種と判定する．

4. 試薬・試液

(ⅰ) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.5mol/L：エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物18.6gを水に溶かし，100mLとする．

(ⅱ) トリス緩衝液，1mol/L，pH8.0：2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール24.2gを水に溶かし，0.2mol/L塩酸試液を加えてpH8.0に調整した後，水を加えて200mLとする．

(ⅲ) TE緩衝液：pH8.0の1mol/Lトリス緩衝液1.0mLに0.5mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.2mLを加えた後，水を加えて100mLとする．

(ⅳ) 被検菌処理液：ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテルを1vol%含むTE緩衝液を小分けし，凍結保存する．

(ⅴ) PCR反応液

10倍緩衝液*	5μL
dNTP溶液**(各2.5mmol/L)	4μL
10μmol/Lセンスプライマー	1μL
10μmol/Lアンチセンスプライマー	1μL
耐熱性DNAポリメラーゼ(1U/μL)	1μL
水	36μL

*10倍緩衝液

2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール・塩酸(pH8.4)	100mmol/L
塩化カリウム	500mmol/L
塩化マグネシウム	20mmol/L
ゼラチン	0.1g/L

**dNTP溶液(dGTP，dATP，dCTP，dTTPの等モル混合液)

dGTP(2′－デオキシグアノシン5′－トリフォスフェート，ナトリウム塩)	2.5mmol/L
dATP(2′－デオキシアデノシン5′－トリフォスフェート，ナトリウム塩)	2.5mmol/L
dCTP(2′－デオキシシチジン5′－トリフォスフェート，ナトリウム塩)	2.5mmol/L
dTTP(2′－デオキシチミジン5′－トリフォスフェート，ナトリウム塩)	2.5mmol/L

なお，これらの成分を有する適当な製品を記載に従って用いてもよい．

(vi)　シークエンシング試薬

シークエンシング方式には，プライマーを標識するダイプライマー(dye-primer)法，dNTPターミネーターを標識するダイターミネーター(dye-terminator)法など，種々の方法がある．DNA自動解析装置やプログラムに合った適切な試薬キットを使用する．

(vii)　TAE緩衝液，50倍濃縮

2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール242gに酢酸(100)57.1mL，0.5mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液100mL及び水を加えて溶かし，1000mLとする．

(viii)　1倍TAE緩衝液

用時，50倍濃縮TAE緩衝液を水で50倍に希釈する．

(ix)　アガロースゲル

アガロース1.5gに50倍濃縮TAE緩衝液2.0mL，臭化エチジウム(3,8-diamino-5-ethyl-6-phenylphenanthridinium bromide)溶液(1→100)10μL，及び水100mLを加えて加熱して溶かした後，60℃に冷却する．

(x)　ローディング緩衝液，6倍濃縮

ブロモフェノールブルー0.25g，キシレンシアノールFF0.25g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物1.63gを水50mLに溶かし，グリセリン30mLを加え，水を加えて100mLとする．

(xi)　PCR用プライマー

微生物	プライマー	塩基配列
細菌	10F	5′-GTTTGATCCTGGCTCA-3′
	800R	5′-TACCAGGGTATCTAATCC-3′
	800F	5′-GGATTAGATACCCTGGTA-3′
	1500R	5′-TACCTTGTTACGACTT-3′
真菌	ITS1F	5′-GTAACAAGGT(T/C)TCCGT-3′
	ITS1R	5′-CGTTCTTCATCGATG-3′

(xii)　ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル

本品は微黄色の粘性の液体である．

エンドトキシン規格値の設定

注射剤のエンドトキシン規格値は，下記の方法に従って設定される．

$$\text{エンドトキシン規格値} = \frac{K}{M}$$

ただし，Kは，発熱を誘起するといわれる体重1kg当たりのエンドトキシンの量(EU/kg)であり，投与経路による区分に基づき，次の表のように設定される．

投与経路	K(EU/kg)
静脈内	5.0
静脈内：放射性医薬品	2.5
脊髄腔内	0.2

また，Mは体重1kg当たり1回に投与される注射剤の最大量である．ただし，注射剤が頻回又は持続的に投与される場合は，Mは1時間以内に投与される注射剤の最大総量とする．Mの単位は，投与量が製剤の容量に基づく場合はmL/kg，主薬の質量に基づく場合はmg/kg又はmEq/kg，主薬の生物学的単位に基づく場合は単位/kgで表す．

備考

1)　質量又は単位に基づいて投与する製剤では，主薬の表示量を基準としてエンドトキシン規格値を設定する．
2)　成人の体重1kg当たりの最大投与量を算出するとき，成人の平均体重として60kgを用いる．
3)　体重1kg当たりの小児投与量がその成人投与量よりも多いときは，小児投与量に基づいてエンドトキシン規格値を設定する．
4)　上記の表に示した投与経路区分以外の経路で投与される医薬品等のK値は，静脈内投与のK値を準用する．

蛍光染色による細菌数の迅速測定法

本法は，蛍光染色を基本として，生理活性を持つ細菌を迅速に計数する手法を示す．生菌数の測定には，カンテン培地上で培養する方法が広く用いられている．しかし，環境中には増殖能を有しながらも通常の手法では培養困難な細菌が多く存在することから，蛍光又は発光などにより細菌を捉える新たな細菌検出法が開発されている．蛍光染色法では，蛍光色素で染色した細菌を，蛍光顕微鏡やフローサイトメーターなど，蛍光シグナルを検出する種々の装置により計数する．また，染色剤を選択することにより，死菌を含めた全細菌から種々の生理活性を有する細菌まで，計数することができる．DNAやRNAに結合する核酸染色剤を用いて細菌を計数する方法は，蛍光染色法の中でも最も基本となるものであり，細菌の生死にかかわらず核酸を持つすべての細胞を対象とする．蛍光活性染色法は，細菌の呼吸活性や細菌細胞内に普遍的に存在するエステラーゼの活性などを指標とする．マイクロコロニー法ではコロニー形成の初期段階であるマイクロコロニーを計数する．以下に，CFDA-DAPI二重染色法とマイクロコロニー法を示す．なおここに示した方法は，迅速・高精度に生理活性を持つ細菌数を測定するための手法であり，生菌とする基準がほかの方法と異なるため，測定値はほかの生菌数測定法よりも高くなることが多い．本法に示した方法は，実施者の経験などによって変更可能である．すなわち，本法に示した以外の試薬，器具，装置も合理性があれば使用可能である．

1.　CFDA-DAPI二重染色法

エステラーゼ活性を持つ細菌の検出にはfluorescein

diacetate (FDA)系試薬が一般的に用いられる．FDA系試薬は細胞内のエステラーゼによって加水分解され，波長490nm付近の青色励起光下で緑色蛍光を発する．なおFDAはグラム陰性菌に対する染色性が低いため，その修飾体であるcarboxyfluorescein diacetate (CFDA)などが利用されている．核酸染色剤4′,6-diamidino-2-phenylindole (DAPI)を併用したCFDA-DAPI二重染色法の原理は以下のとおりである．無極性のCFDAは細胞内に浸透し，細胞内のエステラーゼにより蛍光性のcarboxyfluoresceinに加水分解される．このcarboxyfluoresceinは極性を持つために生細胞内に蓄積される．したがって，エステラーゼ活性を持つ細胞に青色励起光を照射した場合，carboxyfluoresceinに由来の緑色蛍光を発する．死細胞ではCFDAは加水分解されないために，蛍光性のcarboxyfluoresceinは生じない．一方DAPIは生菌・死菌の両細胞内に浸透し，DNAのアデニン及びチミンが豊富な部分に特異的に結合するために，DNAを持つすべての細菌が染色され，紫外線励起光下で青色蛍光を発する．したがって，本二重染色法により，青色励起光下ではエステラーゼ活性を持つ細菌のみを特異的に計数でき，また紫外線励起光下では全菌数(生菌数＋死菌数)を測定できるので，エステラーゼ活性を持つ細菌及びDNAを持つすべての細菌を計数することが可能となる．

1.1. 装置

1.1.1. 蛍光顕微鏡又はこれに準ずる蛍光観察装置

蛍光染色した細菌を計数するための装置で，種々の機種がある．使用する蛍光染色剤に応じた適切なフィルター系を用意する．蛍光顕微鏡，レーザー顕微鏡，フローサイトメーターなど，各種の蛍光観察装置がある．

1.2. 器具

(ⅰ) ろ過装置(ファンネル，吸引フラスコ，吸引ポンプ)

(ⅱ) ポリカーボネート製メンブランフィルター(孔径0.2μm)：粒子を表面で捕集できるフィルターであればポリカーボネート製でなくても良い．

(ⅲ) スライドガラス

(ⅳ) カバーガラス

(ⅴ) 計数用接眼マイクロメーター(10×10のマス目を区切ったもの)

1.3. 操作法

以下に，蛍光顕微鏡による測定法の一例を示す．

1.3.1. 試料の調製

細菌が，液体(水又は緩衝液)に均一に分散した状態となるように試料を調製する．

1.3.2. ろ過

ろ過装置のファンネルにポリカーボネート製メンブランフィルター(孔径0.2μm)をセットする．適当量の試料をろ過し，試料中の細菌をフィルター上に捕集する．

1.3.3. 染色

CFDAを終濃度150μg/mL及びDAPIを終濃度1μg/mLとなるように混合したCFDA染色用緩衝液適量を，ろ過装置のファンネルに注ぎ，約3分間，室温で染色した後，吸引ろ過する．ファンネルに無菌水を適量注ぎ，吸引ろ過し，フィルターに残った余分な蛍光染色剤を除く．フィルターを十分に乾燥させる．

1.3.4. プレパラートの作製

スライドガラスに蛍光顕微鏡用イマージョンオイルを1滴落とす．その上に風乾したフィルターをろ過面を上にして置く．その上に蛍光顕微鏡用イマージョンオイルを1滴滴下し，カバーガラスを被せてフィルターを封入する．油浸対物レンズを用いる場合は，カバーガラスの上に更に蛍光顕微鏡用イマージョンオイルを1滴滴下する．

1.3.5. 計数

蛍光顕微鏡下で1000倍の倍率で観察・計数する．CFDA-DAPI二重染色の場合は，紫外線励起光による退色を防ぐために，まず青色励起光下で緑色蛍光を発する(エステラーゼ活性を持つ)細菌を計数した後，同一視野について紫外線励起光下で青色蛍光を発する(DNAを持つ)細菌を計数する．蛍光顕微鏡の接眼マイクロメーターの計100マス内に観察される蛍光染色剤由来の蛍光を発する細菌について，無作為に視野を選んで20視野以上計数し，以下の式に従って細菌数を算出する．なお，検鏡面積はあらかじめ接眼マイクロメーターと対物マイクロメーターで測定しておく．また，計数にあたっては1視野当たり10～100細胞程度になるようにろ過量を調節する．したがって，1視野当たりの細胞数が多すぎる，又は少な過ぎる場合は試料の再調製を行う．(1視野当たりの平均細胞数が2個以下の場合，又は1視野当たりの細胞数が0個の視野が5視野以上ある場合は，検出限界以下とする．)

菌数(cells/mL)
＝{(1視野当たりの細菌数の平均値)×(ろ過面積)}／{(ろ過量)×(検鏡面積)}

1.4. 試薬・試液

(ⅰ) 無菌水：水を孔径0.2μmのメンブランフィルターでろ過した後，121℃で15分間高圧蒸気滅菌する．注射用水を用いても良い．

(ⅱ) CFDA溶液，10mg/mL：CFDA50mgをジメチルスルホキシドに溶かし，5mLとする．遮光下，－20℃で保存する．

(ⅲ) CFDA染色用緩衝液：塩化ナトリウム5gに0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.5mL及び薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)を加えて溶かし，100mLとする．この液にリン酸二水素ナトリウム二水和物溶液(1→64)を加えてpH8.5に調整する．孔径0.2μmのメンブランフィルターでろ過する．

(ⅳ) DAPI溶液，10μg/mL：DAPI 10mgを無菌水100mLに溶かす．無菌水で10倍希釈して，孔径0.2μmのメンブランフィルターでろ過する．遮光下，4℃で保存する．

(ⅴ) 蛍光顕微鏡用イマージョンオイル

2. マイクロコロニー法

コロニー形成の初期段階であるマイクロコロニーを蛍光染色し，蛍光顕微鏡などで観察・計数することにより，増殖能を持つ細菌数を短時間の培養で測定することができる．本法ではメンブランフィルター上に細菌を捕集し，そのメンブランフィルターを培地上に静置し短時間培養した後，マイクロコロニーを計数する．肉眼で確認できる前段階のコロニーを検出するため，増殖能力を持つ細菌を迅速かつ高精度に計数することができる．マイクロコロニーの染色には，種々の核酸染色剤を用いることができる．

2.1. 装置

2.1.1. 蛍光顕微鏡又はこれに準ずる蛍光観察装置

蛍光染色した細菌を計数するための装置で，種々の機種がある．使用する蛍光染色剤に応じた適切なフィルター系を用意す

る．蛍光顕微鏡，レーザー顕微鏡など，各種の蛍光観察装置がある．

2.2.　器具

(ⅰ)　ろ過装置(ファンネル，吸引フラスコ，吸引ポンプ)

(ⅱ)　ポリカーボネート製メンブランフィルター(孔径0.2μm以下)：粒子を表面で捕集できるフィルターであればポリカーボネート製でなくても良い．

(ⅲ)　スライドガラス

(ⅳ)　カバーガラス

(ⅴ)　ろ紙(No.2)

(ⅵ)　計数用接眼マイクロメーター(10×10のマス目を区切ったもの)

2.3.　操作法

以下に，蛍光顕微鏡による測定法の一例を示す．

2.3.1.　試料の調製

細菌が，液体(水又は緩衝液)に均一に分散した状態となるように試料を調製する．

2.3.2.　ろ過

ろ過装置のファンネルにポリカーボネート製メンブランフィルター(孔径0.2μm)をセットする．適当量の試料をろ過し，試料中の細菌をフィルター上に捕集する．

2.3.3.　培養

フィルターをろ過装置から外し，ろ過面を上にして培地上に静置し，適切な温度で適切な時間培養する．培地にフィルターを静置する際，培地とフィルターの間に空気が入らないように注意する．なお，サンプルにより適切な培養条件(培地，培養温度，培養時間など)は異なるので注意する．

2.3.4.　固定

ろ紙に中性緩衝ホルムアルデヒド試液適量をしみ込ませ，培地から外したフィルターを，その上にろ過面を上にして室温で30分以上静置し，マイクロコロニーを固定する．

2.3.5.　染色

ろ紙に染色液(1μg/mL DAPIなど，2％polyoxyethylene sorbitan monolaurate)適量をしみ込ませ，ろ過面を上にしてフィルターをその上に室温・遮光下で10分間静置し，マイクロコロニーを染色する．無菌水をしみ込ませたろ紙の上にろ過面を上にして1分間静置し，フィルターを洗浄する．フィルターを十分に風乾させる．

2.3.6.　プレパラートの作製

スライドガラスに蛍光顕微鏡用イマージョンオイルを1滴滴下する．その上に風乾したフィルターをろ過面を上にして置く．その上に蛍光顕微鏡用イマージョンオイルを1滴滴下し，カバーガラスを被せてフィルターを封入する．

2.3.7.　計数

蛍光顕微鏡下で400倍又は200倍の倍率で観察・計数する．蛍光顕微鏡の接眼マイクロメーターの計100マス内に観察される蛍光染色剤由来の蛍光を発するマイクロコロニーについて，無作為に視野を選んで20視野以上計数し，以下の式に従ってマイクロコロニー数を算出する．なお，検鏡面積はあらかじめ接眼マイクロメーターと対物マイクロメーターで測定しておく．1視野当たりのマイクロコロニー数の平均値が2個以下の場合，又は1視野当たりのマイクロコロニー数が0個の視野が5視野以上ある場合は，検出限界以下とする．

マイクロコロニー数(cells/mL)

＝{(1視野当たりのマイクロコロニー数の平均値)×(ろ過面積)}／{(ろ過量)×(検鏡面積)}

2.4.　試薬・試液

(ⅰ)　無菌水：水を孔径0.2μmのメンブランフィルターでろ過した後，121℃で15分間高圧蒸気滅菌する．注射用水を用いても良い．

(ⅱ)　染色液：DAPI 10mgを無菌水100mLに溶かす．無菌水で10倍希釈して，孔径0.2μmのメンブランフィルターでろ過する．遮光下，4℃で保存する．使用時にpolyoxyethylene sorbitan monolaurateを終濃度2％となるように溶解する．

(ⅲ)　中性緩衝ホルムアルデヒド試液(4w/v％ホルムアルデヒド溶液；中性緩衝化したもの)

(ⅳ)　蛍光顕微鏡用イマージョンオイル

最終滅菌医薬品の無菌性保証

「最終滅菌法及び滅菌指標体」に示すように，最終滅菌を適用できる医薬品には，通例，10^{-6}以下の無菌性保証水準が得られる条件で滅菌を行わなければならない．10^{-6}以下の無菌性保証水準は，物理的及び微生物学的手法に基づく滅菌工程のバリデーションを通して証明できるものであり，滅菌製品の無菌試験によって証明できるものではない．本節では，最終滅菌を適用した製品に対して無菌試験を実施せず，滅菌工程の重要管理項目を適正に管理することによって製品を出荷させるパラメトリックリリース(照射滅菌の場合は，ドジメトリックリリースという)に必要な事項を示す．パラメトリックリリースとは，滅菌機構が十分に解明されており，その重要管理項目も明らかで，適切なバイオロジカルインジケーターを用いてその滅菌工程を微生物学的にバリデートできるときに適用できる方法である．

1.　定義

本節で用いる用語の定義は，以下のとおりである．

1.1.　最終滅菌

被滅菌物が最終容器又は包装におさまった状態で滅菌され，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測できる滅菌法をいう．

1.2.　バリデーション

工程が恒常的にあらかじめ定めた規格に適合していることを示すための計画，実施及び記録とその解釈のために必要なデータを得るための方法を文書化したもの．

1.3.　定期的再バリデーション

工程が恒常的にあらかじめ定めた規格に適合していることを定期的に再確認するために実施するバリデーションで，変動要因やその許容条件が引続き目的とする品質に適合する医薬品を恒常的に製造するために妥当であることを検証すること．

1.4.　設備適格性の確認

製造設備，計測器，製造環境制御設備などの設備が適切に選定され，正しく据え付けられ，設定された仕様に適合して稼働することを設備の据付け時及び運転時に確認すること．

1.5.　稼働性能適格性の確認

工程管理手順書に従って操作したとき，機器が保証され，規

格に適合する製品を製造する証拠が得られていることを物理的，化学的及び微生物学的に確認すること．

1.6. 滅菌工程を支援するシステム

酸化エチレンガス滅菌におけるプレコンディショニング設備及びエアレーション設備，高圧蒸気滅菌における蒸気供給設備，放射線滅菌におけるローディング装置などの滅菌装置に付帯する設備をいう．

1.7. 品質システム

品質管理を実施するために必要となる製造業者の組織構造(責任，権限及び相互関係)，手順，及び経営方法をいう．

1.8. 変更管理システム

工程管理が継続的に実施されていることを保証するため，医薬品の品質に影響をもたらす可能性のあるすべての変更事項を対象として評価するように立案設計されたシステムをいう．

1.9. F_0値

D値を10倍変化させる温度変化の度数として定義されるZ値を10℃と仮定し，全加熱工程の致死係数(L)を積分して得られた滅菌熱量をT_bにおける換算時間(分)で表したもの．

$$L=\log^{-1}\frac{T_0-T_b}{Z}=10^{\frac{T_0-T_b}{Z}}$$

T_0：滅菌器内又は滅菌物内の温度

T_b：滅菌基準温度(121℃)

$$F_0=\int_{t_0}^{t_1}L\,\mathrm{d}t$$

t_1-t_0＝処理時間(分)

1.10. 制御装置

計測可能な物理的パラメーター(温度，湿度，圧力，時間，線量など)を制御する装置，計測機器及び記録計などを含む装置／計器の総称

1.11. パラメトリックリリース

最終製品の試験結果によるものではなく，バリデーションの結果を基にして，滅菌工程の重要パラメーター(温度，湿度，圧力，時間，線量など)及び製造記録などを照査して，出荷の可否を判断すること．

2. 滅菌バリデーション

2.1. 実施対象

無菌医薬品の製造業者(以下，「製造業者」という)は，品質システムを確立した上で，原則として以下の項目について該当する品目の滅菌バリデーションを実施し，滅菌バリデーションの結果に基づいて日常の滅菌工程管理を行うこと．

a) 滅菌工程
b) 滅菌工程を支援するシステム

2.2. 滅菌バリデーション手順書

2.2.1. 製造業者は，滅菌工程管理の手順に関して，次に掲げる事項を定めた「滅菌バリデーション手順書」を作成しなければならない．

a) バリデーション責任者の業務範囲及び権限に関する事項
b) 滅菌バリデーションの実施時期に関する事項
c) 滅菌バリデーション計画書の作成，変更及び承認などに関する事項
d) 滅菌バリデーション実施結果の報告，判定及び承認に関する事項
e) 滅菌バリデーションに関する書類の保管に関する事項
f) その他，必要な事項

2.2.2. 滅菌バリデーション手順書には，制定者及び制定年月日並びに改訂した場合には，改訂者，改訂年月日，改訂事項及び改訂理由を記載すること．

2.2.3. 製造業者は，滅菌バリデーション手順書の内容についての改廃にかかわる手続きを明確にした上で，滅菌バリデーション手順書を適切に管理すること．

2.3. バリデーション責任者

製造業者は，滅菌バリデーションにかかわる責任者をおくこと．責任者は，滅菌バリデーション手順書に基づき，次の各号に掲げる業務を行うこと．

2.3.1. 滅菌バリデーション手順書に基づき製造しようとする品目について，滅菌バリデーションの実施計画書を作成する．実施計画書には，滅菌バリデーションの実施内容を考慮した上で，次の事項を定める．

a) 対象医薬品名(品目名)
b) 当該滅菌バリデーションの目的
c) 期待される結果
d) 検証の方法(検証結果の評価方法を含む)
e) 検証の実施期間
f) 滅菌バリデーションを行う者(担当者)の氏名
g) 計画書の作成者及び作成年月日並びに改訂した場合には，改訂者，改訂年月日，改訂事項及び改訂理由
h) 当該滅菌バリデーションに関する技術的条件
i) その他当該滅菌バリデーションの実施に必要な事項

2.3.2. 前号に定める計画書に従い，次の滅菌バリデーションを実施する．

a) 製造業許可及び製造品目追加(変更)許可を取得する際に実施する滅菌バリデーションの実施項目
   1 製品適格性の確認
   2 設備適格性の確認
      1) 据付け時適格性の確認
      2) 運転時適格性の確認
   3 稼働性能適格性の確認
      1) 物理的稼働性能適格性の確認
      2) 微生物学的稼働性能適格性の確認
b) 製造業許可更新時までに実施する滅菌バリデーション
   1 変更時の再バリデーション
   2 定期的再バリデーション(実施項目などは滅菌方法などを考慮して定めること)

2.3.3. 滅菌バリデーションの結果を判定し，無菌性を保証していることを確認する．

2.3.4. 滅菌バリデーションの結果を製造管理者に対して文書により報告する．

2.3.5. 日常の滅菌工程管理を行う．

3. 微生物の管理プログラム

パラメトリックリリースを採用する場合，製品原料，容器／栓及び滅菌前製品中のバイオバーデン管理が重要である．バイオバーデン数をあらかじめ定められた方法及び頻度によって測定し，必要に応じて検出された微生物の性状検査，当該滅菌法に対する抵抗性を調べる．また，医薬品製造区域における環境微生物の評価方法については，「無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法」を参照すること．

4.　滅菌指標体

滅菌工程の管理又は滅菌の指標として使用されるもので，バイオロジカルインジケーター(BI)，ケミカルインジケーター(CI)及び線量計などがある(最終滅菌法及び滅菌指標体参照)．滅菌指標体を使用する際には，環境及び人体への安全性を考慮し，必要に応じて適切な注意を払うこと．滅菌バリデーション及び日常の工程管理に使用するBIは，その仕様を規定し，文書化すること．日常の工程管理にBIを用いる場合には，その形状，製品又は模擬製品への負荷形態などは，微生物学的稼働性能適格性の確認を行う際に用いたものと同一又は同等以上の抵抗性を持つことが確認されたものでなければならない．

5.　変更管理システムの確立

滅菌にかかわる品質に大きな影響を及ぼす滅菌装置，載荷形態及び滅菌条件などの変更は，当該医薬品のパラメトリックリリース条件の変更に該当する．滅菌バリデーション手順書に変更管理システムを定め，あらかじめ特定した変動要因の変更にあたっては，変動要因やその許容条件が引続き目的とする品質に適合する医薬品を恒常的に保証することが妥当であることを検証しなければならない．また，バリデートされた滅菌工程での変更を実施するに先立ち，適切な責任組織より当該変更の実施についての承認を受ける必要がある．

6.　出荷手順

最終滅菌製品のパラメトリックリリースによる出荷に必要な条件を明記した出荷手順書を作成すること．出荷にあたって評価すべき記録としては，以下のものが含まれる．

なお，滅菌法によっては，これらの項目の一部を省略又は緩和できる．

a)　バッチ記録
b)　製造環境の微生物評価データ
c)　原料，滅菌前製品のバイオバーデンデータ
d)　滅菌指標体に関するデータ
e)　滅菌工程及び滅菌工程を支援するシステムの維持管理に関するデータ
f)　滅菌パラメーターの管理に関するデータ
g)　計器の校正に関するデータ
h)　再バリデーションデータ
i)　その他

7.　重要管理項目

各滅菌法における重要管理項目を示す．

7.1.　高圧蒸気滅菌

高圧蒸気滅菌は，滅菌チャンバー内で適当な温度及び圧力まで飽和水蒸気を発生，又は導入し，所定の時間加熱することにより，微生物を殺滅する方法で，被滅菌物へ直接飽和蒸気を暴露させる飽和蒸気滅菌と，アンプルなどの容器内の液体に外部より湿熱エネルギー又は高周波エネルギーを当てる非飽和蒸気滅菌に大別される．

7.1.1.　重要管理項目

医薬品の滅菌にかかわる品質に影響を及ぼす工程パラメーターを特定し，それぞれのパラメーターの許容変動域を規定した工程管理手順書を作成すること．高圧蒸気滅菌における重要管理項目を以下に示す．

a)　熱履歴(通例，F_0値で表示)
b)　温度
c)　圧力
d)　時間
e)　製品の載荷形態／載荷密度
f)　その他，必要な事項

7.1.2.　ユーティリティ

高圧蒸気滅菌に必要なユーティリティ及び制御装置については，その品質及び精度を定めること．

a)　使用する蒸気の品質
b)　滅菌器の中に圧戻しなどのため導入する空気の品質
c)　冷却のため用いる水の品質
d)　温度制御装置の精度
e)　圧力制御装置の精度
f)　時間制御装置の精度
g)　その他

7.2.　酸化エチレンガス滅菌

酸化エチレンガスは，低温下での滅菌が可能で，一般に被滅菌物を損傷することは少ないが，毒性を有するためその取扱いには細心の注意が必要である．滅菌工程はプレコンディショニング，滅菌サイクル及びエアレーションからなる．プレコンディショニングとは，滅菌サイクルに先立ち，部屋又は容器内において温度及び相対湿度を仕様の範囲に達するように製品を処理する工程をいい，滅菌サイクルは，実際の滅菌工程を指し，空気除去，コンディショニング(使用する場合)，滅菌ガスの注入，滅菌状態の維持，滅菌ガスの除去，空気置換からなる．エアレーションとは，滅菌器内又は別の場所で残留酸化エチレンガスを除去する工程をいう．

7.2.1.　重要管理項目

酸化エチレンガス滅菌における重要管理項目を以下に示す．

7.2.1.1.　プレコンディショニング(行う場合)

a)　時間，温度，湿度
b)　製品の載荷形態／載荷密度
c)　滅菌載荷の温度及び／又は湿度
d)　プレコンディショニング終了から滅菌開始までの時間
e)　その他，必要な事項

7.2.1.2.　コンディショニング

a)　減圧を行うならば，到達圧と所要時間
b)　減圧保持時間
c)　時間，温度，圧力，湿度
d)　滅菌載荷の温度と湿度
e)　その他，必要な事項

7.2.1.3.　滅菌サイクル

a)　滅菌ガス導入による圧力上昇，導入時間，最終圧力
b)　酸化エチレンガス濃度(滅菌器内ガス濃度の直接分析が望ましいが，困難な場合には以下の方法も許容される)
　i)　使用するガスの質量
　ii)　使用するガスの容積
　iii)　初期減圧度とガス投入圧からの換算式採用
c)　滅菌器内の温度
d)　滅菌載荷物の温度
e)　作用時間(曝露時間)
f)　製品の載荷形態／載荷密度
g)　BIの設置点及び培養結果
h)　その他，必要な事項

7.2.1.4.　エアレーション

a)　時間，温度

b) 載荷滅菌物の温度
c) 滅菌容器及び／又はエアレーション室内の圧力変化
d) エアレーション室内の空気又は他のガスの変化率
e) その他，必要な事項

7.2.2. ユーティリティ

酸化エチレンガス滅菌に必要なユーティリティ及び制御装置については，その品質及び精度を定めること．

a) 酸化エチレンガスの品質
b) 注入する蒸気又は水の品質
c) 滅菌終了後，置換する空気の品質
d) BIの品質
e) 温度制御装置の精度
f) 圧力制御装置の精度
g) 湿度制御装置の精度
h) 時間制御装置の精度
i) その他

7.3. 放射線滅菌

放射線滅菌とは，電離放射線の照射によって微生物を殺滅する方法をいう．電離放射線には，^{60}Coや^{137}Csなどの放射性同位元素から放射されるガンマ(γ)線と電子加速器から発生する電子線や制動放射線(X線)がある．γ線は二次的に発生する電子で細胞を死滅させるのに対し，電子線は電子加速器から直接発生する電子で細胞を死滅させる．そのため，一般に，電子線滅菌の処理時間はγ線滅菌に比べ短いが，γ線に比べ透過力が劣るため，被滅菌物の密度や厚みを十分考慮する必要がある．放射線滅菌の場合，滅菌工程の管理手段は主として線量計(dosimeter)を用いて被滅菌物への吸収線量の測定にあるので，ドジメトリックリリースという．

7.3.1. 重要管理項目

放射線滅菌における重要管理項目を以下に示す．

7.3.1.1. γ線照射

a) 照射時間(タイマー設定又はコンベア速度)
b) 吸収線量
c) 製品の載荷形態
d) その他，必要な事項

7.3.1.2. 電子線及びX線照射

a) 電子ビーム特性(平均電子ビーム電流，電子エネルギー，走査幅)
b) コンベア速度
c) 吸収線量
d) 製品の載荷形態
e) その他，必要な事項

7.3.2. ユーティリティ

照射装置及び線量測定システムは，国家標準にトレーサブルな校正を行い，精度限界内に維持されていることを確認するために計画的に校正を行うこと．

7.3.2.1. γ線照射施設において校正の必要な項目

a) サイクル時間又はコンベア速度
b) 質量計
c) 線量測定システム
d) その他

7.3.2.2. 電子線及びX線照射施設において校正の必要な項目

a) 電子ビーム特性
b) コンベア速度
c) 質量計
d) 線量測定システム
e) その他

参考資料

1) バリデーション基準について，薬発第158号，厚生省，1995年
2) 滅菌バリデーション基準について，医薬監第1号通知，厚生省，1997年
3) 医療用具の品質確保基準，薬発第1128号，厚生省，1994年
4) ISO 9000 Series(品質保証の国際規格)
5) ISO 11134(工業用高圧蒸気滅菌)
6) ISO 11135(エチレンオキサイド滅菌)
7) ISO 11137(放射線滅菌)
8) ISO 11138(バイオロジカルインジケーター)
9) ISO 11140(ケミカルインジケーター)
10) ISO 11737-1(微生物試験法－バイオバーデン試験法)
11) USP ＜1222＞ Terminally Sterilized Pharmaceutical Products-Parametric Release

最終滅菌法及び滅菌指標体

滅菌とは，物質中のすべての微生物を殺滅又は除去することである．これには，最終滅菌法とろ過法がある．最終滅菌法が適用可能な製品には，加熱法，照射法又はガス法の中から各滅菌法の長所・短所を十分理解した上で，被滅菌物の性質及び包装を含む製品の適合性に応じて，適当な滅菌法を選択する．滅菌装置据付け(滅菌工程の設計・開発を含む)後，その工程が科学的根拠や妥当性をもって設計どおりに正しく稼働しているかどうかを空荷時及び被滅菌物負荷時において検証しなければならない．滅菌工程の確立後，その工程を正しく管理し，定期的に装置類の適格性を証明しなければならない．

最終滅菌法を適用するにあたっては，被滅菌物のバイオバーデンを定期的又は一定滅菌単位ごとに測定し，被滅菌物当たりのバイオバーデンを把握しておかなければならない．バイオバーデンの測定法などについては，ISO基準(ISO 11737－1)を参照すること．最終滅菌法を適用できる製品には，通例，10^{-6}以下の無菌性保証水準が得られる条件で滅菌を行う．滅菌の適否は，適切な滅菌工程管理を行い，次いでそれぞれの滅菌法に適した適切な滅菌指標体を使用し，必要に応じて無菌試験の結果によって判定する．最終滅菌法を適用できない液状製品の滅菌には，ろ過法を用いる．なお，医薬品の製造機器及び製造環境並びに医薬品各条に規定された微生物関連試験法などを実施する際に必要な微生物の殺滅方法については，「微生物殺滅法」を参照すること．

1. 定義

本法で用いる用語の定義は，以下のとおりである．

(ｉ) 最終滅菌法：被滅菌物が最終容器又は包装におさまった状態で滅菌され，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測できる滅菌法をいう．

(ⅱ)　製品：製造の中間工程で造られるものであって，以後の製造工程を経ることによって最終製品となるものを含む被滅菌物をいう．

(ⅲ)　バイオバーデン：被滅菌物に生存する微生物の数と種類をいう．

(ⅳ)　無菌性保証水準：適切な滅菌工程で処理された滅菌製品中に存在が推定される汚染菌の最大生存確率をいう．10^{-n}で表される．

(ⅴ)　完全性試験：細菌チャレンジ試験によって測定されるフィルターのろ過滅菌性能を非破壊的な方法で予測する方法をいう．

(ⅵ)　D値：微生物の死滅率を表す値で，供試微生物の90%を死滅させ，生存率を1／10に低下させるのに要する時間(Decimal Reduction Time)又は1／10に低下させるのに要する線量(Decimal Reduction Dose)をいう．

(ⅶ)　滅菌指標体：滅菌工程の管理又は滅菌の指標として使用されるもので，バイオロジカルインジケーター(BI：Biological indicator)，ケミカルインジケーター(CI：Chemical indicator)及び線量計などがある．

2.　最終滅菌法

2.1.　加熱法

加熱法とは，熱によって微生物を殺滅する方法をいう．

2.1.1.　高圧蒸気法

高圧飽和水蒸気中で微生物を殺滅する方法をいう．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として温度，水蒸気圧及び時間がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度，水蒸気圧及び時間を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

2.1.2.　乾熱法

加熱乾燥気体で微生物を殺滅する方法をいう．通例，バッチ式乾熱滅菌器又は連続式乾熱滅菌器が用いられる．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として温度及び時間がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度及び時間を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

2.2.　照射法

電離放射線の照射によって微生物を直接的に殺滅する放射線法と，高周波の照射によって発生する熱で微生物を殺滅する高周波法がある．

2.2.1.　放射線法

電離放射線には，^{60}Coなどの放射性同位元素から放射されるガンマ(γ)線と電子加速器から発生する電子線や制動放射線(X線)がある．本法は，熱に不安定な製品にも適用できるが，品質変化を考慮する必要がある．滅菌線量は，従来25kGyが広く用いられているが，被滅菌物のバイオバーデン数を測定し，平均バイオバーデン数と標準抵抗性分布を基に滅菌線量を算出するISO基準(ISO 11137)の方法1，バイオバーデン数を測定しないで，累加線量照射ごとの無菌試験結果から生残する微生物の抵抗性を求め，滅菌線量を算出するISO基準(ISO 11137)の方法2及びバイオバーデン数と最も抵抗性の強い菌のD値を基に滅菌線量を算出するLog法(5.3.項参照)などがある．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として線量(吸収線量)がある．したがって，γ線滅菌の工程管理においては，適切な頻度で線量(吸収線量)測定のほか，操作因子である照射時間(コンベア速度，サイクルタイム)を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として線量制御機構が含まれていなければならない．電子線滅菌又は制動放射線滅菌の場合は，上記のほかに加速電圧，ビーム電流及びビーム走査幅のモニターが必要である．

2.2.2.　高周波法

高周波を直接照射し，発生する熱によって微生物を殺滅する方法をいう．通例，2450±50MHzの高周波が用いられる．本法は，密封容器に充てんされた液状又は水分含量の多い製品に適用される．ガラス製又はプラスチック製容器にあっては，容器内の内圧の上昇によって破損したり，変形することがあるので，熱及び内圧に耐えられる容器を使用する必要がある．高周波法において発生する電波漏洩については，人体や通信などに影響のないレベルにしなければならない．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として被滅菌物の温度，処理時間及び高周波出力がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度，時間及び高周波出力を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

2.3.　ガス法

滅菌ガスとしては，酸化エチレン(EO)ガスが広く用いられている．EOガスは，爆発性があるため，通例，二酸化炭素などで10～30%に希釈して用いられる．EOガスは，反応性の強いアルキル化剤であるので，EOガスと反応又はEOガスを吸収しやすい製品の滅菌には適用できない．また，EOガスは，変異原性などの残留毒性があるので，EOガス滅菌を施した製品については，出荷までにエアレーションなどにより残留EOガスや他の二次生成有毒ガス濃度を安全レベル以下に下げる必要がある．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として温度，湿度，ガス濃度(圧力)及び時間がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度，湿度，ガス濃度(圧力)及び時間を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

3.　ろ過法

適切な材質の滅菌用フィルターを用い，微生物を除去する方法をいう．なお，細菌より小さい微生物のろ過滅菌は本法の対象とはしない．一般に，滅菌を目的とした滅菌用フィルターは，膜の有効ろ過面積(cm^2)当たり，適切な条件下で培養された指標菌*Brevundimonas diminuta*(ATCC 19146，NBRC 14213，JCM 2428)又はこれより小さな適当な菌を10^7個以上をチャレンジして，二次側に無菌ろ液の得られることが必要である．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として，ろ過圧力，流量及びフィルターユニットの特性などがある．したがって，通常のろ過滅菌工程管理においては，使用後(必要に応じて使用前にも)に滅菌フィルターの完全性試験を行わなければならない．

4.　滅菌指標体

4.1.　バイオロジカルインジケーター(BI)

BIとは，特定の滅菌法に対して強い抵抗性を示す指標菌を用いて作られたものであり，当該滅菌法の滅菌条件の決定及び滅菌工程管理に使用される．ドライタイプのBIは，担体によって2種類に分類される．一つは，ろ紙，ガラス又はプラスチックなどを担体とし，指標菌の芽胞を塗布乾燥して包装したもの，一つは，製品又は類似品を担体とし，指標菌の芽胞を塗布乾燥したものである．包装材としては，乾熱法では熱伝導性の優れたもの，ガス法と高圧蒸気法では，ガス又は飽和水蒸気の透過性の優れたものを用いなければならない．いずれの担体を

用いる場合にも，指標菌の芽胞のD値に影響がないことを確認しなければならない．製品が液状の場合，製品と同一の溶液又は指標菌に対する滅菌効果が同等の溶液に指標菌の芽胞を懸濁させてもよい．ただし，溶液に指標菌の芽胞を懸濁させた場合，芽胞が発芽して抵抗性に影響を及ぼさないようにしなければならない．

代表的な指標菌の例を表1に示す．

表1　代表的な指標菌の種類

滅菌法	指標菌*	株名
高圧蒸気法	*Geobacillus stearothermophilus*	ATCC 7953，NBRC 13737，JCM 9488，ATCC 12980，NBRC 12550，JCM 2501
乾熱法	*Bacillus atrophaeus*	ATCC 9372，NBRC 13721
ガス法	*Bacillus atrophaeus*	ATCC 9372，NBRC 13721

＊　これら以外にもバイオバーデンの中から当該滅菌法に対し，最も抵抗性の強い菌を指標菌として使用できる．

4.1.1.　BIのD値

D値の測定法は，一般に生残曲線法又はフラクションネガティブ法(Stumbo，Murphy & Cochran法やLimited Spearman-Karber法など)がある．市販BIを使用するにあたっては，ラベルに表示されているD値がISO基準(ISO 11138－1)に従って，厳密に規定された条件下で，標準化された生物指標評価装置(BIER：Biological indicator evaluation resistometer)を用いて測定されたものであれば，通常，使用時にD値を測定する必要はない．通例，ラベルに表示されているD値は，±30秒間以内のばらつきが許容される．

4.1.2.　BIの設置方法

4.1.2.1.　被滅菌物がドライタイプの場合

ドライタイプのBIをあらかじめ決められた製品又は製品と同等の滅菌効果を示す適切な類似製品内の最も滅菌されにくい部位に設置する．通例，製品と同様に包装し，二次包装などがなされている場合はそれに従う．

4.1.2.2.　被滅菌物がウエットタイプの場合

製品と同一の溶液又は適切な類似溶液に指標菌の芽胞をBIとして懸濁させ，これを最も滅菌されにくい部位に設置する．

4.1.3.　指標菌の培養条件

通常，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用いる．一般的な培養条件は，*G. stearothermophilus*の場合は55～60℃で7日間，*B. atrophaeus*は30～35℃で7日間である．

4.2.　ケミカルインジケーター(CI)

CIとは，熱，ガス又は照射の作用を化学又は物理変化によって変色する物質を塗布又は印刷した紙片などで，用途別に3種類のタイプに分類される．一つは，滅菌処理の有無を区別するために用いられるもの，一つは，BIの死滅条件にある程度の安全時間を加えた滅菌条件で色が変化する滅菌工程の管理に用いるもの，もう一つは，真空型滅菌装置の真空排気能力試験を行う場合に用いるBowie & Dickタイプのものである．

4.3.　線量計

放射(γ)線法においては，滅菌効果は被滅菌物の吸収線量に依存するので，滅菌工程の管理手段は，主として吸収線量の測定による．線量計の設置位置は，照射容器の最低線量部位又は最低線量部位に対して量的関係が明らかにされている管理しやすい部位とする．測定は，照射ロットごととし，同一ロットを形成する照射容器数が多い場合には，照射室内の有効照射区間内に常に1個以上の線量計を使用する．線量計によっては，照射の前後及び照射中の環境条件(温度，湿度，紫外線及び読取りまでの時間など)に影響される場合もあるので注意を要する．γ線及び制動放射線滅菌の吸収線量を測定する実用線量計としては，着色ポリメチルメタクリレート線量計，透明ポリメチルメタクリレート線量計，セリックセラス線量計及びアラニン線量計などがある．γ線滅菌用線量計は，通例，エネルギー3MeV未満の電子線を用いる滅菌の工程管理には適さない．電子線滅菌用線量計としては，セルロースアセテート線量計やラジオクロミックフィルム線量計などがある．実用線量計を使用する場合は，適切な国家標準又は国際標準線量計測システムを用いた測定結果に遡及できる校正をしなければならない．

5.　微生物を指標とした滅菌条件の設定法

被滅菌物の滅菌法に対する特性，バイオバーデンなどを考慮に入れ，以下の中から適当な方法を選び，滅菌条件を設定する．

5.1.　ハーフサイクル法

被滅菌物上に存在するバイオバーデン数や検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性とは関係なく，BIに含まれる10^6個の指標菌のすべてが死滅する処理時間の2倍の滅菌時間を採用する方法をいう．

5.2.　オーバーキル法

被滅菌物上に存在するバイオバーデン数や検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性とは関係なく，10^{-6}以下の無菌性保証水準が得られる条件で滅菌を行うことを前提としている．通例，D値が1.0以上の菌数既知のBIを用い，指標菌を12べき乗(12D)減少させるに等しい滅菌条件を採用する方法をいう．

5.3.　BIとバイオバーデン併用法

広範なバイオバーデン調査によって得られた平均バイオバーデン数に3倍の標準偏差を加えたものを，通例，最大バイオバーデン数とみなし，目標とする無菌保証水準を基に，BIを用いて滅菌時間(又は滅菌線量)を算出する方法をいう．本法を用いる場合は，被滅菌物のバイオバーデン数を頻繁に調査し，検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性測定も定期的に実施する必要がある．バイオバーデン調査において，BIの指標菌より抵抗性の強い菌種が検出された場合には，それを指標菌とする．

$$\text{滅菌時間(又は滅菌線量)} = D \times \log \frac{N_0}{N}$$

D：BIのD値
N：目的とする無菌性保証水準
N_0：被滅菌物の最大バイオバーデン数

5.4.　絶対バイオバーデン法

被滅菌物や製造環境から検出された菌について，当該滅菌法に対する抵抗性調査を行い，その中から最も抵抗性の強い菌を選び，そのD値を用い，被滅菌物のバイオバーデン数を基に滅菌条件を設定する方法をいう．バイオバーデン数は，通例，広範なバイオバーデン調査によって得られた平均バイオバーデン数に3倍の標準偏差を加えたものが用いられる．本法を採用する場合には，日常のバイオバーデン管理において，菌数計測及び検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性測定を頻繁に行う必要がある．

6.　参考資料

医療製品の滅菌に関する主なISO基準

(ⅰ)　ISO 11134 Industrial moist heat sterilization(工業用高圧蒸気滅菌)

(ⅱ)　ISO 11135 Ethylene oxide sterilization(エチレンオキサイド滅菌)

(ⅲ)　ISO 11137 Radiation sterilization(放射線滅菌)

(ⅳ)　ISO 11138 Biological indicators(バイオロジカルインジケーター)

(ⅴ)　ISO 11140 Chemical indicators(ケミカルインジケーター)

(ⅵ)　ISO 11737 Microbiological methods(微生物試験法)

Part1：Estimation of population of microorganisms on products(パート1：バイオバーデン試験法)

培地充てん試験(プロセスシミュレーション)

本法は，無菌操作法で製造される医薬品の無菌性保証の適切性を充てん医薬品の代わりに無菌培地などを用いて検証するプロセスバリデーションの一方法である．したがって，充てん・閉塞工程，作業環境，作業操作，作業従事者などについては，実製品の製造工程を用い，かつ最悪ケースを想定したものでなければならない．また本法は，充てん・閉塞工程以外の無菌操作工程の無菌性検証にも適用可能である．

1.　培地充てん試験の実施頻度

1.1.　初期評価

初期評価の対象は，それぞれ初めて使用する設備，装置，工程及び異なった容器デザイン(同じ容器デザインでサイズの異なるものは除く)などである．表1を参考に，それぞれの充てんラインでの実製造を反映できる十分な個数の容器を用い，培地充てん試験を少なくとも連続3回，別々の日に実施する．

表1　初期評価

最少試験回数	1回当たりの最少充てん容器数	3回の培地充てん試験における汚染容器総数	必要な行動
3	＜5000	≧1	汚染原因の調査，是正処置，初期評価を繰り返す
3	5000～10000	1	汚染原因の調査，培地充てん試験を1回繰り返すことを検討
		＞1	汚染原因の調査，是正処置，初期評価を繰り返す
3	＞10000	1	汚染原因の調査
		＞1	汚染原因の調査，是正処置，初期評価を繰り返す

1.2.　再評価

1)　表2を参考に，それぞれの充てんラインでの実製造を反映できる十分な個数の容器を用い，それぞれの充てんラインの各作業シフトについて少なくとも半年ごとに培地充てん試験を実施する．無菌重要工程作業者は，無菌操作に関する教育訓練を受け，少なくとも年1回の頻度で培地充てん試験に参加することが必要である．

2)　充てんラインを6箇月以上使用しなかった場合は，その充てんラインを再使用する前に初期評価に準じる回数の培地充てん試験を実施する．

3)　無菌性保証に影響を与える工程，設備又は装置の変更(標準部品の交換は再評価の対象にならない)，ラインの配置変更，無菌重要工程作業者の変更(例えば，作業者の大きな変更)，環境微生物試験結果の異常，最終製品の無菌試験で汚染製品が認められた場合には，必要に応じて初期評価に準じる回数の培地充てん試験を実施する．

表2　定期的再評価

実施頻度	1回当たりの最少充てん容器数	汚染容器数	必要な行動
半年ごと	＜5000	1	汚染原因の調査後，必要に応じて初期評価を実施
	5000～10000	1	汚染原因の調査，培地充てん試験を繰り返すことを検討する
		＞1	汚染原因の調査，是正処置後，必要に応じて初期評価を実施
	＞10000	1	汚染原因の調査
		＞1	汚染原因の調査，是正処置後，必要に応じて初期評価を実施

2.　培地充てん試験の許容基準

初期評価及び再評価において，充てん容器数に関係なく汚染容器数はゼロを目標とする．汚染が認められた場合には，表1及び表2に示した行動をとる．

2.1.　汚染原因の調査

培地充てん試験において，汚染原因の調査を行うにあたって，必要な評価対象要因としては以下のものが含まれる．

1)　環境微生物モニタリングデータ

2)　環境微粒子モニタリングデータ

3)　作業従事者の微生物モニタリングデータ(作業終了時，無塵衣や手袋表面などに付着している微生物のモニタリング)

4)　培地，器材，装置等の滅菌サイクルデータ

5)　滅菌装置のキャリブレーションデータ

6)　滅菌機材の保存状態の適切性

7)　HEPAフィルターの評価(微粒子の捕捉性能，流速など)

8)　使用前及び使用後のフィルター完全性試験結果(フィルターハウジング組立ての適切性も含む)

9)　無菌エリアでの空気の流れと圧力の適切性

10)　培地充てん試験中に起こった通常と異なった出来事

11)　汚染微生物の諸性状検査結果

12)　衛生管理方法とそのトレーニング内容の適切性

13)　作業従事者のガウニングとそのトレーニング内容の適切性

14)　作業従事者の無菌操作技術とそのトレーニング内容の適切性

15)　作業従事者の健康状態(特に，呼吸器系疾患による咳やくしゃみなどの影響)

16)　その他，無菌性に影響を及ぼす要因

3.　培地充てん試験におけるデータ管理

それぞれの培地充てん試験において，下記の事項を詳細なデータとして記録する．

1) 試験実施日時
2) 試験実施充てん室，充てんラインの識別
3) 容器，栓の種類とサイズ
4) 充てん容量
5) 充てん速度
6) 滅菌フィルターの形式と完全性試験成績(ろ過滅菌した場合)
7) 充てん培地の種類
8) 充てん容器数
9) 培養しなかった充てん容器数とその理由
10) 培養容器数
11) 陽性容器数
12) 培養温度と培養期間
13) 実際の製造工程のあるステップを模倣するために使われた方法(例えば，模擬凍結乾燥，又はバイアルガス置換など)
14) 培地充てん試験開始前及び試験実施中に得られた微生物学的モニタリングデータ
15) 培地充てん試験参加者リスト
16) 充てん培地の性能試験結果(粉末充てんの場合は，微生物発育阻止活性の試験成績も必要)
17) 陽性容器から検出された微生物の同定及び性状検査結果
18) 当該培地充てん試験でカバーする医薬品リスト
19) 汚染容器の認められた又は失敗に帰した培地充てん試験の原因調査
20) 総合評価

4. 培地充てん試験の方法

液状製品，粉末製品及び凍結乾燥製品の無菌製造工程を検証する方法について示す．基本的には，液状製品に対する培地充てん試験を応用することによって，他の剤形の医薬品の無菌性検証が可能である．

4.1. 培地の選択と性能試験

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地，又は適当な他の培地を使用する．微生物限度試験法〈*4.05*〉に規定されている培養条件で，指定菌株及び必要に応じて環境モニタリングで検出頻度の高い代表菌1～2株を培養したとき，各菌が明らかな増殖を示さなければならない．

4.2. 培地の滅菌

あらかじめバリデーションの行われた方法に従って滅菌する．

4.3. 培養及び観察

培養に先立ち，容器に漏れが認められたもの，又は損傷したものを除去し，記録にとどめる．20～35℃で14日間以上培養する．これ以外の温度で培養する場合には，その妥当性を示すこと．異なる二つの温度で培養する場合には，低い温度で7日間以上，次いで高い温度で7日間以上培養する．設定培養温度は，±2.5℃以内で維持すること．培養最終日に菌の発育の有無を観察する．汚染が認められた容器については，汚染菌の同定及び性状検査を実施する．汚染菌の同定には，参考情報「遺伝子解析による微生物の迅速同定法」や適切な市販の微生物同定システムなどが適用できる．

A. 液状製品

培地充てん手順

施設，装置等の清掃は通常どおりに行い，容器，栓，充てん装置部品，トレイなどは標準操作手順書に従って洗浄，滅菌する．培地充てん試験は，最悪ケース(例えば，打栓ラインの修正，充てん針／チューブの修理又は交換，充てんラインのフィルター交換等の介在作業，最長製造時間，最大バッチサイズ，最多作業者数など)を考慮に入れ，実施する．ただし，1回の培地充てん試験に想定しうるすべての最悪ケースを組み入れる必要はないが、計画的にすべての最悪ケースを評価する．多くの製造ラインは高度に自動化されており，比較的高速で稼働し，作業員の介在も限定するように設計されている一方，かなりの頻度で作業員が介在するラインもある．実際の製造におけるバッチサイズを用い，実際の工程時間で充てんするのが最も正確なプロセスシミュレーションになるが，これ以外の適切なバッチサイズと充てん時間でも，当該ラインの無菌性を正当に評価することはできる．滅菌容器に適量の培地を製品の開放時間を考慮した充てん速度で充てんし，閉塞する．適当な方法で培地を容器の内表面全体に接触させ，あらかじめ定めた温度で培養する．

B. 粉末製品

B.1. 充てん粉末の選択と微生物発育阻止活性試験

実製品又はプラセボ粉末を用いる．プラセボ粉末としては，一般に乳糖，D－マンニトール，ポリエチレングリコール6000，カルボキシルメチルセルロース塩，粉末培地などを用いる．あらかじめ，充てん粉末が微生物に対して発育阻止活性を有するかどうか調べなければならない．粉末培地は水で，他の滅菌粉末は培地で培地充てん試験濃度に希釈し，4.1.に定める培地性能試験用各菌を1培地当たり100CFU未満接種する．あらかじめ定めた温度で5日間培養したとき，明らかな増殖が認められれば，充てん粉末には微生物発育阻止活性がないものとみなし，本試験に使用できる．

B.2. 充てん粉末の滅菌法

プラセボ粉末を適当な容器(例えば，二重に熱シールされたポリエチレン袋)に入れ，放射線滅菌を行う．

B.3. 充てん粉末の無菌性確認

無菌試験法に従い無菌試験を行うとき，適合しなければならない．ただし，用いた滅菌法のバリデーションが行われている場合には，無菌試験を省略することができる．

B.4. 培地充てん手順

下記の中から適当なものを選ぶ．

1) 適当な方法で容器に滅菌液体培地を充てん後，粉末充てん機を用い，実製品又は滅菌プラセボ粉末を充てんする．プラセボ粉末として滅菌粉末培地を用いる場合は，滅菌液体培地の代わりに滅菌した精製水を充てんする．

2) 液体培地を容器に充てん後，高圧蒸気滅菌する．この容器を充てんエリアに移動し，粉末充てん機を用いて実製品又は滅菌プラセボ粉末を充てんする．

3) 粉末充てん機を用い，容器に実製品又は滅菌プラセボ粉末を充てん後，適当な方法で滅菌液体培地を充てんする．プラセボ粉末として滅菌粉末培地を用いた場合は，滅菌液体培地の代わりに滅菌した精製水を充てんする．

C. 凍結乾燥製品

凍結乾燥製品の場合，培地充てん試験を凍結乾燥製品の実製造工程と全く同じ条件下で行うことはできない．凍結及び乾燥を行うと，汚染菌を死滅させる可能性がある上，培地の特性も変えてしまう．また，復圧ガスとして不活性ガスを使用すると，好気性菌や真菌の発育を阻害する可能性がある．そのため，通

常，凍結及び乾燥を避け，復圧ガスとしては空気が用いられる．ただし，嫌気条件下で製造される医薬品には，嫌気性菌用培地を用いて培地充てん試験を実施する場合もある．その場合には，復圧ガスとしては窒素ガスなどを用いる．

培地充てん手順

下記の方法によるか，又はこれに相当する方法を用いる．

1)　製品充てん機を用い，容器に培地を充てん後，半打栓状態にし，滅菌トレイに集める．

2)　トレイを凍結乾燥機にセット後，扉を閉め，製造工程に準じて凍結乾燥の操作を行う．ただし，凍結は行わず，充てん液が突沸しないような減圧下に適当な時間保持する．

3)　減圧保持完了後，復圧し，打栓する．

4)　適当な方法で培地を内表面全体に接触させ，あらかじめ定めた温度で培養する．

参考資料

ISO13408-1 (2008) : Aseptic processing of health care products : Generals requirements.

微生物殺滅法

微生物殺滅法は，医薬品の製造機器及び製造環境並びに医薬品各条に規定された，微生物関連試験法等を実施する際に必要な微生物の殺滅方法について示すものであって，「最終滅菌法及び滅菌指標体」に示す「最終滅菌法」及び「ろ過法」とは異なる．したがって，本法を適用する目的によって，推測される微生物殺滅効果又は無菌性保証水準は大きく異なり，消毒法及び滅菌法における処理条件も一義的に規定することはできない．一般に，本法を適用するものの性質及び汚染状態(汚染微生物の種類及び汚染程度)に応じて，その適切な選択と操作及び条件の適正化を検討してから，通例，次に示す方法を単独で又は併用して行う．

ただし，本法を医薬品の製造工程に適用するにあたっては，「最終滅菌法及び滅菌指標体」に準じる滅菌バリデーションが必要である．

1.　消毒法

生存する微生物の数を減らすために用いられる処置法で，必ずしも微生物をすべて殺滅したり除去するものではない．一般に，消毒法は化学薬剤(消毒剤)を用いる化学的消毒法と湿熱や紫外線などを用いる物理的消毒法に分けられる．

1.1.　化学的消毒法

化学薬剤を用いて微生物を殺滅する方法をいう．化学薬剤の微生物を死滅させる機序及び効果は，使用する化学薬剤の種類，濃度，作用温度，作用時間，消毒対象物の汚染度，微生物の種類・状態(例えば，栄養型細菌及び芽胞細菌)などによって異なる．本法を適用するにあたっては，調製化学薬剤の無菌性及び有効貯蔵期間，適用箇所からの耐性菌出現の防止，残存化学薬剤の製品に与える影響などについて注意を要する．化学薬剤を選択するにあたっては，その使用目的によって以下に示すことを考慮に入れ，適切なものを選ぶ．

(ⅰ)　抗菌スペクトルの範囲
(ⅱ)　微生物の死滅に要する作用時間
(ⅲ)　作用の持続性
(ⅳ)　たん白質存在下での効果
(ⅴ)　人体に対する影響
(ⅵ)　水に対する溶解性
(ⅶ)　消毒対象物への影響
(ⅷ)　臭気
(ⅸ)　使用方法の簡便性
(ⅹ)　廃棄処理方法の容易性
(ⅺ)　廃棄に伴う環境への影響
(ⅻ)　耐性菌の出現頻度

1.2.　物理的消毒法

化学薬剤を用いないで微生物を殺滅する方法をいう．

(ⅰ)　流通蒸気法：加熱水蒸気を直接流通させることによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，高圧蒸気法によって変質するおそれのあるものに用いる．通例，当該物を100℃の流通蒸気中に30～60分間放置する．

(ⅱ)　煮沸法：沸騰水中に沈め，加熱することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，高圧蒸気法によって変質するおそれのあるものに用いる．通例，当該物を沸騰水中に沈め，15分間以上煮沸する．

(ⅲ)　間けつ法：80～100℃の水中又は流通水蒸気中で一日一回，30～60分間ずつ3～5回加熱を繰り返すことによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，高圧蒸気法によって変質するおそれのあるものに用いる．なお，60～80℃で同様に加温を繰り返す低温間けつ法もある．加熱又は加温の休止中は，20℃以上の微生物の発育に適切な温度に保つこと．

(ⅳ)　紫外線法：通例，254nm付近の波長を持つ紫外線を照射することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，比較的平滑な物品表面，施設，設備又は水，空気などで，紫外線照射に耐えるものに用いる．本法は，化学的消毒法で見られる耐性菌出現の心配もなく，細菌，真菌及びウイルスに対して殺滅効果を示すが，人体に対して直接照射すると目や皮膚に障害を受けるので注意を要する．

2.　滅菌法

2.1.　加熱法

加熱法を行うとき，温度又は圧力などが規定の条件に至るまでの加熱時間は，本法が適用されるものの性質，容器の大きさ及び収納状態などにより異なる．なお，本法を行う時間は，本法が適用されるもののすべての部分が規定の温度に達してから起算する．

(ⅰ)　高圧蒸気法：適当な温度及び圧力の飽和水蒸気中で加熱することによって，微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主としてガラス製，磁製，金属製，ゴム製，プラスチック製，紙製若しくは繊維製の物品，水，培地，試薬・試液又は液状の試料などで，熱に安定なものに用いる．通例，高圧蒸気法の場合は次の条件で滅菌を行う．

115～118℃　　30 分間
121～124℃　　15 分間
126～129℃　　10 分間

(ⅱ)　乾熱法：乾熱空気中で加熱することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主としてガラス製，磁製，金属製の物品，鉱油，油脂類又は粉体の試料など，熱に安定なものに用いる．ガス又は電気により直接加熱するか，加熱した空気を循環させる方式などがある．通例，乾熱法の場合は，次の条件で滅菌を行う．

160～170℃　120 分間
170～180℃　60 分間
180～190℃　30 分間

2.2.　照射法

(ⅰ)　放射線法：放射性同位元素から放出するγ線又は電子加速器から発生する電子線や制動放射線(X線)を照射することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主としてガラス製，磁製，ゴム製，プラスチック製又は繊維製の物品などで，放射線照射に耐えるものに用いる．本法が適用されるものの材質，性状又は汚染状況などによって線量を調節して行うが，適用後の品質の変化には特に注意する．

(ⅱ)　高周波法：高周波を直接照射し，発生する熱によって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主として水，培地又は試液などで高周波の照射に耐えるものに用いる．通例，2450±50MHzの高周波が用いられる．

2.3.　ガス法

滅菌用ガスを用いて微生物を殺滅する方法をいう．滅菌用ガスとしては，酸化エチレンガス，ホルムアルデヒドガス，過酸化水素ガス及び二酸化塩素ガスなどが用いられる．ガスの種類によって，滅菌時の温度，湿度，ガス濃度，滅菌時間が異なり，更に人体に悪影響をもたらすものもあるので，使用環境及び残留ガス濃度については厳重な注意が必要である．ガス法の中には，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測できないものもある．

2.4.　ろ過法

適当なろ過装置を用いてろ過し，微生物を除去する方法をいう．本法は，主として気体，水又は可溶性で熱に不安定な物質を含有する培地・試液などに用いる．通例，滅菌用フィルターには孔径0.22μm以下のフィルターが用いられるが，本法においては，孔径0.45μm以下のフィルターの使用も許容される．

非無菌医薬品の微生物学的品質特性

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

非無菌製剤における，ある特定微生物の存在は，製品の薬効の減少あるいは失効につながる可能性があり，また，患者の健康を損なう可能性もある．したがって，医薬品の製造業者は，製造，貯蔵及び流通に際し，最新のガイドラインに従ってGMPを実施することにより，最終製品のバイオバーデンを確実に低くしなければならない．◆本指針は，非無菌医薬品(原料及び製剤)中に存在する増殖能力を有する微生物(細菌及び真菌)の限度の目安を基準値として示したものである．◆ 非無菌医薬品の微生物試験は，微生物限度試験法〈*4.05*〉の「Ⅰ.生菌数試験」及び「Ⅱ.特定微生物試験」に準拠して行う．◆非無菌医薬品に対して生菌数試験及び特定微生物試験を実施するにあたっては，微生物管理計画を確立し，それを当該医薬品の品質保証システムの重要な一部として位置づけなければならない．また，試験実施者及び責任者は，微生物の取扱い技術，バイオセーフティ対策及びデータ解釈について専門知識を有していなければならない．◆

◆**1.　定義**

(ⅰ)　非無菌医薬品：日本薬局方の医薬品各条に収載されているもので無菌でないもの及び最終製品で無菌でないもの．

(ⅱ)　医薬品原料：原薬，添加剤を含む医薬品製造に用いるすべての物質．ただし，医薬品製造用水及びガス類は除く．

(ⅲ)　バイオバーデン：非無菌医薬品中に生存する微生物(細菌及び真菌)の数と種類．

(ⅳ)　処置基準値：直ちに調査を行い，必要に応じて是正措置をとらなければならないバイオバーデンに対して設定した基準値．

(ⅴ)　警報基準値：予知される問題点を早急に警告するものとして，直ちに是正措置をとる必要はないが，調査は行う必要があるバイオバーデンに対して設定した基準値．

(ⅵ)　品質保証システム：品質管理を実施するために必要となる製造業者の組織構造(責任，権限及び相互関係)及び実施手順．

2.　試験の適用除外

生菌を有効成分とする非無菌医薬品には，通例，生菌数試験を適用しない．

3.　試料の採取方法及び試験の実施頻度

3.1.　試料の採取方法

一般に，非無菌医薬品や医薬品原料ロット中の微生物汚染は均一でない．偏りのある試料採取方法では，正確なバイオバーデン値を推測できない場合もある．したがって，回顧的又は同時的バリデーションで得られたバイオバーデンデータの解析に基づいて，非無菌医薬品又は医薬品原料ロットを代表できる採取方法を確立する必要がある．通例，同一製造番号の非無菌医薬品又は医薬品原料の任意に選択した異なる数箇所(少なくとも3箇所以上)から試料をほぼ同量ずつ採取し，それらを合わせたものを被験試料とする．

また，清浄度管理環境下での試料採取が困難な場合には，採取環境や採取器材に注意を払い，採取した試料のバイオバーデンが不注意による汚染によって影響されないようにしなければならない．乾燥又は非水性の非無菌医薬品や医薬品原料においては，採取試料中のバイオバーデンが変化しないことが確認されている場合，本試験を試料採取直後に行う必要はない．

3.2.　試験の実施頻度

試験の実施頻度は，別に規定されている場合を除き，種々の要因を考慮して設定しなければならない．これらの要因には次のものがある．

(ⅰ)　非無菌医薬品の剤形(用法)

(ⅱ)　製造方法

(ⅲ)　製造頻度

(ⅳ)　医薬品原料の特性(天然物より製したもの，化学合成で製したもの等)

(ⅴ)　ロットサイズ

(ⅵ)　バイオバーデン値のばらつき(ロット間，季節変動など)

(ⅶ)　バイオバーデンに影響を及ぼす変更事項(製造工程の変更，医薬品原料の入手先の変更，医薬品原料ロットの変更など)

(ⅷ)　そのほか

医薬品の製造初期段階においては，医薬品原料や当該医薬品の微生物学的品質特性を把握するために，一般に高頻度に微生物限度試験を行う必要がある．しかし，回顧的又は同時的バリデーションなどのデータを蓄積することによって，例えば，季節ごと，一定期間ごと，数ロットごとなど，試験頻度を少なく

することができる．

4.　微生物管理計画書

非無菌医薬品に微生物限度試験法〈*4.05*〉を適用する場合には，当該医薬品からの微生物の回収法，培養法，計測法の妥当性を検証した上で，次の事項を定めた微生物管理計画書を作成しなければならない．

(ⅰ)　試験対象医薬品名(品目名)
(ⅱ)　試料採取頻度及び試験実施頻度
(ⅲ)　試料の採取方法(採取者，採取量，採取環境などを含む)
(ⅳ)　採取試料の試験室への移動(試験実施までの保存条件を含む)
(ⅴ)　試料の処理方法(微生物の回収方法)
(ⅵ)　生菌数の測定方法(供試量，培地の種類，培地の性能試験，培養方法などを含む)
(ⅶ)　特定微生物の検出方法(供試量，培地の種類，培地の性能試験，培養方法などを含む)
(ⅷ)　生菌数の算出方法及び検出菌の性状検査
(ⅸ)　微生物許容基準値(警報基準値，処置基準値)の設定
(ⅹ)　微生物許容基準値を超えた場合の対処方法
(ⅺ)　試験実施者，試験責任者など
(ⅻ)　そのほかの必要な事項◆

5.　非無菌医薬品の微生物許容基準値

総好気性微生物数(Total Aerobic Microbial Count : TAMC)及び総真菌数(Total Combined Yeasts／Moulds Count : TYMC)に対する微生物許容基準値を設定する◆ことにより，医薬品原料中の微生物学的品質が維持されているか又は悪化しているかを製造初期段階に判断することができる．また，必要に応じて適切な是正措置をとることも可能となり，医薬品原料の微生物学的品質の維持，改善に役立てることができる．◆

合成及び鉱物由来原料に対する微生物許容基準値は，別に規定するもののほか，表1に従う．◆化学合成で製する医薬品原料は製造工程において高温処理，有機溶媒処理などを行うことにより一般に低いバイオバーデン状態にあるが，植物や動物由来の医薬品原料は，一般に合成原料よりかなり高いバイオバーデン状態にある．

非無菌医薬品の製造に用いる水の微生物学的特性は，最終製品の微生物学的品質に直接影響を及ぼすので，これらの微生物管理にも，細心の注意が必要である．◆

非無菌医薬品の最終製剤に対する微生物許容基準値の判定は，別に規定するもののほか，表2に従う．◆これらの基準値は，非無菌医薬品の適用法，水との親和性などに基づき規定されている．経口用の液状製剤や水との親和性の高い非無菌医薬品については，一般に低い微生物許容基準値が設定されている．◆

表2には，微生物許容基準値が設定されている製剤において存在してはならない特定微生物も示している．ただし，これら検出されてはならない特定微生物をすべて網羅しているわけではない．ある特定の製剤では原材料の特性や製造工程によっては，ほかの微生物に対する否定試験も必要である．

また，規定された試験では規定されたレベルでの有効な微生物測定ができない場合には，示された許容基準値に可能な限り近い検出限界を有することがバリデートされた試験方法を用いることができる．

表2に挙げた微生物に加えて，検出すべきほかの微生物の重要性は次のような見地によって評価される．

(ⅰ)　製品の用途：危険要素は投与経路(眼球，鼻，呼吸器官)によって異なる
(ⅱ)　製品の性状：当該製品は微生物の発育を支持するのか，それとも十分な抗菌的活性を有するのか
(ⅲ)　使用方法
(ⅳ)　使用者：新生児，幼児，衰弱した人に対するリスクも異なる
(ⅴ)　免疫反応抑制剤：皮質ステロイドの使用
(ⅵ)　疾患，外傷，臓器損傷の有無

必要に応じて，関連した要素のリスク評価は，微生物学を学び，微生物学的データの解釈について特別に訓練された職員によってなされる．

原料に対するリスク評価はその原料が供される工程，最新の試験技術，要望される品質規格の原料であることを考慮に入れる．微生物許容基準値が規定されているときは，以下のように判定する．なお，微生物許容基準値は，個々の試験成績，又は繰り返し測定を行う場合には繰り返し測定値の平均値とする．

10^1CFU：最大許容値＝20
10^2CFU：最大許容値＝200
10^3CFU：最大許容値＝2000，以下同様．

◆6.　生薬及び生薬を配合した製剤の微生物許容基準値

生薬及び生薬製剤の微生物限度の目安を基準値として表3に示す．カテゴリー1は，熱湯で処理して用いる生薬及びその製剤，カテゴリー2は，そのほかの生薬及びその製剤である．本指針では，生薬及び生薬製剤に対する特定微生物として，腸内細菌とそのほかのグラム陰性菌，大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌を掲げているが，生薬原料の由来や生薬を配合した製剤の製法によっては，これら以外の微生物(例えば*Bacillus cereus*，*Clostridium*，*Pseudomonas*，*Burkholderia*，*Aspergillus*属や大腸菌群の一部の菌種)についても注意を払わなければならない場合がある．◆

表1　非無菌医薬品原料の微生物学的品質に対する許容基準値

	総好気性微生物数 (CFU/g又はCFU/mL)	総真菌数 (CFU/g又はCFU/mL)
医薬品原料	10^3	10^2

表2　非無菌製剤の微生物学的品質に対する許容基準値

投与経路	総好気性微生物数 (CFU/g又は CFU/mL)	総真菌数 (CFU/g又は CFU/mL)	特定微生物
経口(非水性製剤)	10^3	10^2	大腸菌を認めない(1g又は1mL)
経口(水性製剤)	10^2	10^1	大腸菌を認めない(1g又は1mL)
直腸	10^3	10^2	－
口腔粘膜 歯肉 皮膚 鼻 耳	10^2	10^1	黄色ブドウ球菌を認めない(1g又は1mL) 緑膿菌を認めない(1g又は1mL)
腟	10^2	10^1	緑膿菌を認めない(1g又は1mL) 黄色ブドウ球菌を認めない(1g又は1mL) カンジダ・アルビカンスを認めない(1g又は1mL)
経皮吸収パッチ (粘着層及び支持材を含む1パッチに限定)	10^2	10^1	黄色ブドウ球菌を認めない(1パッチ) 緑膿菌を認めない(1パッチ)
吸入 (噴霧用の液状製剤にはより厳しい要件が適用される)	10^2	10^1	黄色ブドウ球菌を認めない(1g又は1mL) 緑膿菌を認めない(1g又は1mL) 胆汁酸抵抗性グラム陰性菌を認めない(1g又は1mL)

◆**表3　生薬及び生薬を配合した製剤の微生物学的品質に対する許容基準値**

微生物	カテゴリー1 (CFU/g又はCFU/mL)	カテゴリー2 (CFU/g又はCFU/mL)
好気性細菌	10^7	10^5
真菌	10^4	10^3
腸内細菌とその他のグラム陰性菌	※	10^3
大腸菌	10^2	非検出
サルモネラ	非検出	非検出
黄色ブドウ球菌	※	※

※　基準値は設けていない．◆

保存効力試験法

保存効力試験法は，多回投与容器中に充てんされた製剤自体又は製剤に添加された保存剤の効力を微生物学的に評価する方法である．製剤に試験の対象となる菌種を強制的に接種，混合し，経時的に試験菌の消長を追跡することにより，保存効力を評価する．

なお，医薬品GMPに対応するために，又は単に生菌数を抑制する目的のためだけに，保存剤を使用してはならない．保存剤は，それ自体毒性のある物質でもある．それゆえ，ヒトへの安全性に影響を及ぼすような量を製剤に添加してはならず，保存剤の添加量を可能な限り少なくする配慮が必要である．本試験は，一般に製剤の処方設計段階や定期的な保存効力の検証などに適用され，ロットの出荷判定試験としては行わないが，最終容器に詰められた製剤中の保存剤の効果は，製剤の有効期間にわたって検証しなければならない．

1.　製剤とそのカテゴリー

本試験を行うために，製剤を二つのカテゴリーに分類する．カテゴリーⅠは水溶性の基剤又は溶剤を用いて作られたもの，カテゴリーⅡは非水溶性の基剤又は溶剤を用いて作られたものである．なお，水中油型基剤を用いて作られたものはカテゴリーⅠに，油中水型基剤を用いて作られたものはカテゴリーⅡに含まれる．

カテゴリーⅠは，剤形によって3群に細分類する．

カテゴリーⅠA：注射剤及び無菌の非経口剤．

カテゴリーⅠB：非無菌の非経口剤．

カテゴリーⅠC：経口液剤(用時溶解又は懸濁して用いるシロップ剤を含む)．

カテゴリーⅡ：非水溶性の基剤又は溶剤を用いて作られた製剤で，カテゴリーⅠに記載しているすべての剤形を含む．

2.　試験菌株と培地

以下の菌株，若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用する．

Escherichia coli ATCC 8739，NBRC 3972

Pseudomonas aeruginosa ATCC 9027，NBRC 13275

Staphylococcus aureus ATCC 6538，NBRC 13276

Candida albicans ATCC 10231，NBRC 1594，JCM 2085

Aspergillus brasiliensis ATCC 16404，NBRC 9455

これらの試験菌は，製剤の製造，使用又は保存中に人や環境から混入するおそれのある微生物を代表し，また，日和見感染病原体である．これらの指定菌株に加えて，製剤の性質により混入して増殖するおそれのある微生物を試験菌株として使用した方がよい．試験菌株は，微生物保存機関から入手後，新鮮培地で植え継ぐごとに1継代と定義し，5継代以内のものを用いる．試験菌は混合せず，それぞれ単独に製剤に混入して試験する．接種菌の培養は，カンテン平板培養又は液体培養のいずれかを採用する．

カンテン平板培養：上記5種の菌株をそれぞれカンテン平板培地又はカンテン斜面培地の表面に接種して培養する．カンテン培地としては，細菌の場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を，真菌の場合はサブロー・ブドウ糖カン

テン培地，グルコース・ペプトンカンテン培地又はポテト・デキストロースカンテン培地のいずれかを使用する．細菌の場合は30～35℃で18～24時間，*C. albicans*は20～25℃で40～48時間，*A. brasiliensis*は20～25℃で1週間又は十分な胞子が形成されるまで培養する．これらの培養菌体を白金耳等で無菌的に採取し，滅菌生理食塩液又は0.1%ペプトン食塩液に浮遊させ，約10^8個/mLの生菌を含む浮遊液を調製する．*A. brasiliensis*の場合には，ポリソルベート80を0.05%の割合で添加した滅菌生理食塩液又は0.1%ペプトン食塩液に浮遊させ，約10^8個/mLの胞子を含む浮遊液を調製する．これらの浮遊液を接種菌液として使用する．

液体培養：上記4種(*A. brasiliensis*は除く)の菌株をそれぞれ適当な液体培地に培養後，遠心分離して培地を除く．菌体は滅菌生理食塩液又は0.1%ペプトン食塩液で洗浄して，同じ溶液で約10^8個/mLの生菌又は胞子を含む接種菌液を調製する．

上記5種以外の菌株を培養する場合は，当該菌株の生育に適した培地を選んで使用することができる．浮遊液の調製もその菌に適した方法を採用する．カンテン平板培養法と液体培養法のいずれにおいても，得られた接種菌液は24時間以内に使用する．2時間以内に被検体に接種できない場合には，冷蔵庫に保存する．接種菌液中の菌数を使用直前に計測し，得られた菌数値より接種直後における製剤1mL(g)当たりの理論菌数を算出する．

3.　試験手順

3.1.　カテゴリーⅠ製剤

製剤を含む容器5個のそれぞれの中に接種菌液を無菌的に注入し，均一に混合する．製剤の容器中に菌液を無菌的に混合し難いとき，又は製剤量が少ない場合には，滅菌した別の容器に試験に必要な十分な量の製剤を無菌的に移して接種菌液を混合する．非無菌製剤の場合，これらに加えて菌を接種しない製剤を対照として保存し，生菌数(細菌数及び真菌数)を測定する．菌液を製剤中に均一に混合するために，滅菌した注射針，スパーテル，ガラス棒などを使用できる．混合する接種菌液の量が製剤の1／100量を超えてはならない．通常，製剤1mL又は1g当たり10^5～10^6個の生菌数になるように接種，混合する．これらの容器を遮光下で20～25℃に保存し，0，14及び28日目に被検製剤から1mL又は1gをとり生菌数を測定する．上記の期間中，混合試料に顕著な変化(例えば，色調の変化や異臭の発生)が観察されたときは記録し，当該製剤の保存効力について評価検討する．生菌数の経時的な変化は，試験開始時の菌数を100とした百分率で表される．生菌数測定は，原則として「微生物限度試験法」に記載されているカンテン平板混釈法による．なお，この場合，発育阻止物質の確認試験を行い，その影響を除去しなければならないときは，試料溶液の調製に用いる緩衝液や液体培地並びにカンテン培地に効果的な不活化剤を添加することができる．ただし，不活化剤が微生物の増殖に影響を与えないという確認が必要である．保存剤や製剤そのものの存在が生菌数測定に影響し，かつ適当な不活化剤のない場合は，「微生物限度試験法」に記載されているメンブランフィルター法により生菌数を測定する．

3.2.　カテゴリーⅡ製剤

カテゴリーⅠで示された手順と同様に行うが，試験菌を製剤と均一に混和する場合及び混合試料中の生菌数を測定する場合に，特別の手技と配慮が要求される．

半固形の軟膏基剤製品では，試料を45～50℃に加熱して油状とし，浮遊液を加えて滅菌ガラス棒又はスパーテルで接種菌を均一に分散させる．均一に混合されるように，界面活性剤を加えてもよいが，添加される界面活性剤が接種菌の生残性や増殖性に影響を与えず，かつ，製剤の保存効力を増強させないことを確認する必要がある．生菌数測定のために被検製剤を緩衝液や液体培地に均一に混合するときも，界面活性剤や乳化剤を添加することが望ましいこともある．特に，半固形軟膏製剤や油性製剤などに接種された微生物を液体培地中に均一に分散させるには，ソルビタンモノオレイン酸エステル，ポリソルベート80，レシチンなどを使用するとよい．これらは汎用されている保存剤の多くを不活化したり，中和させる作用がある．

4.　判定

保存効力の判定は，表1に従う．表1に記されている試験結果が得られた場合，保存効力があると判定する．なお，無菌製剤に接種菌以外の菌が発見されたときは，重大な微生物汚染が起こっている可能性が強く，試験操作上又は製造管理上の注意を要する．また，非無菌製剤中の汚染菌数が，参考情報収載の「非無菌医薬品の微生物学的品質特性」に定める菌数を超える場合にも，試験操作上又は製造管理上の注意を要する．

表1　製剤区分別判定基準

製剤区分	微生物	判定基準	
		14日後	28日後
カテゴリーⅠA	細菌	接種菌数の0.1%以下	14日後のレベルと同等若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
カテゴリーⅠB	細菌	接種菌数の1%以下	14日後のレベルと同等若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
カテゴリーⅠC	細菌	接種菌数の10%以下	14日後のレベルと同等若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
カテゴリーⅡ	細菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下

5.　培地等

保存効力試験用の培地等を以下に掲げる．他の培地等でも類似の栄養成分を含み，かつ，試験対象となる微生物に対して類似の選択性や増殖性を持つものは使用して差し支えない．

(ⅰ) ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0g
ダイズ製ペプトン	5.0g
塩化ナトリウム	5.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH：7.1～7.3.

(ⅱ) サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ペプトン(肉製及びカゼイン製)	10.0g
ブドウ糖	40.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH：5.4～5.8.

(ⅲ) GP(グルコース・ペプトン)カンテン培地

ブドウ糖	20.0g
酵母エキス	2.0g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5g
ペプトン	5.0g
リン酸二水素カリウム	1.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH：5.6～5.8.

(ⅳ) ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0g
ブドウ糖	20.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH：5.4～5.8.

(ⅴ) 0.1%ペプトン食塩液

ペプトン	1.0g
塩化ナトリウム	8.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH：7.2～7.4.

無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法

本試験法は，無菌医薬品の製造区域における微生物管理方法及びその評価法について示す．無菌医薬品の製造区域は，清浄空気の要求特性により，重要区域及び清浄区域に分類される．重要区域とは，清浄度管理が行われている限られた空間であって，空気中における浮遊微粒子数及び浮遊微生物数がグレードAに管理され，その空間を形成する設備・機器の表面及び供給される材料，薬品，水などについても要求される清浄度が保持され，必要に応じて温度，湿度，圧力などの環境条件についても管理が行われている区域を指す．清浄区域とは，空気，ガス又は液体中の汚染物について清浄度管理が行われ，要求される清浄度が保持されている空間を指すが，無菌操作を行う区域を意図したものではない．無菌医薬品の製造にあたっては，微生物学的管理が適切に維持されていることを保証するために，環境，設備及び作業員に対する微生物学的モニタリングを適切な頻度で行う必要がある．汚染微生物の検出は，あらかじめ定めたサンプリング計画に従い，適切なサンプリング装置を用い，原則として通常の作業形態下で行わなければならない．空中微生物及び表面付着微生物の捕集，培養，計数，評価方法は，モニタリング目的，対象物，検出対象微生物などによって異なるので，目的，対象物などに応じた適切な方法の選択が必要である．なお，本法に示すサンプリング装置及び測定方法，培地及び培養温度，モニタリング頻度，並びに環境微生物の評価基準値はあくまでも参考情報であり，絶対的なものではない．

1. 定義

本試験法で用いる用語の定義は，以下のとおりである．

(ⅰ) 製造区域：培養，抽出・精製，原料秤量，容器・栓などの洗浄・乾燥，薬剤の調製・充てん作業，閉塞，包装などの作業を行う場所，及び更衣を行う場所をいう．

(ⅱ) 処置基準：微生物の数(及び必要に応じて種)に対して設定した基準値をいい，この値を超えた場合には直ちに調査を行い，必要に応じて是正措置をとる．

(ⅲ) 警報基準：微生物の数(及び必要に応じて種)に対して設定した基準値をいい，この値は予知される問題点を早期に警告するものであり，その設定レベルを超えた場合には直ちに是正措置を必要とはしないが，調査は行う必要がある．

(ⅳ) 汚染物：対象物に付着，混入することなどによって汚染を引き起こす空中微粒子及び環境微生物をいう．

(ⅴ) 清浄度：対象物の清浄状態を示す量をいい，一定面積又は一定体積中に含まれる汚染物の数又は質量によって表す．

(ⅵ) 清浄度管理：限られた空間又は表面について，要求される清浄度を保持するために必要とされるあらゆることがらについて，計画を立て，組織し，実施することをいう．

(ⅶ) 作業シフト：同じ作業員又はグループによってなされる一定の作業又は作業時間をいい，通常，1シフトは12時間以内である．

(ⅷ) 性状検査：汚染菌を識別できる程度に区分するための手段をいい，日常管理では，属レベルまでの分類で良いが，必要に応じて種レベルの同定を行う．

2. 無菌医薬品製造区域の空気清浄度

医薬品製造環境の空中微粒子は，物理的には製品に侵入して不溶性微粒子の原因の一つになりうる．また，生物学的には微生物の媒体として作用するため，空気中の微粒子数を最小限にし，存在する微粒子を効果的に排除することが必要である．無菌医薬品の製造において，各作業別に要求される空気清浄度を表1に示す．

2.1. 最終滅菌法を適用できる無菌医薬品

溶液の調製は，通例，グレードCの環境で行う．密封容器を使うなど，汚染を極力少なくするための追加措置が講じられている場合には，グレードDでの溶液調製も許容される．注射剤の充てん作業は，グレードC以上の環境内に設置されたグレードAの環境で行う．注射剤以外の無菌医薬品の調製及び充てんも，通例，注射剤に準じる．

表1　無菌医薬品製造のための空気の清浄度

空気の清浄度レベル	最大許容微粒子数／m^3	
グレード[*1]	非作業時	作業時
	0.5μm 以上	0.5μm 以上
A(層流作業区域)	3530	3530
B(非層流作業区域)	3530	353000
C	353000	3530000
D	3530000	－[*2]

[*1] 作業時における最大許容微粒子数は，USP＜1116＞の規格と次のように対応している．グレードAはクラス100(M3.5)，グレードBはクラス10000(M5.5)，グレードCはクラス100000(M6.5)，グレードDについては対応する規格はない．
[*2] 作業形態により，この区域の許容微粒子数は異なる．

2.2.　ろ過滅菌後，一連の無菌操作法で製造される無菌医薬品

出発原料の秤量及び溶液調製は，グレードC以上の環境で行う．これらの作業は，ろ過の前まで密封容器を使うなど，汚染を極力少なくするための追加措置が講じられている場合には，グレードDの環境で行うことが許容される．無菌ろ過後，閉塞までのすべての無菌操作は，グレードAの環境で取り扱わなければならない．

2.3.　原料段階から一連の無菌操作法で製造される無菌医薬品

出発原料の取扱い及び閉塞までのすべての無菌操作をグレードAの環境で行わなければならない．

3.　環境モニタリングによる環境微生物の管理

環境モニタリングは，無菌操作法で製造される無菌医薬品においては，特に重要な無菌性保証要素である．環境モニタリングの主目的は，製造区域への環境悪化を事前に予知し，製品の品質に悪影響を及ぼすことを防ぐと共に，適切な清浄度管理により，高度な無菌医薬品の製造を行うことにある．

3.1.　環境微生物のモニタリング

(ｉ)　無菌医薬品の製造区域における環境微生物のモニタリングプログラムの手順書を各施設ごとに作成すること．手順書に含まれる項目としては，1)モニタリング対象物，2)モニタリング対象微生物，3)モニタリング頻度，4)モニタリング方法，5)モニタリング対象物に対する警報及び処置基準値，6)設定基準値に達した際の具体的処置手順などがある．

(ⅱ)　無菌操作，無菌管理を行う環境とその周辺では，環境微生物の定期的なモニタリングが必要であり，無菌医薬品が環境空気と直接接触する重要区域においては，作業シフトごとのモニタリングが必要である．モニタリング対象物としては，空気，床，壁，機械表面，作業員の着衣や手袋などがある．微生物のモニタリングの参考頻度を表2に示す．

表2　微生物のモニタリングの参考頻度

製造区域	モニタリングの参考頻度
重要区域(グレードA)	作業シフトごと
重要区域に隣接する清浄区域(グレードB)	作業シフトごと
他の清浄区域(グレードC，D)	
製品や容器と接触する区域	週２回
製品や容器と接触しない区域	週１回

(ⅲ)　環境微生物のモニタリングに使用するサンプリング装置，方法及び培地は，検出しようとする微生物(好気性細菌，嫌気性細菌，かび，酵母など)に適したものでなければならない．また，検出対象微生物に適切な培養温度及び培養期間などの培養条件を選択すべきである．通例，環境微生物試験に用いられている培地及び培養条件を表3に示す．

表3　培地及び培養条件

検出対象微生物	培地[*1]	培養条件
好気性細菌	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン(又は液体)培地 ブレインハートインフュージョンカンテン(又は液体)培地 ニュートリエント カンテン(又は液体)培地	30～35℃[*2] 5 日間以上[*3]
酵母及びかび	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン(又は液体)培地 サブローデキストロースカンテン(又は液体)培地 ポテト・デキストロースカンテン(又は液体)培地 グルコース・ペプトン カンテン(又は液体)培地	20～25℃[*2] 5 日間以上[*3]
嫌気性細菌[*4]	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 クックドミート液体培地 強化クロストリジウムカンテン(又は液体)培地 無菌試験用チオグリコール酸培地Ｉ(又はカンテン培地)	30～35℃ 5 日間以上[*3]

[*1] 培地には，必要に応じて適切な濃度の抗生物質を添加してもよい．また，被検面に消毒剤の存在するおそれがあり，それが試験時に混入する可能性のある場合には，それを不活化する物質を添加する．
[*2] 好気性細菌と酵母及びかびをソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地で検出する場合には，25～30℃で5日間以上の培養も許容される．
[*3] 信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後5日以前の計測値を採用してもよい．
[*4] 通例，微生物モニタリングに，嫌気性細菌は含まれない．嫌気性細菌の検出にカンテン培地を用いる場合には，適当な装置を用いて嫌気培養を行うこと．

(ⅳ)　サンプリングしたものは，微生物限度試験法のメンブランフィルター法，カンテン平板混釈法，カンテン平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法(最確数法)などによって生菌数を計測する．

(ｖ)　環境微生物の参考評価基準を表4に示す．各モニタリング対象物の警報基準値と処置基準値は，十分なデータが収集された後，必要に応じて調整することができる．環境モニタリングにおいて重要なことは，モニタリング対象物が一定の清浄度を維持していることを恒常的に監視することである．

表4　環境微生物の評価基準[*1]

グレード	空中微生物数[*2] (CFU/m^3)	最小空気採取量 (m^3)	表面付着微生物数	
			機器，設備	手袋
			(CFU/24～30cm^2)[*3]	
A	＜1	0.5	＜1	＜1
B	10	0.5	5	5
C	100	0.2	25	－
D	200	0.2	50	－

[*1] 各条件における平均許容上限値を示す．
[*2] スリットサンプラー法又は同等の微生物捕集性能を有する方法を用いての値．
[*3] コンタクトプレート(直径約5.4～6.2cm)当たりに現れる生菌数を示す．拭き取り法を用いる場合には，25cm^2当たりの表面積の換算値とする．手袋の場合は，通常，5指をプレートに押捺．

(ⅵ)　分離された微生物については，必要に応じて性状検査を行う．また，微粒子数についてもその経時的又は経日的推移を分析し，無菌医薬品の製造区域の環境評価データとする．

3.2.　環境モニタリングデータの評価

(ｉ)　環境モニタリングデータは，定期的に評価し，各区域又

は場所において予知される環境上の問題点を推論する．また，問題が発生したときには，直ちに原因調査を開始し，調査結果を報告書にまとめる．再モニタリングは，問題区域が再び元の管理された状態に戻ったことを立証できる方法で実施しなければならない．

(ⅱ) 調査報告書は，あらかじめ定めた責任者若しくは品質管理責任者により評価及び承認され，その後，当該製造区域に従事する主な関係者に配付する．

4. サンプリング装置及び測定方法

空中微生物又は表面付着微生物の捕集や測定に関しては，種々のサンプリング装置及び方法がある．モニタリングの目的及び対象物によって，適切なサンプリング装置及び方法を選定しなければならない．

4.1. 空中微生物の測定方法

4.1.1. 落下菌測定法

カンテン培地を入れた一定の大きさのペトリ皿を，測定場所でふたをとり，一定時間放置後，表面に落下した微生物を培養し，集落数を計数する方法である．本法は，静置した培地の表面に沈降しなかった微生物を検出できないこと，微生物凝集物の沈降速度は気流の影響を受けることから，微生物の総数を定量的にモニタリングする際には有効でない．本法は，得られる結果が定性又は半定量的であるが，製品又は装置が空中に浮遊する微生物によって汚染される可能性を，長時間モニタリングするのに適切な方法である．

4.1.2. 浮遊菌測定法

4.1.2.1. 測定法

一定量の空気を吸引する方法で，サンプリング方法によってろ過型サンプリング装置及び衝突型サンプリング装置がある．ろ過型サンプリング装置は，吸引力及びフィルターサイズを適切に変えることによって，希望する空気量を捕集することができるが，フィルターを無菌的にホールダーに取り付けたり，取り出すときに注意を要する．重要区域で使用する場合，空気の流れを乱し，無菌医薬品の製造に悪影響を及ぼさないように注意を払うこと．フィルターには，ゼラチンフィルターなどを用いたウエットタイプ及びメンブランフィルターを用いたドライタイプのものがある．ドライタイプのフィルターは，静電気の影響により微生物粒子をフィルター上に定量的に捕集できないことがある．

衝突型サンプリング装置の選択及び使用にあたっては，捕集される空気の培地への衝突速度が捕集された微生物粒子に悪影響を及ぼさず，かつ微生物を捕集するのに十分な速度であること．また，空気の吸引量は，それぞれの微生物汚染限度に応じ微生物汚染を検出するのに十分な量であり，かつ培地の物理的・化学的特性を大きく変えるものであってはならない．重要区域で使用する場合，空気の流れを乱し，無菌医薬品の製造に悪影響を及ぼさないように注意を払うこと．

4.1.2.2. 測定装置

一般的に使用される浮遊菌測定装置には，①スリットサンプラー，②アンダーセンサンプラー，③ピンホールサンプラー，④遠心型サンプラー及び⑤ろ過型サンプラーがある．スリットサンプラーは，回転するカンテン培地に一定サイズのスリットを通して一定流量の空気を吹きつけて微生物を捕集する装置で，培地の回転速度及びスリットと培地表面との距離を調節して測定し，最大1時間まで時系列的に微生物の推移を把握することができる．アンダーセンサンプラーは，多孔板とカンテン培地を数段組み合わせ，培地に多孔板を通して一定流量の空気を吹きつけて微生物を捕集する装置で，空気中の微生物の粒子分布を測定するのに適している．ピンホールサンプラーは，スリットサンプラーのスリット部分がピンホールになった装置で，回転するカンテン培地に数個のピンホールを通して一定流量の空気を吹きつけて微生物を捕集する．遠心型サンプラーは，回転羽根を回転し，一定流量で吸引した空気を周囲に固定したカンテン培地のストリップに吹きつけて微生物を捕集する装置で，機器の持ち運びが容易で局所の測定に適している．ろ過型サンプラーの特性については，「4.1.2.1.測定法」を参照．

4.2. 表面付着微生物の測定方法

4.2.1. コンタクトプレート法

適切な接触表面を有するコンタクトプレートを使用する．

サンプリング箇所に，コンタクトプレート全体を均等に数秒間接触させる．この際，回転させたり直線的に動かしてはならない．接触後，プレートに覆いをし，できるだけ速やかに適切な培養条件で培養する．なお，コンタクトプレート使用後は，接触箇所に付着した培地成分を無菌的に拭き取ること．

4.2.2. 拭き取り法

無菌のガーゼ，脱脂綿，綿棒などを適切なリンス液に浸し，あらかじめ規定された表面積をゆっくりと回転，又は平行線状に拭き取ることによってサンプリングを行う．サンプリング後，ガーゼ，脱脂綿，綿棒などを適切な一定量のリンス液に入れて攪拌後，適切な方法で微生物数を測定する．

5. 浮遊菌測定サンプリング装置の捕集性能試験

浮遊菌測定サンプリング装置の捕集性能試験は，JIS K 3836(空中浮遊菌測定器の捕集性能試験法)又はISO 14698－1(クリーンルームの生物汚染管理，一般原則)によって行う．

6. 培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

微生物限度試験法〈*4.05*〉の「1.生菌数試験」の「培地の性能試験及び発育阻止物質確認試験」を準用する．

7. 培地

(ⅰ) ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン(又は液体)培地：微生物限度試験法を参照．

(ⅱ) サブロー・デキストロースカンテン(又は液体)培地：微生物限度試験法を参照．ただし，抗生物質は必要に応じて添加する．

(ⅲ) ポテト・デキストロースカンテン(又は液体)培地：微生物限度試験法を参照．ただし，抗生物質は必要に応じて添加する．

(ⅳ) グルコース・ペプトンカンテン(又は液体)培地

ブドウ糖	20.0g
酵母エキス	2.0g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5g
ペプトン	5.0g
リン酸二水素カリウム	1.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH5.6～5.8．使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10gとテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代

わりに培地1L当たりクロラムフェニコール50mgを加えてもよい．ただし，抗生物質は必要に応じて添加する．

(ｖ)　液状チオグリコール酸培地(又はカンテン培地)：無菌試験法を参照．ただし，カンテン培地のカンテン濃度は約1.5%とする．

(vi)　ブレインハートインフュージョンカンテン(又は液体)培地

子ウシ脳 200g からの浸出物
ウシ心臓 250g からの浸出物

ペプトン	10.0g
ブドウ糖	2.0g
塩化ナトリウム	5.0g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	2.5g
カンテン	15.0g
水	1000mL

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.2～7.6

(vii)　ニュートリエントカンテン(又は液体)培地

牛肉エキス	3.0g
ペプトン	5.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.6～7.0

(viii)　クックドミート液体培地

ウシ心臓 450g からの浸出物

ペプトン	20.0g
ブドウ糖	2.0g
塩化ナトリウム	5.0g
水	1000mL

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.2～7.6

(ix)　強化クロストリジウムカンテン(又は液体)培地

牛肉エキス	10.0g
ペプトン	10.0g
酵母エキス	3.0g
溶性デンプン	1.0g
ブドウ糖	5.0g
Lーシステイン塩酸塩	0.5g
塩化ナトリウム	5.0g
酢酸ナトリウム三水和物	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

液体培地の場合，カンテンを0.5g加える．

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.7～6.9

8.　リンス液

(ｉ)　リン酸緩衝液(pH7.2)：微生物限度試験法を参照．

(ⅱ)　ペプトン食塩緩衝液(pH7.0)：微生物限度試験法を参照．

(iii)　リンゲル溶液1／4濃度

塩化ナトリウム	2.25g
塩化カリウム	0.105g
塩化カルシウム二水和物	0.16g
水	1000mL

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.0

(iv)　チオ硫酸リンゲル溶液

チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.8g
リンゲル溶液 1／4 濃度	1000mL

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.6

(ｖ)　LP希釈液

カゼイン製ペプトン	1.0g
大豆レシチン	0.7g
ポリソルベート 80	1.0～20.0g
水	1000mL

121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.2

G5.　生薬関連

アリストロキア酸について

アリストロキア酸は，ウマノスズクサ科の植物に含有されている成分で，腎障害を引き起こすことが疑われている．また，発がん性があるとの報告もある(参考参照).

日本薬局方に定められた基原及び部位の生薬を使用していれば問題はないが，国によっては異なる植物を類似した生薬名で呼称している場合などもあり，また，諸外国においては日本薬局方に適合しない製品が流通していることから，生薬・漢方薬の使用にあたっては，アリストロキア酸を含む植物の混入がないように原料の確認などに留意する必要がある．第十四改正日本薬局方第一追補以降，使用部位として植物の根及び根茎が規定されているサイシンに，アリストロキア酸を含む可能性のある地上部が混入する場合を考慮し，純度試験にアリストロキア酸Iの分析法が規定された．ボウイ，モクツウ，モッコウでは，規定された基原植物を用いていれば，アリストロキア酸の混入は考えられないが，上述した理由から，アリストロキア酸Iを含む生薬が流通する可能性がある．その場合，サイシンの純度試験を準用することで，アリストロキア酸の混入の有無について試験を行うことが可能となる．

参考：2000年7月医薬品・医療用具等安全性情報(No.161)
New England Journal of Medicine (June 8, 2000)
Mutation Research 515，63-72 (2002)

遺伝子情報を利用する生薬の純度試験

天然物の品質確保の第一歩は，基原の正しい原材料を使用することである．したがって，生薬の基原は，適否の判定基準であることが，生薬総則4に明示されている．生薬の基原を鑑別する方法には，形態学的な方法や，官能試験，化学的な方法があり，それぞれ各条に適切な方法が明示されている．形態学的

方法や，官能試験，化学的な方法は，生薬の表現形質に基づく種の鑑別方法である．他方，近年分子生物学的な技術の進歩と植物の遺伝子情報の蓄積に伴い，それぞれの生薬の遺伝子型を確認することで，種を鑑別する手法が確立されつつある．このような方法は，形態学的な方法などによる植物の表現型に基づく鑑別法とは異なり，環境による影響を受けない．また，鑑別のための専門知識と熟練を必要とせず，客観的な結果が得られやすい等の利点がある．

生物の進化は，遺伝子の突然変異により担われており，近縁種間における遺伝子の塩基配列の違いは，種の系統関係を反映している．この理論に基づき，近年微生物の鑑別では，核ゲノム上のリボゾームRNA(rRNA)をコードする遺伝子領域(rDNA)の塩基配列を利用し，系統発生的に種を区分する方法が採用されている．同様に遺伝子型を用いた高等植物の鑑別にも，このrDNAの塩基配列が最もよく用いられている．特にrDNA領域のITS(Intergenic Transcribed Spacer)領域では，コード遺伝子領域と比較して塩基置換が起こりやすいため，近縁種を区別しやすいことになる．また，核ゲノム上の遺伝子は，両親に由来するため，種間雑種を確認できる利点がある．高等植物には，更にミトコンドリアゲノム上の遺伝子と葉緑体ゲノム上の遺伝子がある．これらのゲノム上の遺伝子も鑑別のためよく用いられるが，通常単性遺伝であるため，種間雑種の確認はできない．

ここに示した二つの方法は，近年，論文報告[1),2)]されたrDNAのITS領域の遺伝子配列に基づくソウジュツとビャクジュツの鑑定法を基礎として開発された，ビャクジュツ中のソウジュツに関する純度試験法で，バリデーションのための共同試験が終了したものである．各条では，ソウジュツの基原植物は，*Atractylodes lancea* De Candolle又は，*A. chinensis* Koidzumi (*Compositae*)，ビャクジュツの基原植物は，*A. japonica* Koidzumi ex Kitamura又は*A. ovata* De Candolle (*Compositae*)と規定されている．また，基原の適否は，基本的にソウジュツでは鏡検を含む生薬の性状で，ビャクジュツでは鏡検を含む生薬の性状と，確認試験の呈色反応で規定されている．上記の論文では，これらの四種の植物について，前述したITS領域の塩基配列を比較することで，明確に区別できること，更に種特異的なプライマー対を用いた遺伝子の増幅(PCR)，又は，種特異的配列を認識する制限酵素の利用により，塩基配列の解析を行わずに種の鑑別が簡便に行えることを示している．

共同試験では，試験の簡便さを最大限考慮し，塩基配列の解析を行わず，種特異的なプライマー対を利用し，PCR増幅バンドを観察する方法(Mutant Allele Specific Amplification法：方法1)及び各基原植物に共通のプライマー対により調製したPCR産物に対して種特異的配列を認識する制限酵素で処理し，生成するDNA断片を観察する方法(PCR-Restriction Fragment Length Polymorphism法：方法2)について検討した．このような，PCR法を利用する試験法では，微量の鋳型DNAが理論的には，数十億ー数千億倍に増幅される．したがって，粉末生薬の確認試験として用いる場合，分析する生薬のほとんどが不適なものでわずかに適合植物由来の生薬の粉末が存在していても，検出対象のDNA断片が観察されることになる．(よって，確認試験法として利用するには，他生薬由来の粉末の混入に注意しながら切断生薬，全形生薬の単一個体に対して利用することになる.)他方，純度試験として用いる場合，どのような形態の生薬であったとしても，対象遺伝子に多型が存在せず正しく遺伝子増幅が行われる限り，純度試験で対象とする不適な植物由来のDNA断片が確認されれば，生薬の形態にかかわりなく，対象とする不適な生薬が混入していることが明らかとなる．

なお，ここで示した方法は，参考情報であり，現段階で本法を用いて得られた結果がそのまま各条の生薬の適否を左右するものでない．また，論文で示されたシークエンスを行うことで，基原種についてより正確な判定が行えることはいうまでもない．

1. DNA増幅装置

生薬より抽出精製して得られたDNAの増幅に用いる．機器により，温度調節方法等が微妙に異なるため，指定された条件でPCRを行っても，PCR増幅バンドの強度等が異なることがある．したがって，「3.方法1」のようにPCRの増幅バンドの有無のみで，結果を判定する場合，事前にあらかじめ基原種が判明している試料を用い，得られたDNAを用いてPCRを行うとき，適切な増幅バンドのみが得られることを確認し，得られない場合には，PCRの温度条件を微調整することが必要となる．また，本装置は，「4.方法2」における制限酵素処理にも転用することができる．

2. 一般的注意

生薬は，新鮮な植物体とは異なり乾燥物で，採取されてからある程度の時間を経たものである．したがって，DNAが断片化を起こしている場合が多く，また植物中には様々なPCRの反応阻害物が存在している可能性があり，鋳型DNAの抽出精製は，最も注意を要する過程である．ジュツ類生薬の場合，生薬の周皮に阻害物が存在している場合が多いため，周皮を清潔なメスなどではぎおとして除いた試料を使用する．

3. 方法１(Mutant Allele Specific Amplification法)

本法は，一般に Mutant Allele Specific Amplification (MASA) 法又はAmplification Refractory Mutation System (ARMS) 法と呼ばれる方法で，種特異的プライマー対によるPCRにおけるDNA増幅の有無により，検体由来の鋳型 DNAの塩基配列情報を得る方法である．

3.1. 操作法

以下，操作法の一例を示す．

3.1.1. 鋳型DNAの調製

試料からのDNAの抽出精製法には様々な方法があるが，有害試薬を用いず，煩雑な精製操作が不要である利点を考慮すれば，市販のDNA抽出キットを用いることが推奨される．その場合，最終的に得られるDNA量(濃度)に注意して，最初の試料量とDNAを溶出させる液量を調整する必要がある．組換えDNA技術応用食品の検査方法に関する通知[3)]で使用されているシリカゲル膜タイプのキットを用い，同法に準拠して抽出精製を行う場合，試料採取量は200mgとし，AP1緩衝液1mL，RNase Aを2μL，AP2緩衝液325μLを用いるのが適当である．また，第一カラムに負荷する上清は，清澄であることが最も重要で，無理に1mLを負荷する必要はない．また，最終的にDNAを溶出させる液量は，50μLが適当であり，通常1回目の溶出液をDNA試料原液として用いる．

3.1.2. DNA試料原液中のDNAの純度の確認及びDNAの定量

原液中のDNAの純度は，分光光度計を用いOD_{260nm}／OD_{280nm}の比で確認することができる．同比が1.5になれば，DNAが十分に精製されていることを示す．DNA量は，1 OD_{260nm}＝

50μg/mLで換算する．上記の測定は，適当に希釈したDNA試料原液を用いて行い，得られた結果を基に，以後PCRの反応に必要な濃度に水で希釈し，DNA試料液として，マイクロ試料管に分注し，必要な場合は－20℃以下で冷凍保存する．分注したDNA試料液は，融解後直ちに使用し，残った溶液は再度保存せず廃棄する．なお，DNA試料原液の濃度がPCRで規定された濃度に達しないときは，そのままDNA試料液として用いる．

3.1.3.　PCR

上記の通知で例示された定性PCR法[4)]で用いる市販の酵素を用いた場合，酵素に添付されたマグネシウム入りPCR緩衝液2.5μL，酵素に添付されたdNTP(0.2mmol/L)，5′及び3′プライマー(0.4μmol/L)及びTaq DNAポリメラーゼ(1.25units)を含む液に，10ng/μLに調製したDNA試料液5μL(DNAとして50ng)を氷中で加え，全量が25μLで反応を行うのが適当である．なお，ビャクジュツ中のソウジュツに関する純度試験を実施する場合，プライマー対は，前述の論文[*J. Nat. Med.* 60, 149-156 (2006)]で示されたC，D(Cは，*A. lancea*で陽性，Dは，*A. chinensis*で陽性)を使用するが，プライマー対A，Bを組み合わせて使用すると，それぞれの検体の基原種を確認することができる．また，DNAが正しく抽出されていることを確認するため，以下の陽性対照プライマー対を加えた反応液を調製するとともに，陰性対照として，調製したDNA試料液を加えないもの，それぞれのプライマー対を加えないものも調製し，同時にPCRを行う必要がある．

Pf : 5′-CAT TGT CGA AGC CTG CAC AGC A-3′

Pr : 5′-CGA TGC GTG AGC CGA GAT ATC C-3′

PCR反応は，以下の条件で行う．95℃に10分間保ち反応を開始させた後，95℃ 0.5分間，68℃(プライマー対Cを用いる場合のみ69℃)0.75分間を1サイクルとして，30サイクルのPCR増幅，次に終了反応として72℃で7分間保った後，4℃で保存し，得られた反応液をPCR増幅反応液とする．

3.1.4.　アガロースゲル電気泳動とPCR産物の検出

反応終了後，PCR増幅反応液5μLを，適当量のゲルローディング緩衝液と混合し，2w/v%アガロースゲルのウェルに添加し，1倍TAE緩衝液(参考情報，遺伝子解析による微生物の迅速同定法参照)を用いて電気泳動を行う．この際，適当なDNA分子量標準も並行して泳動する．ゲルローディング緩衝液に含まれるブロモフェノールブルー色素がゲルの1／2から2／3まで進んだところで電気泳動を終了する．

泳動後，事前にエチジウムブロミドにより染色されているゲルを用いていない場合，ゲルを後染色する．ゲルイメージ解析装置に，電気泳動と染色が終了したゲルをのせ，紫外線(312 nm)を照射し，電気泳動パターンを確認する．DNA分子量標準と比較して，目的の増幅バンドの有無を判定する．

3.2.　結果の判定

まず陽性対照プライマー対を加えた反応液で305bpのバンドが確認され，プライマー対を加えないもの，DNA試料液を加えないものでバンドが確認されないことを確かめる．次に，Cプライマー対を加えたもので226bpのバンド，あるいはDプライマー対を加えたもので200bpのバンドが確認された場合，試料はソウジュツと判定され(刻み生薬の場合は，ソウジュツの混入が認められ)，不合格となる．陽性対照プライマー対を加えたもので305bpのバンドが確認され，プライマー対を加えないもの，DNA試料液を加えないものでバンドが確認されず，Cプライマー対で226bpのバンド，Dプライマー対で200bpのバンドが確認されない場合，試料はソウジュツではない(刻み生薬の場合は，ソウジュツの混入がない)と判定され，純度試験は合格となる．また，陽性対照プライマー対でバンドが確認されない場合は，DNAの抽出が失敗したものと考えられるので，DNAの抽出からやり直すことが求められる．また，プライマー対を加えないもの，DNA試料液を加えないものでバンドが確認された場合は，PCR操作に間違いがあったものとして，「3.1.3.PCR」から実験をやり直すことになる．

4.　方法２(PCR-Restriction Fragment Length Polymorphism法)

本法は，一般にPCR-Restriction Fragment Length Polymorphism (RFLP) 法と呼ばれる方法であり，対象植物のDNA配列に共通のプライマー対を用いて増幅したPCR産物に対して，種特異的な配列を認識する制限酵素による消化反応を行い，生成するDNA断片のパターンを観察することにより，検体由来の鋳型DNAの塩基配列情報を得る方法である．

試験は，各ロット，25個体に番号を付し，各個体別にPCR-RFLPによる基原種鑑別を行い，若い番号から順に，鑑別可能な20個体中に不適合試料が幾つ存在するかで，純度試験の合否判定を行う．

4.1.　操作法

以下に操作の一例を示す．

4.1.1.　鋳型DNAの調製

試料からのDNAの抽出精製法には様々な方法があるが，有害試薬を用いず，煩雑な精製操作が不要である利点を考慮すれば，市販のDNA抽出キットを用いることが推奨される．近年では，検体由来のPCR酵素阻害物質の作用を抑える働きを有するPCR試薬が市販されており，このような試薬を利用する場合，検体からの鋳型DNAの調製は，DNA抽出試薬によるインキュベーション操作のみで良い．試験実施者の利便性を考え，ここでは，このようなPCR試薬を用いる場合のDNA調製法を示す．

検体20mgを清潔なナイフで刻み，細片化し，DNA抽出用試薬400μLを加え，55°C，一晩(16～18時間)インキュベーションする．終了後，95°C，5分間加温し，試薬中の酵素を失活させる．検体が沈殿するまで，遠心を行い，上清50μLを分取し，鋳型DNA溶液とする．なお，この方法で調製したDNA溶液は，検体由来の多くの夾雑物を含んでおり，OD_{260nm}に基づく濃度測定は，適用できない．

DNA抽出用試薬の組成は，下記のとおりである．

2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール・塩酸(pH8.0)	20mmol/L
エチレンジアミン四酢酸	5mmol/L
塩化ナトリウム	400mmol/L
ドデシル硫酸ナトリウム	0.3%
Proteinase K	200μg/mL

4.1.2.　PCR

論文[2)]で示されたPCR酵素及びPCR試薬を用いた場合，2倍濃縮PCR試薬10.0μL，5′及び3′プライマー(0.5μmol/L)及びTaq DNAポリメラーゼ(0.5units)を含む液に，鋳型DNA溶液0.5μL

を氷中で加え，全量が20μLで反応を行うのが適当である．

PCR反応は，以下の条件で行う．95℃に10分間保ち反応を開始させた後，95℃ 0.5分間，65℃ 0.25分間，72°C 0.25分間を1サイクルとして，40サイクルのPCR増幅，次に終了反応として72℃で7分間保った後，4℃で保存し，得られた反応液をPCR増幅反応液とする．PCR反応の際には，陰性対照(鋳型DNA溶液の代わりに水)を必ず置く．各プライマーの配列は，下記のとおりである．

5′－プライマー：5′-GGC ACA ACA CGT GCC AAG GAA AA-3′

3′－プライマー：5′-CGA TGC GTG AGC CGA GAT ATC C-3′

4.1.3. 制限酵素処理

2種の制限酵素，*Fau*Iと*Msp*Iを用い，それぞれ，個別に処理する．*Fau*Iについては，酵素に添付の反応緩衝液及び1.0unitsの酵素からなる反応液にPCR産物3.0μLを氷中で加え，全量を15.0μLとする．同様に，*Msp*Iでは，反応緩衝液及び20.0unitsの酵素からなる反応液にPCR産物3.0μLを加え，全量を15.0μLとする．これらの反応液をメーカー推奨の温度条件で，2時間インキュベーションし，終了後，72°Cで10分間加温し，酵素を失活させる．PCR反応における陰性対照試料についても，制限酵素処理を行う．

4.1.4. アガロースゲル電気泳動とDNA断片の検出

制限酵素反応終了後，反応液全量を，適当量のゲルローディング緩衝液と混合し，4w/v%アガロースゲルのウェルに添加し，1倍TAE緩衝液(参考情報，遺伝子解析による微生物の迅速同定法参照)を用いて電気泳動を行う．この際，適当なDNA分子量標準も並行して泳動する．ゲルローディング緩衝液に含まれるブロモフェノールブルー色素がウェルより2cm程度進んだところで電気泳動を終了する．4w/v%アガロースゲルは，粘度が高く，調製，取り扱いが難しいことから，市販のプレキャスト型ゲルを使用した方が良い．

泳動後，事前にエチジウムブロミドにより染色されているゲルを用いていない場合，ゲルを後染色する．ゲルイメージ解析装置に，電気泳動と染色が終了したゲルをのせ，紫外線(312nm)を照射し，電気泳動パターンを確認する．

4.2. 結果の判定

4.2.1. 各個体の判定

PCR反応の際の陰性対照試料にプライマーダイマー(約40bp)を除くバンドが検出されないことを確認する．次に，*Fau*I処理した各検体において，約80bp及び60bpのバンドが検出される場合，あるいは，*Msp*I処理した各検体において，約90bp及び50bpのバンドが検出される場合，このものは，ソウジュツと判断する．いずれの酵素処理においても，約140bpのバンド及びプライマーダイマーの他にバンドを認めない場合，このものは，ビャクジュツと判断する．いずれの反応液においても，プライマーダイマーの他にバンドを認めない場合，その検体からは，PCR産物が得られていないと判断し，判定不能とする．

4.2.2. 純度試験の判定

各個体の判定結果を用いて，純度試験の判定を行う．判定不能と判断された個体を除き，若い番号順に20個体の結果を用いる．20個体中，ソウジュツと判断される個体がなければ，純度試験合格とする．20個体中，ソウジュツと判断される個体が1個体存在する場合，新たに25個体を選び，同様の試験を行い，ソウジュツと判断される個体がなければ，合格とする．2度目の試験においてもソウジュツと判断される個体が見出される場合及び1度目の試験において，ソウジュツと判断される個体が二つ以上見出される場合は，純度試験不合格とする．

5. 参考資料

1) Y. Guo, et al., J. Nat. Med. 60, 149-156 (2006).

2) K. Kondo, et al., J. Jpn. Bot. 84, 356-359 (2009).

3) 平成13年3月，食発第110号，一部改正，平成18年6月，食安発第0629002号2.2.1.2.

4) 平成18年6月，食安発第0629002号2.1.3.1.1.

日本薬局方収載生薬の学名表記について

日本薬局方収載生薬の基原植物及び基原動物の学名表記法は，論文等で使用される分類学的に用いられる学名表記と若干異なっている．これは，主に局方が学術書ではなく法令であるために生じる問題である．局方での学名の表記と，分類学的に通常使用される学名表記との不一致について，局方利用者の誤解を避ける目的で，本表に，局方で表記した学名と分類学的に通常使用される学名表記との関係を示す．

日本薬局方の学名表記と分類学的に用いられる学名表記

生薬名	日本薬局方の学名表記 ＝分類学的に用いられている学名表記 日本薬局方の学名表記とは異なるが分類学的に同一あるいは同一とみなされることがあるもの及び収載種に含まれる代表的な下位分類群．*印のあるものは，日本薬局方で併記されているもの．	科名
アカメガシワ	アカメガシワ *Mallotus japonicus* Mueller Argoviensis ＝*Mallotus japonicus* (Thunb.) Müll. Arg.	*Euphorbiaceae* トウダイグサ科
アセンヤク	*Uncaria gambir* Roxburgh ＝*Uncaria gambir* (Hunter) Roxb.	*Rubiaceae* アカネ科
アマチャ	アマチャ *Hydrangea macrophylla* Seringe var. *thunbergii* Makino ＝*Hydrangea macrophylla* (Thunb.) Ser. var. *thunbergii* (Siebold) Makino	*Saxifragaceae* ユキノシタ科
アラビアゴム	*Acacia senegal* Willdenow ＝*Acacia senegal* (L.) Willd.	*Leguminosae* マメ科
	その他同属植物	
アロエ	*Aloe ferox* Miller ＝*Aloe ferox* Mill.	*Liliaceae* ユリ科
	Aloe ferox Miller と *Aloe africana* Miller との雑種 *Aloe africana* Miller ＝*Aloe africana* Mill.	
	Aloe ferox Miller と *Aloe spicata* Baker との雑種	
アンソッコウ	*Styrax benzoin* Dryander ＝*Styrax benzoin* Dryand.	*Styracaceae* エゴノキ科
	その他同属植物	
イレイセン	サキシマボタンヅル *Clematis chinensis* Osbeck	*Ranunculaceae* キンポウゲ科
	Clematis mandshurica Ruprecht ＝*Clematis mandshurica* Rupr.	
	Clematis hexapetala Pallas ＝*Clematis hexapetala* Pall.	
インチンコウ	カワラヨモギ *Artemisia capillaris* Thunberg ＝*Artemisia capillaris* Thunb.	*Compositae* キク科
インヨウカク	*Epimedium pubescens* Maximowicz ＝*Epimedium pubescens* Maxim.	*Berberidaceae* メギ科
	Epimedium brevicornu Maximowicz ＝*Epimedium brevicornu* Maxim.	
	Epimedium wushanense T. S. Ying	
	ホザキイカリソウ *Epimedium sagittatum* Maximowicz ＝*Epimedium sagittatum* (Siebold & Zucc.) Maxim.	
	キバナイカリソウ *Epimedium koreanum* Nakai	
	イカリソウ *Epimedium grandiflorum* Morren var. *thunbergianum* Nakai ＝*Epimedium grandiflorum* Morr. var. *thunbergianum* (Miq.) Nakai	
	トキワイカリソウ *Epimedium sempervirens* Nakai	
ウイキョウ	ウイキョウ *Foeniculum vulgare* Miller ＝*Foeniculum vulgare* Mill.	*Umbelliferae* セリ科
ウイキョウ油	ウイキョウ *Foeniculum vulgare* Miller ＝*Foeniculum vulgare* Mill.	*Umbelliferae* セリ科
	Illicium verum Hooker filius ＝*Illicium verum* Hook. f.	*Illiciaceae* シキミ科
ウコン	ウコン *Curcuma longa* Linné ＝*Curcuma longa* L.	*Zingiberaceae* ショウガ科
ウヤク	テンダイウヤク *Lindera strychnifolia* Fernandez-Villar ＝*Lindera strychnifolia* (Siebold & Zucc.) Fern.-Vill. *Lindera aggregata* (Sims) Kosterm.	*Lauraceae* クスノキ科
ウワウルシ	クマコケモモ *Arctostaphylos uva-ursi* Sprengel ＝*Arctostaphylos uva-ursi* (L.) Spreng.	*Ericaceae* ツツジ科
エイジツ	ノイバラ *Rosa multiflora* Thunberg ＝*Rosa multiflora* Thunb.	*Rosaceae* バラ科

エンゴサク	*Corydalis turtschaninovii* Besser forma *yanhusuo* Y. H. Chou et C. C. Hsu ＝*Corydalis turtschaninovii* Besser f. *yanhusuo* (W. T. Wang) Y. H. Chou & C. C. Hsu *Corydalis yanhusuo* W. T. Wang	*Papaveraceae* ケシ科
オウギ	キバナオウギ *Astragalus membranaceus* Bunge ＝*Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge	*Leguminosae* マメ科
	Astragalus mongholicus Bunge *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge var. *mongholicus* (Bunge) Hsiao	
オウゴン	コガネバナ *Scutellaria baicalensis* Georgi	*Labiatae* シソ科
オウセイ	ナルコユリ *Polygonatum falcatum* A. Gray	*Liliaceae* ユリ科
	カギクルマバナルコユリ *Polygonatum sibiricum* Redouté	
	Polygonatum kingianum Collett et Hemsley ＝*Polygonatum kingianum* Collett & Hemsl.	
	Polygonatum cyrtonema Hua	
オウバク	キハダ *Phellodendron amurense* Ruprecht ＝*Phellodendron amurense* Rupr.	*Rutaceae* ミカン科
	ヒロハキハダ *Phellodendron amurense* Rupr. var. *sachalinense* F. Schmidt オオバノキハダ *Phellodendron amurense* Rupr. var. *japonicum* (Maxim.) Ohwi ミヤマキハダ *Phellodendron amurense* Rupr. var. *lavallei* (Dode) Sprangue	
	Phellodendron chinense Schneider ＝*Phellodendron chinense* C. K. Schneid.	
オウレン	オウレン *Coptis japonica* Makino ＝*Coptis japonica* (Thunb.) Makino	*Ranunculaceae* キンポウゲ科
	セリバオウレン *Coptis japonica* (Thunb.) Makino var. *dissecta* (Yatabe) Nakai キクバオウレン *Coptis japonica* (Thunb.) Makino var. *japonica* コセリバオウレン *Coptis japonica* (Thunb.) Makino var. *major* (Miq.) Satake	
	Coptis chinensis Franchet ＝*Coptis chinensis* Franch.	
	Coptis deltoidea C. Y. Cheng et Hsiao	
	Coptis teeta Wallich ＝*Coptis teeta* Wall.	
オンジ	イトヒメハギ *Polygala tenuifolia* Willdenow ＝*Polygala tenuifolia* Willd.	*Polygalaceae* ヒメハギ科
カゴソウ	ウツボグサ *Prunella vulgaris* Linné var. *lilacina* Nakai ＝*Prunella vulgaris* L. var. *lilacina* Nakai	*Labiatae* シソ科
カシュウ	ツルドクダミ *Polygonum multiflorum* Thunberg ＝*Polygonum multiflorum* Thunb.	*Polygonaceae* タデ科
ガジュツ	ガジュツ *Curcuma zedoaria* Roscoe	*Zingiberaceae* ショウガ科
カッコウ	*Pogostemon cablin* Bentham ＝*Pogostemon cablin* (Blanco) Benth.	*Labiatae* シソ科
カッコン	クズ *Pueraria lobata* Ohwi ＝*Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi	*Leguminosae* マメ科
カノコソウ	カノコソウ *Valeriana fauriei* Briquet ＝*Valeriana fauriei* Briq.	*Valerianaceae* オミナエシ科
	エゾカノコソウ *Valeriana fauriei* Briq. f. *yezoensis* Hara	
カロコン	*Trichosanthes kirilowii* Maximowicz ＝*Trichosanthes kirilowii* Maxim.	*Cucurbitaceae* ウリ科
	キカラスウリ *Trichosanthes kirilowii* Maximowicz var. *japonicum* Kitamura ＝*Trichosanthes kirilowii* Maxim. var. *japonicum* (Miq.) Kitam.	
	オオカラスウリ *Trichosanthes bracteata* Voigt ＝*Trichosanthes bracteata* (Lam.) Voigt	
カンキョウ	ショウガ *Zingiber officinale* Roscoe	*Zingiberaceae* ショウガ科
カンゾウ	*Glycyrrhiza uralensis* Fischer ＝*Glycyrrhiza uralensis* Fisch.	*Leguminosae* マメ科
	Glycyrrhiza glabra Linné ＝*Glycyrrhiza glabra* L.	
カンテン	マクサ(テングサ) *Gelidium elegans* Kuetzing	*Gelidiaceae* テングサ科
	その他同属植物	
	諸種紅そう類	
キキョウ	キキョウ *Platycodon grandiflorum* A. De Candolle ＝*Platycodon grandiflorum* (Jacq.) A. DC.	*Campanulaceae* キキョウ科
キクカ	キク *Chrysanthemum morifolium* Ramatuelle ＝*Chrysanthemum morifolium* Ramat.	*Compositae* キク科
	シマカンギク *Chrysanthemum indicum* Linné ＝*Chrysanthemum indicum* L.	

キササゲ	キササゲ *Catalpa ovata* G. Don	*Bignoniaceae* ノウゼンカズラ科
	Catalpa bungei C. A. Meyer ＝*Catalpa bungei* C. A. Mey.	
キジツ	ダイダイ *Citrus aurantium* Linné var. *daidai* Makino ＝*Citrus aurantium* L. var. *daidai* Makino	*Rutaceae* ミカン科
	Citrus aurantium L. 'Daidai'	
	ナツミカン *Citrus natsudaidai* Hayata	
	Citrus aurantium Linné ＝*Citrus aurantium* L.	
	ハッサク *Citrus aurantium* L. subsp. *hassaku* (Tanaka) Hiroe *Citrus hassaku* hort. ex Tanaka	
キョウカツ	*Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang	*Umbelliferae* セリ科
	Notopterygium forbesii Boissieu	
キョウニン	ホンアンズ *Prunus armeniaca* Linné ＝*Prunus armeniaca* L.	*Rosaceae* バラ科
	アンズ *Prunus armeniaca* Linné var. *ansu* Maximowicz ＝*Prunus armeniaca* L. var. *ansu* Maxim.	
	Prunus sibirica Linné ＝*Prunus sibirica* L.	
クコシ	クコ *Lycium chinense* Miller ＝*Lycium chinense* Mill.	*Solanaceae* ナス科
	Lycium barbarum Linné ＝*Lycium barbarum* L.	
クジン	クララ *Sophora flavescens* Aiton	*Leguminosae* マメ科
ケイガイ	ケイガイ *Schizonepeta tenuifolia* Briquet ＝*Schizonepeta tenuifolia* Briq.	*Labiatae* シソ科
ケイヒ	*Cinnamomum cassia* Blume	*Lauraceae* クスノキ科
ケイヒ油	*Cinnamomum cassia* Blume	*Lauraceae* クスノキ科
	Cinnamomum zeylanicum Nees	
ケツメイシ	エビスグサ *Cassia obtusifolia* Linné ＝*Cassia obtusifolia* L.	*Leguminosae* マメ科
	Cassia tora Linné ＝*Cassia tora* L.	
ケンゴシ	アサガオ *Pharbitis nil* Choisy ＝*Pharbitis nil* (L.) Choisy	*Convolvulaceae* ヒルガオ科
ゲンチアナ	*Gentiana lutea* Linné ＝*Gentiana lutea* L.	*Gentianaceae* リンドウ科
ゲンノショウコ	ゲンノショウコ *Geranium thunbergii* Siebold et Zuccarini ＝*Geranium thunbergii* Siebold & Zucc.	*Geraniaceae* フウロソウ科
コウイ	トウモロコシ *Zea mays* Linné ＝*Zea mays* L.	*Gramineae* イネ科
	キャッサバ *Manihot esculenta* Crantz	*Euphorbiacaea* トウダイグサ科
	ジャガイモ *Solanum tuberosum* Linné ＝*Solanum tuberosum* L.	*Solanaceae* ナス科
	サツマイモ *Ipomoea batatas* Poiret ＝*Ipomoea batatas* (L.) Poir.	*Convolvulaceae* ヒルガオ科
	Ipomoea batatas (L.) Lam.	
	イネ *Oryza sativa* Linné ＝*Oryza sativa* L.	*Gramineae* イネ科
コウカ	ベニバナ *Carthamus tinctorius* Linné ＝*Carthamus tinctorius* L.	*Compositae* キク科
コウジン	オタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer ＝*Panax ginseng* C. A. Mey.	*Araliaceae* ウコギ科
	* *Panax schinseng* Nees	
コウブシ	ハマズゲ *Cyperus rotundus* Linné ＝*Cyperus rotundus* L.	*Cyperaceae* カヤツリグサ科
コウベイ	イネ *Oryza sativa* Linné ＝*Oryza sativa* L.	*Gramineae* イネ科

コウボク	ホオノキ *Magnolia obovata* Thunberg ＝*Magnolia obovata* Thunb.	*Magnoliaceae* モクレン科
	* *Magnolia hypoleuca* Siebold et Zuccarini ＝*Magnolia hypoleuca* Siebold & Zucc.	
	Magnolia officinalis Rehder et Wilson ＝*Magnolia officinalis* Rehder & E. H. Wilson	
	Magnolia officinalis Rehder et Wilson var. *biloba* Rehder et Wilson ＝*Magnolia officinalis* Rehder & E. H. Wilson var. *biloba* Rehder & E. H. Wilson	
ゴオウ	ウシ *Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin ＝*Bos taurus* L. var. *domesticus* Gmelin	*Bovidae* ウシ科
ゴシツ	ヒナタイノコズチ *Achyranthes fauriei* Leveille et Vaniot ＝*Achyranthes fauriei* H. Lev. & Vaniot	*Amaranthaceae* ヒユ科
	Achyranthes bidentata Blume	
ゴシュユ	ゴシュユ *Euodia ruticarpa* Hooker filius et Thomson ＝*Euodia ruticarpa* (A. Juss.) Hook. f. & Thomson	*Rutaceae* ミカン科
	* *Evodia rutaecarpa* Bentham ＝*Evodia rutaecarpa* (A. Juss.) Benth. *Tetradium ruticarpum* (A. Juss.) Hartley	
	Euodia officinalis Dode	
	* *Evodia officinalis* Dode *Evodia rutaecarpa* (A. Juss.) Benth. var. *officinalis* (Dode) Huang	
	Euodia bodinieri Dode	
	* *Evodia bodinieri* Dode *Evodia rutaecarpa* (A. Juss.) Benth. var. *bodinieri* (Dode) Huang	
ゴボウシ	ゴボウ *Arctium lappa* Linné ＝*Arctium lappa* L.	*Compositae* キク科
ゴマ	ゴマ *Sesamum indicum* Linné ＝*Sesamum indicum* L.	*Pedaliaceae* ゴマ科
ゴミシ	チョウセンゴミシ *Schisandra chinensis* Baillon ＝*Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill.	*Schisandraceae* マツブサ科
コロンボ	*Jateorhiza columba* Miers	*Menispermaceae* ツヅラフジ科
コンズランゴ	*Marsdenia cundurango* Reichenbach filius ＝*Marsdenia cundurango* Rchb. f.	*Asclepiadaceae* ガガイモ科
サイコ	ミシマサイコ *Bupleurum falcatum* Linné ＝*Bupleurum falcatum* L.	*Umbelliferae* セリ科
	Bupleurum chinense DC. *Bupleurum scorzonerifolium* Willd.	
サイシン	ウスバサイシン *Asiasarum sieboldii* F. Maekawa ＝*Asiasarum sieboldii* (Miq.) F. Maek.	*Aristolochiaceae* ウマノスズクサ科
	Asarum sieboldii Miq.	
	ウスゲサイシン *Asarum sieboldii* Miq. var. *seoulense* Nakai	
	ケイリンサイシン *Asiasarum heterotropoides* F. Maekawa var. *mandshuricum* F. Maekawa ＝*Asiasarum heterotropoides* (F. Schmidt) F. Maek. var. *mandshuricum* (Maxim.) F. Maek.	
	Asarum heterotropoides F. Schmidt var. *mandshuricum* (Maxim.) Kitag.	
サフラン	サフラン *Crocus sativus* Linné ＝*Crocus sativus* L.	*Iridaceae* アヤメ科
サンキライ	*Smilax glabra* Roxburgh ＝*Smilax glabra* Roxb.	*Liliaceae* ユリ科
サンザシ	サンザシ *Crataegus cuneata* Siebold et Zuccarini ＝*Crataegus cuneata* Siebold & Zucc.	*Rosaceae* バラ科
	オオミサンザシ *Crataegus pinnatifida* Bunge var. *major* N. E. Brown ＝*Crataegus pinnatifida* Bunge var. *major* N. E. Br.	
サンシシ	クチナシ *Gardenia jasminoides* Ellis	*Rubiaceae* アカネ科
	Gardenia jasminoides Ellis f. *longicarpa* Z. W. Xie & Okada	
サンシュユ	サンシュユ *Cornus officinalis* Siebold et Zuccarini ＝*Cornus officinalis* Siebold & Zucc.	*Cornaceae* ミズキ科
サンショウ	サンショウ *Zanthoxylum piperitum* De Candolle ＝*Zanthoxylum piperitum* (L.) DC.	*Rutaceae* ミカン科
	アサクラザンショウ *Zanthoxylum piperitum* (L.) DC. f. *inerme* Makino	
サンソウニン	サネブトナツメ *Zizyphus jujuba* Miller var. *spinosa* Hu ex H. F. Chou ＝*Zizyphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou	*Rhamnaceae* クロウメモドキ科

サンヤク	ヤマノイモ *Dioscorea japonica* Thunberg ＝*Dioscorea japonica* Thunb.	*Dioscoreaceae* ヤマノイモ科
	ナガイモ *Dioscorea batatas* Decaisne ＝*Dioscorea batatas* Decne.	
	Dioscorea opposita Thunb.	
ジオウ	アカヤジオウ *Rehmannia glutinosa* Liboschitz var. *purpurea* Makino ＝*Rehmannia glutinosa* Libosch. var. *purpurea* Makino	*Scrophulariaceae* ゴマノハグサ科
	Rehmannia glutinosa Liboschitz ＝*Rehmannia glutinosa* Libosch.	
シゴカ	エゾウコギ *Eleutherococcus senticosus* Maximowicz ＝*Eleutherococcus senticosus* (Rupr. & Maxim.) Maxim.	*Araliaceae* ウコギ科
	* *Acanthopanax senticosus* Harms ＝*Acanthopanax senticosus* (Rupr. & Maxim.) Harms	
ジコッピ	クコ *Lycium chinense* Miller ＝*Lycium chinense* Mill.	*Solanaceae* ナス科
	Lycium barbarum Linné ＝*Lycium barbarum* L.	
シコン	ムラサキ *Lithospermum erythrorhizon* Siebold et Zuccarini ＝*Lithospermum erythrorhizon* Siebold & Zucc.	*Boraginaceae* ムラサキ科
シツリシ	ハマビシ *Tribulus terrestris* Linné ＝*Tribulus terrestris* L.	*Zygophyllaceae* ハマビシ科
シャクヤク	シャクヤク *Paeonia lactiflora* Pallas ＝*Paeonia lactiflora* Pall.	*Paeoniaceae* ボタン科
ジャショウシ	*Cnidium monnieri* Cusson ＝*Cnidium monnieri* (L.) Cusson	*Umbelliferae* セリ科
シャゼンシ	オオバコ *Plantago asiatica* Linné ＝*Plantago asiatica* L.	*Plantaginaceae* オオバコ科
シャゼンソウ	オオバコ *Plantago asiatica* Linné ＝*Plantago asiatica* L.	*Plantaginaceae* オオバコ科
ジュウヤク	ドクダミ *Houttuynia cordata* Thunberg ＝*Houttuynia cordata* Thunb.	*Saururaceae* ドクダミ科
シュクシャ	*Amomum xanthioides* Wallich ＝*Amomum xanthioides* Wall.	*Zingiberaceae* ショウガ科
	Amomum villosum Lour. var. *xanthioides* (Wall.) T. L. Wu & Senjen	
ショウキョウ	ショウガ *Zingiber officinale* Roscoe	*Zingiberaceae* ショウガ科
ショウズク	*Elettaria cardamomum* Maton	*Zingiberaceae* ショウガ科
ショウマ	サラシナショウマ *Cimicifuga simplex* Turczaninow ＝*Cimicifuga simplex* (DC.) Turcz.	*Ranunculaceae* キンポウゲ科
	Cimicifuga dahurica Maximowicz ＝*Cimicifuga dahurica* (Turcz.) Maxim.	
	Cimisifuga heracleifolia Komarov ＝*Cimisifuga heracleifolia* Kom.	
	Cimicifuga foetida Linné ＝*Cimicifuga foetida* L.	
シンイ	タムシバ *Magnolia salicifolia* Maximowicz ＝*Magnolia salicifolia* (Siebold & Zucc.) Maxim.	*Magnoliaceae* モクレン科
	コブシ *Magnolia kobus* De Candolle ＝*Magnolia kobus* DC.	
	Magnolia biondii Pampanini ＝*Magnolia biondii* Pamp.	
	Magnolia sprengeri Pampanini ＝*Magnolia sprengeri* Pamp.	
	ハクモクレン *Magnolia heptapeta* Dandy ＝*Magnolia heptapeta* (Buchoz) Dandy	
	* *Magnolia denudata* Desrousseaux ＝*Magnolia denudata* Desr.	
セネガ	セネガ *Polygala senega* Linné ＝*Polygala senega* L.	*Polygalaceae* ヒメハギ科
	ヒロハセネガ *Polygala senega* Linné var. *latifolia* Torrey et Gray ＝*Polygala senega* L. var. *latifolia* Torr. & A. Gray	
センキュウ	センキュウ *Cnidium officinale* Makino	*Umbelliferae* セリ科

ゼンコ	*Peucedanum praeruptorum* Dunn	*Umbelliferae* セリ科
	ノダケ *Angelica decursiva* Franchet et Savatier ＝*Angelica decursiva* (Miq.) Franch. & Sav.	
	* *Peucedanum decursivum* Maximowicz ＝*Peucedanum decursivum* (Miq.) Maxim.	
センコツ	コウホネ *Nuphar japonicum* De Candolle ＝*Nuphar japonicum* DC.	*Nymphaeaceae* スイレン科
センソ	シナヒキガエル *Bufo bufo gargarizans* Cantor	*Bufonidae* ヒキガエル科
	Bufo melanostictus Schneider	
センナ	*Cassia angustifolia* Vahl	*Leguminosae* マメ科
	Cassia acutifolia Delile	
センブリ	センブリ *Swertia japonica* Makino ＝*Swertia japonica* (Shult.) Makino	*Gentianaceae* リンドウ科
ソウジュツ	ホソバオケラ *Atractylodes lancea* De Candolle ＝*Atractylodes lancea* (Thunb.) DC.	*Compositae* キク科
	Atractylodes chinensis Koidzumi ＝*Atractylodes chinensis* (DC.) Koidz.	
	上記種の雑種	
ソウハクヒ	マグワ *Morus alba* Linné ＝*Morus alba* L.	*Moraceae* クワ科
ソボク	*Caesalpinia sappan* Linné ＝*Caesalpinia sappan* L.	*Leguminosae* マメ科
ソヨウ	シソ *Perilla frutescens* Britton var. *acuta* Kudo ＝*Perilla frutescens* (L.) Britton var. *acuta* (Thunb.) Kudo	*Labiatae* シソ科
	チリメンジソ *Perilla frutescens* Britton var. *crispa* Decaisne ＝*Perilla frutescens* (L.) Britton var. *crispa* (Thunb.) Decne.	
ダイオウ	*Rheum palmatum* Linné ＝*Rheum palmatum* L.	*Polygonaceae* タデ科
	Rheum tanguticum Maximowicz ＝*Rheum tanguticum* Maxim.	
	Rheum officinale Baillon ＝*Rheum officinale* Baill.	
	Rheum coreanum Nakai	
	上記種の種間雑種	
タイソウ	ナツメ *Zizyphus jujuba* Miller var. *inermis* Rehder ＝*Zizyphus jujuba* Mill. var. *inermis* (Bunge) Rehder	*Rhamnaceae* クロウメモドキ科
タクシャ	サジオモダカ *Alisma orientale* Juzepczuk ＝*Alisma orientale* (Sam.) Juz.	*Alismataceae* オモダカ科
	Alisma plantago-aquatica L. var. *orientale* Sam.	
チクセツニンジン	トチバニンジン *Panax japonicus* C. A. Meyer ＝*Panax japonicus* C. A. Mey.	*Araliaceae* ウコギ科
チモ	ハナスゲ *Anemarrhena asphodeloides* Bunge	*Liliaceae* ユリ科
チョウジ チョウジ油	チョウジ *Syzygium aromaticum* Merrill et Perry ＝*Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & M. L. Perry	*Myrtaceae* フトモモ科
	* *Eugenia caryophyllata* Thunberg ＝*Eugenia caryophyllata* Thunb. *Eugenia caryophyllus* (Spreng.) Bullock & S. G. Harrison	
チョウトウコウ	カギカズラ *Uncaria rhynchophylla* Miquel ＝*Uncaria rhynchophylla* (Miq.) Miq.	*Rubiaceae* アカネ科
	Uncaria sinensis Haviland ＝*Uncaria sinensis* (Oliv.) Havil.	
	Uncaria macrophylla Wallich ＝*Uncaria macrophylla* Wall.	
チョレイ	チョレイマイタケ *Polyporus umbellatus* Fries ＝*Polyporus umbellatus* (Pers.) Fries	*Polyporaceae* サルノコシカケ科
チンピ	ウンシュウミカン *Citrus unshiu* Marcowicz ＝*Citrus unshiu* (Swingle) Marcow.	*Rutaceae* ミカン科
	Citrus reticulata Blanco "Unshiu"	
	Citrus reticulata Blanco	
テンマ	オニノヤガラ *Gastrodia elata* Blume	*Orchidaceae* ラン科
テンモンドウ	クサスギカズラ *Asparagus cochinchinensis* Merrill ＝*Asparagus cochinchinensis* (Lour.) Merr.	*Liliaceae* ユリ科

トウガシ	トウガン *Benincasa cerifera* Savi	*Cucurbitaceae* ウリ科
	Benincasa hispida (Thunb.) Cogn.	
	Benincasa cerifera Savi forma *emarginata* K. Kimura et Sugiyama ＝*Benincasa cerifera* Savi f. *emarginata* K. Kimura & Sugiyama	
トウガラシ	トウガラシ *Capsicum annuum* Linné ＝*Capsicum annuum* L.	*Solanaceae* ナス科
トウキ	トウキ *Angelica acutiloba* Kitagawa ＝*Angelica acutiloba* (Siebold & Zucc.) Kitag.	*Umbelliferae* セリ科
	ホッカイトウキ *Angelica acutiloba* Kitagawa var. *sugiyamae* Hikino ＝*Angelica acutiloba* (Siebold & Zucc.) Kitag. var. *sugiyamae* Hikino	
トウニン	モモ *Prunus persica* Batsch ＝*Prunus persica* (L.) Batsch	*Rosaceae* バラ科
	Prunus persica Batsch var. *davidiana* Maximowicz ＝*Prunus persica* (L.) Batsch var. *davidiana* (Carrière) Maxim.	
	Prunus davidiana (Carrière) Franch.	
トウヒ	*Citrus aurantium* Linné ＝*Citrus aurantium* L.	*Rutaceae* ミカン科
	ダイダイ *Citrus aurantium* Linné var. *daidai* Makino ＝*Citrus aurantium* L. var. *daidai* Makino	
	Citrus aurantium L. 'Daidai'	
ドクカツ	ウド *Aralia cordata* Thunberg ＝*Aralia cordata* Thunb.	*Araliaceae* ウコギ科
トコン	*Cephaelis ipecacuanha* A. Richard ＝*Cephaelis ipecacuanha* (Brot.) A. Rich.	*Rubiaceae* アカネ科
	Cephaelis acuminata Karsten ＝*Cephaelis acuminata* H. Karst.	
トチュウ	トチュウ *Eucommia ulmoides* Oliver ＝*Eucommia ulmoides* Oliv.	*Eucommiaceae* トチュウ科
トラガント	*Astragalus gummifer* Labillardiére ＝*Astragalus gummifer* Labill.	*Leguminosae* マメ科
ニガキ	ニガキ *Picrasma quassioides* Bennet ＝*Picrasma quassioides* (D. Don) Benn.	*Simaroubaceae* ニガキ科
ニクズク	ニクズク *Myristica fragrans* Houttuyn ＝*Myristica fragrans* Houtt.	*Myristicaceae* ニクズク科
ニンジン	オタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer ＝*Panax ginseng* C. A. Mey.	*Araliaceae* ウコギ科
	* *Panax schinseng* Nees	
ニンドウ	スイカズラ *Lonicera japonica* Thunberg ＝*Lonicera japonica* Thunb.	*Caprifoliaceae* スイカズラ科
バイモ	アミガサユリ *Fritillaria verticillata* Willdenow var. *thunbergii* Baker ＝*Fritillaria verticillata* Willd. var. *thunbergii* (Miq.) Baker	*Liliaceae* ユリ科
	Fritillaria thunbergii Miq.	
バクモンドウ	ジャノヒゲ *Ophiopogon japonicus* Ker-Gawler ＝*Ophiopogon japonicus* (L. f.) Ker Gawl.	*Liliaceae* ユリ科
ハチミツ	ヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné ＝*Apis mellifera* L.	*Apidae* ミツバチ科
	トウヨウミツバチ *Apis cerana* Fabricius	
ハッカ ハッカ油	ハッカ *Mentha arvensis* Linné var. *piperascens* Malinvaud ＝*Mentha arvensis* L. var. *piperascens* Malinv.	*Labiatae* シソ科
	Mentha haplocalyx Briq.	
	ハッカ *Mentha arvensis* L. var. *piperascens* Malinv. を母種とする交配種	
ハマボウフウ	ハマボウフウ *Glehnia littoralis* Fr.Schmidt ex Miquel ＝*Glehnia littoralis* F. Schmidt ex Miq.	*Umbelliferae* セリ科
ハンゲ	カラスビシャク *Pinellia ternata* Breitenbach ＝*Pinellia ternata* (Thunb.) Breitenb.	*Araceae* サトイモ科
ビャクゴウ	オニユリ *Lilium lancifolium* Thunberg ＝*Lilium lancifolium* Thunb.	*Liliaceae* ユリ科
	ハカタユリ *Lilium brownii* F. E. Brown var. *colchesteri* Wilson ＝*Lilium brownii* F. E. Br. var. *colchesteri* (Van Houtte) E. H. Wilson ex Elwes	
	Lilium brownii F. E. Brown var. *viridulum* Baker	
	Lilium brownii F. E. Brown ＝*Lilium brownii* F. E. Br.	
	Lilium pumilum De Candolle ＝*Lilium pumilum* DC.	
ビャクシ	ヨロイグサ *Angelica dahurica* Bentham et Hooker filius ex Franchet et Savatier ＝*Angelica dahurica* (Hoffm.) Benth. & Hook. f. ex Franch. & Sav.	*Umbelliferae* セリ科

ビャクジュツ	オケラ *Atractylodes japonica* Koidzumi ex Kitamura ＝*Atractylodes japonica* Koidz. ex Kitam.	*Compositae* キク科
	オオバナオケラ *Atractylodes macrocephala* Koidzumi ＝*Atractylodes macrocephala* Koidz.	
	* *Atractylodes ovata* De Candolle ＝*Atractylodes ovata* (Thunb.) DC.	
ビワヨウ	ビワ *Eriobotrya japonica* Lindley ＝*Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl.	*Rosaceae* バラ科
ビンロウジ	ビンロウ *Areca catechu* Linné ＝*Areca catechu* L.	*Palmae* ヤシ科
ブクリョウ	マツホド *Wolfiporia cocos* Ryvarden et Gilbertson ＝*Wolfiporia cocos* (Schw.) Ryv. & Gilbn.	*Polyporaceae* サルノコシカケ科
	* *Poria cocos* Wolf ＝*Poria cocos* (Schw.) Wolf	
ブシ	ハナトリカブト *Aconitum carmichaeli* Debeaux	*Ranunculaceae* キンポウゲ科
	オクトリカブト *Aconitum japonicum* Thunberg ＝*Aconitum japonicum* Thunb.	
ベラドンナコン	*Atropa belladonna* Linné ＝*Atropa belladonna* L.	*Solanaceae* ナス科
ヘンズ	フジマメ *Dolichos lablab* Linné ＝*Dolichos lablab* L.	*Leguminosae* マメ科
ボウイ	オオツヅラフジ *Sinomenium acutum* Rehder et Wilson ＝*Sinomenium acutum* (Thunb.) Rehder & E. H. Wilson	*Menispermaceae* ツヅラフジ科
ボウコン	チガヤ *Imperata cylindrica* Beauvois ＝*Imperata cylindrica* (L.) P. Beauv.	*Gramineae* イネ科
	Imperata cylindrica (L.) P. Beauv. var. *major* (Nees) C. E. Hubb.	
ボウフウ	*Saposhnikovia divaricata* Schischkin ＝*Saposhnikovia divaricata* (Turcz.) Schischk.	*Umbelliferae* セリ科
ボクソク	クヌギ *Quercus acutissima* Carruthers ＝*Quercus acutissima* Carruth.	*Fagaceae* ブナ科
	コナラ *Quercus serrata* Murray	
	ミズナラ *Quercus mongholica* Fischer ex Ledebour var. *crispula* Ohashi ＝*Quercus mongholica* Fisch. ex Ledeb. var. *crispula* (Blume) Ohashi	
	アベマキ *Quercus variabilis* Blume	
ボタンピ	ボタン *Paeonia suffruticosa* Andrews	*Paeoniaceae* ボタン科
	* *Paeonia moutan* Sims	
ホミカ	*Strychnos nux-vomica* Linné ＝*Strychnos nux-vomica* L.	*Loganiaceae* マチン科
ボレイ	カキ *Ostrea gigas* Thunberg ＝*Ostrea gigas* Thunb.	*Ostreidae* イボタガキ科
マオウ	*Ephedra sinica* Stapf	*Ephedraceae* マオウ科
	Ephedra intermedia Schrenk et C. A. Meyer ＝*Ephedra intermedia* Schrenk & C. A. Mey.	
	Ephedra equisetina Bunge	
マクリ	マクリ *Digenea simplex* C. Agardh ＝*Digenea simplex* (Wulfen) C. Agardh	*Rhodomelaceae* フジマツモ科
マシニン	アサ *Cannabis sativa* Linné ＝*Cannabis sativa* L.	*Moracea* クワ科
モクツウ	アケビ *Akebia quinata* Decaisne ＝*Akebia quinata* (Thunb. ex Houtt.) Decne.	*Lardizabalaceae* アケビ科
	ミツバアケビ *Akebia trifoliata* Koidzumi ＝*Akebia trifoliata* (Thunb.) Koidz.	
モッコウ	*Saussurea lappa* Clarke ＝*Saussurea lappa* (Decne.) C. B. Clarke	*Compositae* キク科
	Aucklandia lappa Decne.	
ヤクチ	*Alpinia oxyphylla* Miquel ＝*Alpinia oxyphylla* Miq.	*Zingiberaceae* ショウガ科
ヤクモソウ	メハジキ *Leonurus japonicus* Houttuyn ＝*Leonurus japonicus* Houtt.	*Labiatae* シソ科
	Leonurus sibiricus Linné ＝*Leonurus sibiricus* L.	
ユウタン	*Ursus arctos* Linné ＝*Ursus arctos* L.	*Ursidae* クマ科
	その他近縁動物	
ヨクイニン	ハトムギ *Coix lacryma-jobi* Linné var. *mayuen* Stapf ＝*Coix lacryma-jobi* L. var. *mayuen* (Rom. Caill.) Stapf	*Gramineae* イネ科

リュウガンニク	リュウガン *Euphoria longana* Lamarck ＝*Euphoria longana* Lam. *Dimocarpus longan* Lour.	*Sapindaceae* ムクロジ科
リュウタン	トウリンドウ *Gentiana scabra* Bunge リンドウ *Gentiana scabra* Bunge var. *buergeri* (Miq.) Maxim.	*Gentianaceae* リンドウ科
	Gentiana manshurica Kitagawa ＝*Gentiana manshurica* Kitag.	
	Gentiana triflora Pallas ＝*Gentiana triflora* Pall. エゾリンドウ *Gentiana triflora* Pall. var. *japonica* Hara	
リョウキョウ	*Alpinia officinarum* Hance	*Zingiberaceae* ショウガ科
レンギョウ	レンギョウ *Forsythia suspensa* Vahl ＝*Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl	*Oleaceae* モクセイ科
	シナレンギョウ *Forsythia viridissima* Lindley ＝*Forsythia viridissima* Lindl.	
レンニク	ハス *Nelumbo nucifera* Gaertner ＝*Nelumbo nucifera* Gaertn.	*Nymphaeaceae* スイレン科
ロジン	*Pinus* 属諸種植物	*Pinaceae* マツ科
ロートコン	ハシリドコロ *Scopolia japonica* Maximowicz ＝*Scopolia japonica* Maxim.	*Solanaceae* ナス科
	Scopolia carniolica Jacquin ＝*Scopolia carniolica* Jacq.	
	Scopolia parviflora Nakai ＝*Scopolia parviflora* (Dunn) Nakai	
ローヤルゼリー	ヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné ＝*Apis mellifera* L.	*Apidae* ミツバチ科
	トウヨウミツバチ *Apis cerana* Fabricius	

基原植物に「その他同属植物」などが含まれる場合は，学名の表記はないが本表に記載している．

参考資料

寺林進ら：医薬品医療機器レギュラトリーサイエンス，41(5)，407-418 (2010).

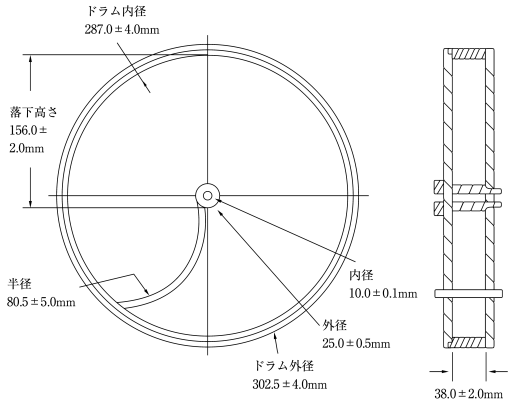
G6. 製剤関連

錠剤の摩損度試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

錠剤の摩損度試験法は，剤皮を施していない圧縮成型錠の摩損度を測定する方法である．ここに記載した試験手順はほとんどの圧縮成型錠に適用できる．摩損度の測定は，錠剤の硬度など他の物理的強度の測定を補足するものである．

内径283～291mm，深さ36～40mmの内面が滑らかな透明な合成樹脂製で，静電気をおびにくいドラムを用いる(典型的な装置については図参照)．ドラムの一方の側面は取り外しができる．錠剤はドラムの中央から外壁まで伸びている内側半径75.5～85.5mmの湾曲した仕切り板に沿ってドラムの回転ごとに転がり落ちる．中心軸リング部の外径は24.5～25.5mmとする．ドラムは，25±1rpmで回転する装置の水平軸に取り付けられる．したがって，錠剤は各回転ごとに転がり若しくは滑ってドラム壁に又は他の錠剤の上に落ちる．



1錠の質量が650mg以下のときは，6.5gにできるだけ近い量に相当する*n*錠を試料とする．1錠の質量が650mgを超えるときは10錠を試料とする．試験前に注意深く錠剤に付着している粉末を取り除く．錠剤試料の質量を精密に量り，ドラムに入れる．ドラムを100回転させた後，錠剤を取り出す．試験開始前と同様に錠剤に付着した粉末を取り除いた後，質量を精密に量る．

通常，試験は一回行う．試験後の錠剤試料に明らかにひび，割れ，あるいは欠けの見られる錠剤があるとき，その試料は不適合である．もし結果が判断しにくいとき，あるいは質量減少が目標値より大きいときは，更に試験を二回繰り返し，三回の試験結果の平均値を求める．多くの製品において，最大平均質量減少(三回の試験の)が1.0%以下であることが望ましい．

もし錠剤の大きさや形によって回転落下が不規則になるなら，錠剤が密集状態にあっても錠剤同士が付着して錠剤の自由落下を妨げることのないよう，水平面とドラムの装置下台との角度が約10°になるよう装置を調整する．

発泡錠やチュアブル錠は，異なった摩損度を示す．吸湿性の錠剤の場合には，適切に湿度が調節された条件が試験のために必要である．

多くの試料を同時に試験できるよう仕切り板を二つ持ったドラムや二つ以上のドラムを備えた装置を利用してもよい．

G7. 容器・包装関連

プラスチック製医薬品容器

種々のプラスチックが医薬品の容器に使われている．しかし，それが医薬品の有効性と安全性，安定性を損なうものであってはならない．容器の選択にあたっては，添加された物質などを含むプラスチック容器の製造過程に関するすべての情報を得ることが望ましい．個々のプラスチックはその特有の性質を持つし，容器に充てんされる医薬品の性質も様々であるので，プラスチック製医薬品容器の適合性は個別のプラスチックの性質と医薬品の性質の組合せの中で判断されるべきである．この判断は，試作した医薬品製剤の容器が基本要件，すなわち，設計仕様に適合するか否かを試験及び／又は学術文献などに基づいて検証して行うべきである．また，その適合性は適切な品質保証計画に基づいて維持されなければならない．

また，プラスチック容器の導入にあたっては，適切な廃棄処理を考慮することが望ましい．

1. プラスチック製医薬品容器設計における基本要件

容器の材料プラスチックは一定水準以上の品質を有するものでなければならない．材料組成を保証できないようなリサイクル・プラスチックは使用してはならない．

容器からの溶出物又は移行物が内容医薬品の有効性と安定性を損なってはならない．また，それらの溶出物又は移行物は一定以上の毒性を示してはならない．また，容器から内容医薬品へのモノマーや添加剤などの化学物質の溶出量又は移行量は安全性の見地から十分に低くなければならない．

容器は，その用途に見合ったレベルの硬さや柔軟性，耐衝撃性，引っ張り強度，引き裂き強度，曲げ強度，耐熱性などの物理的性質を備える必要がある．

保存中に内容医薬品の品質が低下してはならない．すなわち，光に不安定な医薬品の場合には，容器に一定の遮光性が必要である．また，酸化されやすい医薬品の場合には，酸素を透過しやすい容器材料は不適切である．また，水溶液医薬品や乾燥を必要とする医薬品の場合には，水蒸気を透過しやすい容器材料は不適切である．また，水以外の溶液の場合でも当該溶媒の透過性に同様の注意が必要である．内容医薬品が容器の表面に吸着したり，容器材料内部に移行したり，通過したりして，医薬品濃度が一定以上減少してはならない．また，容器材料との相互作用によって内容医薬品が変性してはならない．

容器は，内容医薬品によって変形したり，劣化したり，変質したりしてはならない．また，貯蔵・運搬時に考えられる高温又は低温，若しくはその繰り返しにあっても，許容できないような容器の機能の低下をきたしてはならない．

異物や濁りの有無を目視によって検査する必要がある医薬品の場合には，容器には必要なレベルの透明性が必要である．

滅菌を必要とする医薬品にあっては，容器の品質が滅菌前後に変化する可能性があれば，以上の容器の基本要件は滅菌後に満たされる必要がある．滅菌後に，一定以上の新たな毒性物質の残留や生成があってはならない．また，容器の構造及び材質は，滅菌後の貯蔵・運搬時にあって内容医薬品の微生物汚染を招くものであってはならない．

2.　設計段階における容器の毒性評価

設計段階において，容器について毒性評価を実施する必要がある．その際，各種毒性試験の試験方法とそれに基づいた評価基準を設定する．その根拠を明らかにすることが望ましい．試験は試作された容器又はその部分を試料として行うものとする．容器が複数の部分からなり，これらが別の材料からできている場合には，それぞれの材料部分について試験を行う．複合材料(ラミネート，コンポジットなど)の場合は1種類の材料とみなすが，できるだけ内容医薬品が接する面が抽出液などによく接するように工夫して試験することが望ましい．

内容医薬品の適用部位による容器の毒性評価に必要な試験項目は次のとおりである．

(ｉ)　血液に接触する製剤の容器：急性毒性試験，細胞毒性試験，感作性試験，溶血性試験

(ⅱ)　皮膚又は粘膜に接触する製剤の容器：細胞毒性試験，感作性試験

(ⅲ)　液状内用薬の容器：細胞毒性試験

これらの試験は，国内外の医療用具・医用材料に関する最新の標準試験方法に従って実施する．以下に参考となる標準試験方法を例示する．

2.1.　標準試験方法の例示

2.1.1.　試験の選択

(ｉ)　医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン　前文

(ⅱ)　ISO 10993－1：Biological evaluation of medical devices－Evaluation and testing

2.1.2.　急性毒性試験

(ｉ)　ASTM F750－82：Standard practice for evaluating material extracts by systemic injection in the mice

(ⅱ)　BS 5736：Part 3 Method of test for systemic toxicity；assessment of acute toxicity of extracts from medical devices

(ⅲ)　USP XXⅣ ＜88＞Biological reactivity tests，*in vivo*

2.1.3.　細胞毒性試験

(ｉ)　医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン　Ⅰ．細胞毒性試験　10．医療用具又は材料の抽出液を用いた細胞毒性試験

(ⅱ)　ISO 10993－5：Biological evaluation of medical devices－Tests for cytotoxicity：*in vitro* methods

(ⅲ)　USP XXⅣ＜87＞Biological reactivity tests，*in vitro*

2.1.4.　溶血性試験

(ｉ)　医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン　Ⅶ．溶血性試験

(ⅱ)　ISO 10993－4：Biological evaluation of medical devices－Selection of tests for interaction with blood，Annex D

(ⅲ)　ASTM F756－82：Standard practice for assessment of hemolytic properties of materials

2.1.5.　感作性試験

(ｉ)　医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン　Ⅱ．感作性試験

(ⅱ)　ISO 10993－10：Biological evaluation of medical devices－Tests for irritation and sensitization

3.　管理単位ごとに保存すべき試験成績

製造段階においては，少なくとも以下の試験項目について規格値を設定し，プラスチック製医薬品容器の管理単位ごとに試験成績を保管すべきである．また，規格値の設定の根拠を示すことが望ましい．ただし，液状以外の内用剤には適用しない．

(ｉ)　灰化試験：強熱残分，重金属．必要がある場合は特定の金属含量(鉛，カドミウムなど)

(ⅱ)　溶出物試験：pH，紫外吸収スペクトル，過マンガン酸カリウム還元性物質，泡立ち，蒸発残留物

(ⅲ)　細胞毒性試験

(ⅳ)　その他：必要な事項

G8.　水関連

医薬品等の試験に用いる水

医薬品等の試験に用いる水については，日本薬局方の通則20に「試験を行うのに適した水とする．」とされているように，当該試験の目的に適う水であることを確認した上で用いる必要がある．

この医薬品等の試験に用いる水としては，試験方法中において別に規定される場合を除いて，「精製水」，「精製水(容器入り)」又はイオン交換，超ろ過など適切な方法により試験用に製した水を用いればよい．また，ほかの施設などで試験用に製造された水を入手して用いてもよい．

日本薬局方の一般試験法中で規定されている試験用の水としては，以下のものがある．

- アンモニウム試験用水：〈*1.02*〉アンモニウム試験法(アンモニウム標準液)
- エンドトキシン試験用水：〈*4.01*〉エンドトキシン試験法
- 微粒子試験用水(注射剤試験用)：〈*6.07*〉注射剤の不溶性微粒子試験法
- 微粒子試験用水(点眼剤試験用)：〈*6.08*〉点眼剤の不溶性微粒子試験法
- 微粒子試験用水(プラスチック製医薬品容器試験用)：〈*7.02*〉プラスチック製医薬品容器試験法の微粒子試験

日本薬局方の参考情報中で規定されている試験用の水としては，以下のものがある．

- アルミニウム試験用水：中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法
- ICP分析用水：誘導結合プラズマ発光分光分析法

日本薬局方の試験に関する記載において単に“水”と記載される場合は，通則20に規定された「医薬品等の試験に用いる水」を指す．

製薬用水の品質管理

医薬品の製造，容器や設備等の洗浄などに使用される水を製薬用水と称する．製薬用水の品質を恒常的に確保するためには，要求される品質の水が供給されることを適切なバリデーションにより検証すると共に，日常的な水質管理によりそれを保証し続けることが重要である．

1. 製薬用水の種類

1.1. 常水

「常水」の規格及び試験方法は，日本薬局方の医薬品各条で規定されており，水道法第4条に基づく水質基準に適合することが求められている．「常水」を井水又は工業用水などから各施設において製造する場合は，適切な処理と管理を行うことにより，上記の基準と併せてアンモニウム「0.05mg/L以下」の規格に適合することが求められる．また，一定期間保存して用いる場合は，微生物の増殖抑制を図る必要がある．

「常水」は，「精製水」や「注射用水」製造用の原水として用いられるほか，原薬中間体の製造や製薬関連設備の予備洗浄にも用いられる．

1.2. 精製水

「精製水」及び「精製水(容器入り)」の規格及び試験方法は，日本薬局方の医薬品各条で規定されている．

「精製水」は，原水として「常水」を用い，必要な前処理を経て，イオン交換，蒸留，逆浸透(RO：Reverse Osmosis)又は分子量約6000以上の物質を除去できる限外ろ過(UF：Ultrafiltration)などを単独であるいは組み合わせて用いたシステムにより製造する．「精製水」の製造にあたっては，適切な微生物管理が必要である．特に，イオン交換，逆浸透又は限外ろ過により製造するときは，それぞれに対応した微生物の増殖抑制を図るか又は定期的な殺菌処理を行う．

殺菌処理，薬剤による微生物の増殖抑制又はエンドトキシン含有量を適切な管理基準内に維持するための処理を行った精製水については，目的に応じた規格を別途定め，その規格に適合した水質を維持するための適切な管理を行う．

「精製水(容器入り)」は，「精製水」を気密容器に入れたものである．

1.3. 滅菌精製水

「滅菌精製水(容器入り)」(別名：滅菌精製水)の規格及び試験方法は，日本薬局方の医薬品各条で規定されている．

「滅菌精製水(容器入り)」は，「精製水」を密封容器に入れて，滅菌したもの，又はあらかじめ滅菌した「精製水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封したものである．なお，密封容器の代わりにプラスチック製水性注射剤容器を用いてもよいこととされている．

1.4. 注射用水

「注射用水」及び「注射用水(容器入り)」の規格及び試験方法は，日本薬局方医薬品各条で規定されている．

「注射用水」は，「常水」にイオン交換，逆浸透等による適切な前処理を行った水又は「精製水」の，蒸留又は超ろ過(RO/UF：Reverse Osmosis and/or Ultrafiltration)により製造する．蒸留法により製造する場合，飛沫同伴による汚染が起こらないように留意する．超ろ過法により製造する場合，長期間にわたるバリデーションと綿密な日常管理により，蒸留法により製造した水と同等の品質の水が恒常的に製造されることが保証される必要がある．逆浸透膜又は限外ろ過膜を単独であるいは組み合わせて用いた注射用水製造システムのいずれにおいても，注射用水に適した水が安定して製造されることが，前処理装置を含む製造システム全体によって保証されることが肝要である．製造システムに供給される水に関しては，適切なバリデーションと日常管理により，原水として適切な水質が維持されていることを担保する．超ろ過法による製造システムに関しては，水質分析，計器によるモニタリング及び透過水量監視などの日常管理を行うと共に，定期的な膜の外観検査及びエアリーク試験を実施し，併せて使用した膜の引張り強度，リークの有無や程度について試験を行って膜の劣化の度合いを診断し，膜交換の指標あるいは膜の破断の予知方法とするなど，膜の管理手法を確立しておくことが望ましい．また，これらに加えて，膜の使用条件に見合った適切な交換頻度を定めておくことが望ましい．

なお，「注射用水」を製造システム中で一時的に保存する場合，微生物及びエンドトキシンに関する厳密な管理が必要である．エンドトキシンについては，規格値として0.25EU/mL未満であることが要求される．

「注射用水(容器入り)」は，「注射用水」を密封容器に入れて滅菌したもの，又はあらかじめ滅菌した「注射用水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封したものである．なお，密封容器の代わりにプラスチック製水性注射剤容器を用いてもよいこととされている．

2. 超ろ過法

超ろ過法は，「精製水」又は「注射用水」の製造において，逆浸透膜又は限外ろ過膜を単独であるいは組み合わせて用いた製造システムにより水を精製する方法であり，蒸留法に替わり得る製造方法として用いられる．

超ろ過法により「注射用水」を製造するときは，通例，前処理設備，注射用水製造設備及び注射用水供給設備を備えた製造システムを用いる．前処理設備は，原水から固形物，溶存塩類及びコロイド状物質などを除去し，注射用水製造設備の負荷を軽減させるために，注射用水製造設備の前に設置する．本設備は，凝集装置，沈降分離装置，ろ過装置，塩素殺菌装置，酸化・還元装置，残留塩素除去装置，精密ろ過装置，逆浸透装置，限外ろ過装置及びイオン交換装置などを原水の水質に応じて適切に組み合わせて構成される．注射用水製造設備は，前処理水供給装置，紫外線殺菌装置，熱交換装置，膜モジュール，洗浄・殺菌用装置などから構成される．注射用水供給設備は，「注射用水」を一時的に保存するための貯水タンク，配管系，熱交換装置，循環ポンプ，調圧装置などから構成される．なお，超ろ過法により「精製水」を製造する場合においても，製造システムの基本的構成は「注射用水」の場合と同様である．

超ろ過法により製造した「注射用水」をシステム内に一時的に保存する場合には，通例，80℃以上の高温で熱循環させることにより微生物の増殖を阻止する．

超ろ過法においては，原水の水質及び目標とする水質を考慮して，膜の最適な組み合わせを選択する．限外ろ過膜を「精製水」及び「注射用水」の製造に用いるときは，微生物及び分子量約6000以上の物質を除去できる膜モジュールを用いる．

3. 製薬用水の選択

医薬品製造用の水としては，日本薬局方に定める上記1.1.～1.4.の範疇の製薬用水の中から使用目的に応じて，最終製品の品質が保証され，製造過程で支障をきたさないものを選択する．表１に原薬及び製剤の仕込み水を選択する場合の基準を例示する．

なお，「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)に代えて「滅菌精製水(容器入り)」又は「注射用水」(又は「注射用水(容器入り)」)を用いることができる．

表１　製薬用水(仕込み水)の選択基準

区分	製薬用水区分	適用区分	備考
製剤	「注射用水」(又は「注射用水(容器入り)」)	注射剤，点眼剤，眼軟膏剤	
	「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)	点眼剤，眼軟膏剤	微生物汚染に注意する必要のある点眼剤，眼軟膏剤については，滅菌又は超ろ過などの処理を行って生菌数を低く抑えた「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)を用いること．
		エアゾール剤，液剤，エキス剤，エリキシル剤，カプセル剤，顆粒剤，丸剤，懸濁剤・乳剤，坐剤，散剤，酒精剤，錠剤，シロップ剤，浸剤・煎剤，貼付剤，チンキ剤，トローチ剤，軟膏剤，パップ剤，芳香水剤，リニメント剤，リモナーデ剤，流エキス剤，ローション剤，経皮吸収型製剤	微生物汚染に注意すべき液剤，軟膏剤，懸濁剤，乳剤，坐剤，エアゾール剤などは，微生物学的に適切な管理を行った「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)を用いること．
原薬	「注射用水」(又は「注射用水(容器入り)」)	無菌原薬，製剤工程で無菌化する原薬	
	「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)	一般原薬，製剤工程で無菌化する原薬，原薬中間体	製剤工程で無菌化する原薬の製造において，後工程で脱エンドトキシン処理がない場合は，低エンドトキシンの「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)を用いること．
	「常水」	原薬中間体	

3.1.　製剤

微生物やエンドトキシンによる汚染が許されない無菌製剤の製造には，「注射用水」(又は「注射用水(容器入り)」)を用いる．ただし，点眼剤と眼軟膏剤の製造には，「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)を用いることができる．

非無菌製剤の製造には，「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)以上の品質の水を用いる．ただし，非無菌製剤で微生物汚染に注意を払わなければならない液剤，軟膏剤，懸濁剤，乳剤，坐剤，エアゾール剤などには，製剤中の保存剤などの影響を加味しながら，微生物学的に適切に管理された「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)を用いる．なお，生薬を含有する製剤については，生薬中の生菌数及び製剤において達成すべき微生物限度を考慮した製薬用水の選択が求められる．

また，直接的に製品に接する設備表面や容器などの予備洗浄水は，「常水」以上の品質の水とするが，最終リンス水は仕込み水と同等の品質の水とする．

3.2.　原薬

原薬用の製薬用水の選択に際しては，その原薬が用いられる製剤の特性，製剤工程を考慮し，最終製剤の品質が確保されるように選択しなければならない．

原薬の製造に用いる水及び直接的に製品に接する設備表面や容器の洗浄水は，合成や抽出プロセスの初期の段階であっても，理化学的及び微生物学的に管理された「常水」以上の品質の水を用いる．ただし，最終の精製工程では，「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)以上の品質の水を用いる．直接的に製品に接する設備表面や容器などの最終リンス水は仕込み水と同等の品質の水とする．

無菌原薬の製造用水には，「滅菌精製水(容器入り)」又は「注射用水」(又は「注射用水(容器入り)」)を用いる．また，エンドトキシン管理が必要な製剤に使用する原薬で，後の工程にエンドトキシンの除去工程がない場合は，「注射用水」(又は「注射用水(容器入り)」)又はエンドトキシンが適切な水準に管理された「精製水」(又は「精製水(容器入り)」)を用いる．

4.　製薬用水の品質管理

4.1.　概要

製薬用水の日常的管理及び定期的管理を実施する上では，初期に製薬用水の製造システム(製薬用水システム)のバリデーションで要求される品質の水が製造されることが十分に実証されていることが前提となる．この前提が満たされている場合には，以下の管理手法に従って製薬用水の品質管理を行うことができる．

日常的な管理項目としては，導電率及び有機体炭素(TOC)による品質管理が有用であり，定期的管理項目としては，その使用目的によって，上記に加えていくつかの特定不純物，生菌数，エンドトキシン及び不溶性微粒子などを選択し，管理項目とする．これらの測定頻度は，水質の安定性を考慮して決定する．

以下，特に留意すべき微生物学的管理事項並びに理化学的管理事項(導電率及び有機体炭素(TOC))について記載する．なお，その他の管理項目についても必要に応じて試験を行い，それぞれの品質規格に適合することを確認する必要がある．

4.2.　サンプリング

製薬用水システムが良好な管理下にあり，要求される品質の製薬用水が連続的に製造できていることを保証するためには，適切な頻度でモニタリングを行う必要がある．試験用サンプルは，製造工程及び供給システム内の適切な場所より採取するが，製薬用水システムの稼働状況が反映されるようなサンプリングポイントを選択する必要がある．なお，サンプリングポイント付近における微生物学的管理の方策は，それぞれの周辺状況に応じて適切に定める．

サンプリングの頻度は，製薬用水システムのバリデーションデータに基づいて適切に定める．なお，微生物モニタリングのために採取した水は，採水後2時間以内に試験に供することが望ましい．2時間以内に試験を行うことができない場合には，2～8℃に保存し，12時間以内に試験を行う．

表2　製薬用水の生菌数評価法

方法	製薬用水		
	「常水」	「精製水」	「注射用水」
計測方法	平板混釈法又はメンブランフィルター法	平板混釈法又はメンブランフィルター法	メンブランフィルター法
最少試料量	1.0mL	1.0mL	100mL
培地	標準カンテン培地	R2A カンテン培地，標準カンテン培地	R2A カンテン培地，標準カンテン培地
培養期間	標準カンテン培地：48～72 時間(又はそれ以上)	R2A カンテン培地：4～7 日間(又はそれ以上) 標準カンテン培地：48～72 時間(又はそれ以上)	R2A カンテン培地：4～7 日間(又はそれ以上) 標準カンテン培地：48～72 時間(又はそれ以上)
培養温度	標準カンテン培地：30～35℃	R2A カンテン培地：20～25℃又は 30～35℃ 標準カンテン培地：30～35℃	R2A カンテン培地：20～25℃又は 30～35℃ 標準カンテン培地：30～35℃

4.3.　警報基準値(アラートレベル)と処置基準値(アクションレベル)

製薬用水システムにおいては，その設計仕様内で運転を行うとき，要求される品質の水が連続的に製造されていることを確認するために，微生物学的及び理化学的モニタリングを行う．得られたモニタリングデータを，警報基準値，処置基準値，そのほかのプロセスの管理値及び目的とする製薬用水の規格限度値と比較すること，並びに管理図に時系列的にプロットして傾向分析を行うことなどにより，システムの運転状況を把握することができる．

このように，警報基準値及び処置基準値は，適否の判定基準を示すものではなく，製造システムのプロセス制御のために使用されるものである．

4.3.1.　警報基準値(アラートレベル)の定義

製造システムの運転中，設定された警報基準値を超えるモニタリングデータが得られたときは，プロセスがその正常な運転状態から逸脱するおそれがあることを示している．警報基準値は，要注意の警告を与えるものであり，その値を超えたとしても，是正措置は必ずしも必要としない．なお，警報基準値の設定は，過去の傾向分析による実測値の「平均値＋2σ」又は「処置基準値の70%(生菌数は50%)」のうち，通例，小さい方の値を採用する．

4.3.2.　処置基準値(アクションレベル)の定義

製造システムの運転中，設定された処置基準値を超えるモニタリングデータが得られたときは，プロセスがその正常な運転範囲内から逸脱したことを示している．この場合，製造システムの運転管理者は，システムを正常な運転範囲内へ復帰させるための是正措置を講じなければならない．

警報基準値及び処置基準値は，プロセス及び製品の品質規格の範囲内で，技術的観点及び要求される製品の品質などを総合的に考慮して設定する．したがって，警報基準値及び処置基準値を超えても，必ずしも製品の品質が損なわれるものではない．

4.4.　微生物モニタリング

製薬用水システムの微生物モニタリングプログラムの主目的は，製造した水の微生物学的品質劣化を事前に予知し，製品の品質に悪影響を及ぼすことを防ぐことである．したがって，存在する微生物のすべてを検出する必要はないが，成長の遅い微生物を含めできるだけ広範囲の菌を検出できるようなモニタリング手法を採用する必要がある．

以下に，培養法による製薬用水システムの微生物モニタリング手法を示す．迅速微生物検出法を採用する場合は，得られる生菌数が培養法と同等以上であることをあらかじめ確認しておく必要がある．

4.4.1.　培地及び培養条件

水中には，栄養源の乏しい環境にも適応している多数の従属栄養型の中温性細菌が存在する．従属栄養型の細菌は，製薬用水システムにおいてバイオフィルムの形成による水質劣化をもたらすことが多いため，貧栄養菌の増殖に優れたR2Aカンテン培地を用いて水質をモニターすることが有用である．一方，日常の微生物モニタリングにおいては，水道法第4条に基づく水質基準で規定されている標準カンテン培地を用いて30～35℃で比較的短時間で増殖可能な一般細菌数を計測し，製薬用水システムの微生物学的変動の傾向を把握する方法も広く用いられている．

表2に生菌数の評価に用いる計測方法，最少試料量，培地，培養条件の一例を示す．

表2に示された培地を以下に掲げる．

(ⅰ)　標準カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0g
酵母エキス	2.5g
ブドウ糖	1.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH6.9～7.1.

(ⅱ)　R2Aカンテン培地

ペプトン(カゼイン製及び肉製)	0.5g
カザミノ酸	0.5g
酵母エキス	0.5g
ピルビン酸ナトリウム	0.3g
ブドウ糖	0.5g
硫酸マグネシウム七水和物	50mg
溶性デンプン	0.5g
リン酸水素二カリウム	0.3g
カンテン	15.0g
水	1000mL

全成分を混和し，121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後のpH7.1～7.3.

培地成分には，日本薬局方に規定するもののほか，以下の試薬を用いる．

(ⅰ)　カザミノ酸　カゼインを酸により加水分解し，微生物試験用に製造したもの．

乾燥減量〈2.41〉　8%以下(0.5g，105℃，恒量)．

強熱残分〈2.44〉　55%以下(0.5g)．

窒素含量〈1.08〉　7%以上(105℃，恒量，乾燥後)．

(ⅱ)　ピルビン酸ナトリウム　$CH_3COCOONa$　本品は，白色～微黄色の結晶性の粉末である．水に溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けにくい．

確認試験

(1)　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1710cm^{-1}，1630cm^{-1}，1410cm^{-1}，1360cm^{-1}，1190cm^{-1}，1020cm^{-1}，980cm^{-1}，830cm^{-1}，750cm^{-1}，630cm^{-1}及び430cm^{-1}付近に吸収を認める．

(2)　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

含量　97.0%以上．　**定量法**　本品0.4gを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液20mLをヨウ素瓶中に正確に量り，10℃以下に冷却する．冷後，0.05mol/Lヨウ素液40mLを正確に加えた後，水酸化ナトリウム溶液(17→100)20mLを加え，2時間暗所に放置する．これに，薄めた硫酸(1→6)15mLを加えた後，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝1.834mg $C_3H_3NaO_3$

4.4.2.　培地性能試験

R2Aカンテン培地の性能試験には次に示す菌株又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する．培地性能試験前にこれらの菌株を「滅菌精製水」中に接種し，20～25℃に3日間おく．

Methylobacterium extorquens：NBRC 15911

Pseudomonas fluorescens：NBRC 15842，ATCC 17386など

「精製水」中で飢餓状態にした菌液を更に「滅菌精製水」で希釈し，生菌数50～200CFU/mLの菌液を調製する．使用するR2Aカンテン培地に調製した菌液1mLを接種し，20～25℃で4～7日間培養するとき，十分な接種菌の増殖が認められなければならない．

標準カンテン培地の性能試験には，次に示す菌株又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する．使用する標準カンテン培地に微生物限度試験法〈4.05〉に従って調製した菌液1mLを接種し，30～35℃で48時間培養するとき，十分な接種菌の増殖が認められなければならない．

黄色ブドウ球菌(*Staphylococcus aureus*)：ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83又はNBRC 13276

緑膿菌(*Pseudomonas aeruginosa*)：ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118又はNBRC 13275

大腸菌(*Escherichia coli*)：ATCC 8739，NCIMB 8545，CIP 53.126又はNBRC 3972

4.4.3.　製薬用水システムの微生物に対する処置基準値

製薬用水システムに対して一般的に適正と考えられる微生物に対する処置基準値は下記のとおりである．

各種製薬用水に対する生菌数の処置基準値

「常水」：100CFU/mL*(水道法第4条に基づく水質基準に規定されている規格値)

「精製水」：100CFU/mL**

「注射用水」：10CFU/100mL**

(*標準カンテン培地を用いての値，**R2Aカンテン培地を用いての値)

「精製水」に対する処置基準値は，「常水」と同一の値とされているが，近々，現在の技術レベルから見て適切な基準値を設定する予定である．このため，現時点では，各製造施設において，別途，独自の処置基準値を定め，より高いレベルでの微生物管理を行うことが望ましい．

また，バリデーション及び日常的管理においてこれらの処置基準値を超えた場合には，検出された分離菌の性状検査を行い，システムの殺菌・消毒を施す必要がある．

4.5.　理化学的モニタリング

製薬用水システムの理化学的モニタリングは，通例，導電率及び有機体炭素(TOC)を指標として行われる．導電率を指標とするモニタリングによれば，混在する無機塩類の総量の概略を知ることができ，TOCを指標とするモニタリング(TOCモニタリング)によれば，混在する有機物の総量を評価することができる．これらの理化学的モニタリングは，基本的に日本薬局方一般試験法に規定される導電率測定法〈2.51〉及び有機体炭素試験法〈2.59〉を準用して行われるが，モニタリングのための試験には医薬品各条の試験とは異なる側面があることから，以下にはそれぞれの一般試験法で対応できない部分に対する補完的事項を記載する．

なお，各製造施設において，導電率及びTOCを指標とするモニタリングを行う場合，それぞれの指標について適切な警報基準値及び処置基準値を設定し，不測の事態に対する対応手順を定めておく必要がある．

4.5.1.　導電率を指標とするモニタリング

モニタリング用の導電率測定は，通例，流液型セル又は配管挿入型セルを用いてインラインで連続的に行われるが，製薬用水システムの適切な場所よりサンプリングし，浸漬型セルを用いてオフラインのバッチ試験として行うこともできる．

以下に製薬用水システムの運転管理にあたり，導電率試験の結果をどのように判断して運転の可否を決定するか，日本薬局方の導電率測定法〈2.51〉により標準温度(20℃)で測定が行われる場合と米国薬局方のGeneral Chapter〈645〉WATER CONDUCTIVITYを準用して標準温度以外の温度で測定が行われる場合につき，それぞれの指針を示す．

4.5.1.1.　日本薬局方の導電率測定法〈2.51〉によりモニタリングを行う場合

日本薬局方の導電率測定法〈2.51〉は，通例，標準温度(20℃)での測定を求めているが，補正式を用いることにより15～30℃の温度範囲での測定も許容している．「精製水」及び「注射用水」について標準温度での導電率モニタリングを行う場合，推奨される許容導電率(処置基準値)は，下記のとおりである．

処置基準値　1.0μS･cm^{-1} (20℃)

なお，上記の処置基準値は，インラインでのモニタリングを想定して設定したものであり，オフラインのバッチ試験として行う場合には，この処置基準値を変更することができる．

4.5.1.2.　米国薬局方の〈645〉WATER CONDUCTIVITYを準用してモニタリングを行う場合

インラインでの導電率モニタリングでは，通常，測定温度の

制御は困難である．したがって，標準温度以外の温度でモニタリングしようとする場合には，下記の方法を適用する．なお，この方法は米国薬局方の〈645〉 WATER CONDUCTIVITYに記載されている3段階法のうち，第一段階及び第二段階を採用したものである．

第一段階(インラインでの測定)

(ⅰ) 温度非補償方式により試料水の温度および導電率を測定する．

(ⅱ) 表3から，測定された温度における許容導電率を求める．測定された温度が表3に記載されている温度の間にある場合は，測定された温度よりも低い方の温度における値を許容導電率とする．

(ⅲ) 測定された導電率が，許容導電率以下であれば，導電率試験適合とする．許容導電率を超える場合には，第二段階に進む．

表3 第一段階 異なる測定温度における許容導電率*

温度(℃)	許容導電率 ($\mu S \cdot cm^{-1}$)	温度(℃)	許容導電率 ($\mu S \cdot cm^{-1}$)
0	0.6		
5	0.8	55	2.1
10	0.9	60	2.2
15	1.0	65	2.4
20	1.1	70	2.5
25	1.3	75	2.7
30	1.4	80	2.7
35	1.5	85	2.7
40	1.7	90	2.7
45	1.8	95	2.9
50	1.9	100	3.1

＊ 温度非補償方式での導電率測定に対してのみ適用する．

第二段階(オフラインでの測定)

(ⅰ) 下記の方法により，容器に採水後，強くかき混ぜることによって，大気中から二酸化炭素を平衡状態になるまで吸収させ、大気と平衡状態になった試料の導電率を測定する．

(ⅱ) 十分な量の試料を適当な容器にとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分あたりの導電率変化が0.1$\mu S \cdot cm^{-1}$以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

(ⅲ) 前項で求めた導電率(25℃)が2.1$\mu S \cdot cm^{-1}$以下であれば，導電率試験適合とし，それを超える場合は不適合と判定する．

4.5.2. 有機体炭素(TOC)を指標とするモニタリング

「精製水」及び「注射用水」の有機体炭素(TOC)の規格限度値はいずれも「0.50mg/L以下」(500ppb以下)とされているが，製薬用水の各製造施設は，製薬用水システムの運転管理にあたり，別途警報基準値と処置基準値を定めてTOCモニタリングを行うことが望ましい．

推奨されるTOCの処置基準値は，下記のとおりである．

処置基準値 ≦300ppb(インライン),
≦400ppb(オフライン)

水道水(「常水」)のTOCの許容基準値は「3mg/L以下」(3ppm以下)(水道法第4条に基づく水質基準)であるが，上記の管理基準を考慮し，製薬用水製造の原水として使われる水についても，各製造施設において適切な警報基準値及び処置基準値を設けてTOCモニタリングによる水質管理を実施することが望ましい．

なお，日本薬局方では有機体炭素試験法〈2.59〉を定めており，通例，これに適合する装置を用いてTOCの測定を行うが，高純度の水(イオン性の有機物や分子中に窒素，イオウ，リン又はハロゲン原子を含む有機物が含まれていない純度の高い水)を原水として用いる場合に限り，米国薬局方のGeneral Chapter 〈643〉 TOTAL ORGANIC CARBON 又は欧州薬局方の Methods of Analysis 2.2.44. TOTAL ORGANIC CARBON IN WATER FOR PHARMACEUTICAL USEに定める装置適合性試験に適合する装置を製薬用水システムのTOCモニタリングに用いることができる．

ただし，二酸化炭素を試料水から分離せずに測定した有機物の分解前後の導電率の差から有機体炭素量を求める方式の装置は，試料水中にイオン性の有機物が含まれている場合，若しくは分子中に窒素，イオウ，リン又はハロゲン原子を含む有機物が含まれている場合には，マイナス又はプラスの影響を受けることがあるので，測定対象の水の純度や装置の不具合発生時の汚染リスクを考慮して適切な装置を選択する．

4.6. 注射用水の一時的保存

注射用水の一時的な保存については，微生物の増殖を厳しく抑制するために高温で循環するなどの方策をとると共に，汚染並びに品質劣化のリスクを考慮し，バリデーションの結果に基づいて適切な保存時間を設定する．

5. 容器入りの水の品質管理に関する留意事項

製品として流通する容器入りの水(「精製水(容器入り)」，「滅菌精製水(容器入り)」及び「注射用水(容器入り)」)の品質管理に関しては，別途，留意すべき事項がいくつかある．

5.1. 滅菌した容器入りの水の製法について

「滅菌精製水(容器入り)」及び「注射用水(容器入り)」の製法としては，次の二つの異なる方法がある．

(ⅰ) 「精製水」又は「注射用水」を密封容器に入れた後，滅菌する．

(ⅱ) あらかじめ滅菌した「精製水」又は「注射用水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封する．

製造された容器入りの水の無菌性を保証するには，(ⅰ)の製法では，最終の滅菌工程についてバリデーションを行えばよいのに対して，(ⅱ)の製法では，すべての工程についてバリデーションを行う必要がある．これは，(ⅱ)の製法があらかじめろ過滅菌等の方法によって滅菌したものを“無菌的に”容器に入れて密封することにより，無菌性を保証しようとするものであるためである．

5.2. 容器中での保存に伴う水質変化

5.2.1. 無機性不純物(導電率を指標として管理)

バルクの精製水又は注射用水の導電率が1.0$\mu S \cdot cm^{-1}$以下で管理されている場合であっても，それを容器に入れたときには，容器への充てん時の空気との接触や保存中におけるプラスチック膜透過に伴う空気中の二酸化炭素の溶け込み及び保存中における容器からのイオン性物質の溶出が原因となって，導電率が上昇する．特に，小容量のガラス容器を用いる場合には，保存中における導電率の変化に注意する必要がある．

5.2.2. 有機性不純物(過マンガン酸カリウム還元性物質又は有機体炭素(TOC)を指標として管理)

日本薬局方では，容器入りの水(「精製水(容器入り)」，「滅菌精製水(容器入り)」及び「注射用水(容器入り)」)中の有機性不純物に対しては，古典的な過マンガン酸カリウム還元性物質による管理を求めている．容器入りの水に対するこの規定は，

バルクの水において，TOCによる管理(限度値「0.50mg/L以下」(500ppb以下))を規定していることと対照的である．これは，容器中での保存により，TOC量が著しく増加する事例があり，バルクの水に整合させてTOCにより規格を設定することが困難と判断されたことによるものである．特に，小容量のプラスチック製容器入りの水については，保存中における容器からの溶出物の増加に十分注意する必要がある．

容器入りの水において，過マンガン酸カリウム還元性物質による有機性不純物の管理を求めているのは，容器の材質(ガラス，ポリエチレン，ポリプロピレンなど)やサイズ(0.5～2000mL)及び保存期間の如何によらず，同一の試験法を用いて試験できるようにするための止むを得ない措置としてとられたものであり，溶存する有機性不純物の限度試験として最適なものとして規定されているわけではない．医薬品の製造業者の責任において，過マンガン酸カリウム還元性物質試験の代替法として有機体炭素試験を採用し，TOCにより品質管理を行うことが望ましい．TOCにより品質管理を行う場合，下記のような目標値により管理することが望ましい．

内容量が10mL以下のもの：TOC　1500ppb以下

内容量が10mLを超えるもの：TOC　1000ppb以下

ポリエチレン，ポリプロピレン等のプラスチック製医薬品容器入りの水については，容器からのモノマー，オリゴマー，可塑剤等の溶出がまず懸念されるが，プラスチックにはガス透過性や水分透過性もあることから，アルコールなどの低分子の揮発性有機物や窒素酸化物などの低分子の大気汚染物質の透過による汚染が起こりうるので，保存場所・保存環境にも留意する必要がある．

5.2.3.　微生物限度(総好気性微生物数)

「精製水(容器入り)」には無菌性が求められているわけではないが，保存期間中を通して総好気性微生物数の許容基準「1mL当たり10^2CFU」に適合するためには、衛生的あるいは無菌的に製造する必要がある．また、流通上，微生物汚染には特段の注意が必要である．加えて、開封後はできるだけ短期間に使いきるように努めることが望ましい．

総好気性微生物数の許容基準「1mL当たり10^2CFU」は，「精製水」(バルク)の生菌数の処置基準値と同じであるが，精製水製造システムにおける微生物モニタリングとは違い，主に保存期間中に起こる可能性のある環境由来の微生物による汚染を検出するために，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用いて試験を行う．

5.3.　容器入りの水を入手して医薬品の製造や試験に用いる場合の注意事項

市販の「精製水(容器入り)」，「滅菌精製水(容器入り)」又は「注射用水(容器入り)」を入手して，医薬品又は治験薬の製造用水，医薬品試験用の水として利用することができるが，下記の事項に留意する必要がある．

(ⅰ)　製品の受入試験又は製造業者から提供された当該製品の試験成績書により日局各条への適合を確認した後，速やかに使用すること

(ⅱ)　医薬品の製造に使用する場合は，当該医薬品の製造工程の一環としてプロセスバリデーションを実施しておくこと，また，治験薬の製造に使用する場合には，その品質に影響がないことを確認しておくこと

(ⅲ)　滅菌した容器入りの水については，一回使いきりを原則とし，保存後の再使用はしないこと

(ⅳ)　開封直後からヒト及び試験室環境等による汚染又は水質変化が急速に進むことを前提として，使用目的に合わせた標準操作手順書を作成しておくこと

G9. その他

第十六改正日本薬局方における国際調和

日本薬局方，欧州薬局方(The European Pharmacopoeia)及び米国薬局方(The United States Pharmacopeia)での調和合意に基づき規定した試験法及び医薬品各条は，次のとおりである．

薬局方調和事項の欄には薬局方調和合意文書の調和事項を，第十六改正日本薬局方の欄には第十六改正日本薬局方の項目名などを記載する．備考欄には，第十六改正日本薬局方と，薬局方調和事項との差違などを必要に応じて記載する．

なお，各表の冒頭に記載した調和年月は当該試験法及び医薬品各条が調和された年月を示している．また，調和事項の改正及び修正を行った場合は，( )内にRev. 及びCorr.の回数を記載する．

調和年月：2005年8月(Rev. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Residue on Ignition／Sulphated Ash Test	**2.44 強熱残分試験法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明 日本薬局方医薬品各条における記載事項に関する説明等
Procedure	1. 操作法	

調和年月：2007年10月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Characterisation of Crystalline and Partially Crystalline Solids by X-ray Powder Diffraction (XRPD)	**2.58 粉末X線回折測定法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載： 当該試験法に関する説明
Principle	1. 原理	
Instrument	2. 装置	
Instrument set-up	2.1. 装置の校正	
X-ray radiation	2.2. X線放射	
Radiation protection	2.3. 放射線防護	
Specimen preparation and mounting	3. 試料の調製と取付け	
Specimen preparation	3.1. 試料の調製	
Specimen mounting		試料の取付けは規定しない.
Effect of specimen displacement		
Effect of specimen thickness and transparency		
Control of the instrument performance	4. 装置性能の管理	
Qualitative phase analysis (Identification of phases)	5. 定性分析(相の同定)	
Quantitative phase analysis	6. 定量分析	
Polymorphic samples	6.1. 多形試料	
Methods using a standard	6.2. 標準試料を用いる方法	
Estimate of the amorphous and crystalline fractions	7. 非晶質と結晶の割合評価	
Single crystal structure	8. 単結晶構造解析	
Figure 1 Diffraction of X-rays by a crystal according to Bragg's law	図1 ブラッグの法則に基づいた結晶によるX線回折	
Figure 2 X-ray powder diffraction patterns collected for 5 different solid phases of a substance (the intensities are normalized)	図 2 ある物質の五つの異なる固体相で認められた粉末X線パターン(強度は規格化してある)	
Figure 3 Geometric arrangement of the Bragg-Brentano parafocusing geometry	図3 ブラッグーブレンターノ集中法光学系の配置図	

調和年月：2009年6月(Rev. 1-Corr. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Bulk Density and Tapped Density of Powders	**3.01 かさ密度及びタップ密度測定法**	
	(前書き)	日本薬局方独自記載事項：当該測定法に関する説明
Bulk density	1. かさ密度	
Method 1：Measurement in a graduated cylinder	1.1. 第1法(メスシリンダーを用いる方法)	
Procedure	1.1.1. 操作法	
Method 2：Measurement in a volumeter	1.2. 第2法(ボリュメーターを用いる方法)	
Apparatus	1.2.1. 装置	
Procedure	1.2.2. 操作法	
Method 3：Measurement in a vessel	1.3. 第3法(容器を用いる方法)	
Apparatus	1.3.1. 装置	
Procedure	1.3.2. 操作法	
Tapped density	2. タップ密度	
Method 1	2.1. 第1法	
Apparatus	2.1.1. 装置	
Procedure	2.1.2. 操作法	
Method 2	2.2. 第2法	
Procedure	2.2.1. 操作法	
Method 3	2.3. 第3法	
Procedure	2.3.1. 操作法	
Measures of powder compressibility	3. 粉体の圧縮性の尺度	
Figure 1 Volumeter	図1 ボリュメーター	
Figure 2 Measuring vessel (left) and cap (right)	図2 測定用容器(左)と補助円筒(右)	
Figure 3	図3 タッピング装置	

調和年月：2003年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Specific Surface Area	**3.02 比表面積測定法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載事項：当該試験法に関する説明
	1. 解析法	
Multi-point measurement	1.1. 多点法	
Single-point measurement	1.2. 一点法	
Sample preparation	2. 試料の調製	
Outgassing		
Adsorbate		
Quantity of sample		
	3. 測定法	
Method 1：The dynamic flow method	3.1. 第1法：動的流動法	
Method 2：The volumetric method	3.2. 第2法：容量法	
Reference materials	4. 標準物質	
Figure 1 Schematic diagram of the dynamic flow method apparatus	図1 動的流動法装置の概略図	
Figure 2 Schematic diagram of the volumetric method apparatus	図2 容量法装置の概略図	

調和年月：2007年5月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Gas Pycnometric Density of Solids	**3.03 粉体の粒子密度測定法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載事項：測定法の対象を記載
Apparatus	1. 装置	
	2. 装置の校正	測定温度の部分は操作法に記載
Method Expression of the results	3. 操作法	
Figure 1 Schematic diagram of a gas pycnometer	図1 気体置換型ピクノメーター(粒子密度測定装置)の模式図	

調和年月：2004年6月(第1法)／2007年5月(Rev. 1)(第2法)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	3.04 粒度測定法	
	(前書き)	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Optical microscopy	1.　**第 1 法　光学顕微鏡法**	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Apparatus	1.1.　装置	
Adjustment	1.1.1.　調整	
Illumination	1.1.1.1.　照明	
Visual characterization	1.1.1.2.　目視による評価	日本薬局方独自記載事項： 粒子径の測定方法に関する説明
Photographic characterization	1.1.1.3.　写真による評価	
Preparation of the mount	1.2.　試料の調製	
	1.3.　観察	
Crystallinity characterization	1.3.1.　結晶性の評価	
Limit Test of particle size by microscopy	1.3.2.　顕微鏡法による粒子径の限度試験	
Particle size characterization	1.3.3.　粒子径の評価	
Particle shape characterization	1.3.4.　粒子形状の評価	
General observations	1.3.5.　一般的観察	
Figure 1 Commonly used measurements of particle size	図 1　一般的に用いられる粒子径	
Figure 2 Commonly used descriptions of particle shape	図 2　一般的に用いられる粒子形状の記述	
Analytical sieving	**2.　第 2 法　ふるい分け法**	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Principles of analytical sieving	ふるい分け法の原理	
	2.1.　操作	
Test sieves	2.1.1.　試験用ふるい	
Test specimen	2.1.2.　測定用試料	
Agitation methods	2.1.3.　振とう法	
Endpoint determination	2.1.4.　終点の決定	
Sieving methods	2.2.　ふるい分け法	
1) Mechanical agitation dry sieving method	2.2.1.　機械的振とう法(乾式ふるい分け法)	
2) Air entrainment methods air jet and sonic sifter sieving	2.2.2.　気流中飛散法(エアー・ジェット法及びソニック・シフター法)	
Interpretation	2.3.　結果の解析	
Figure 1　Commonly used measurements of particle size	図 1　一般的に用いられる粒子径	
Figure 2　Commonly used descriptions of particle shape	図 2　一般的に用いられる粒子形状の記述	
Table 1 Size of standard sieve series in range of interest	表 1　関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法	

調和年月：2009年10月(Rev. 1-Corr.1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Bacterial Endotoxins Test	**4.01 エンドトキシン試験法**	
(Introduction)	(前書き)	
Apparatus	1. 器具	
	2. 溶液の調製	
Preparation of standard endotoxin stock solution	2.1. エンドトキシン標準原液の調製	
Preparation of standard endotoxin solution	2.2. エンドトキシン標準溶液の調製	
Preparation of sample solutions	2.3. 試料溶液の調製	日本薬局方独自記載事項：医療用具からの試料溶液調製方法に関する記述を削除
Determination of maximum valid dilution	3. 最大有効希釈倍数の求め方	
Gel-clot technique	4. ゲル化法	
(1) Preparatory testing	4.1. 予備試験	
(i) Test for confirmation of labeled lysate sensitivity	4.1.1. ライセート試薬の表示感度確認試験	
(ii) Test for interfering factors	4.1.2. 反応干渉因子試験	
(2) Limit test	4.2. 限度試験法	
(i) Procedure	4.2.1. 操作法	
(ii) Interpretation	4.2.2. 判定	
(3) Quantitative test	4.3. 定量試験法	
(i) Procedure	4.3.1. 操作法	
(ii) Calculation and interpretation	4.3.2. エンドトキシン濃度の算出及び判定	
Photometric quantitative techniques	5. 光学的定量法	
(1) Turbidimetric techniques	5.1. 比濁法	
(2) Chromogenic technique	5.2. 比色法	
(3) Preparatory testing	5.3. 予備試験	
(i) Assurance of criteria for the standard curve	5.3.1. 検量線の信頼性確認試験	
(ii) Test for interfering factors	5.3.2. 反応干渉因子試験	
(4) Test	5.4. 定量	
(i) Procedure	5.4.1. 操作法	
(ii) Calculation	5.4.2. エンドトキシン濃度の算出	
(iii) Interpretation	5.4.3. 判定	
Reagents, test solutions		〈9.41〉試薬・試液に規定
Amoebocyte lysate		
Lysate TS		
Water for bacterial endotoxins test (BET)		
Table 1	表 1	
Table 2	表 2	
Table 3	表 3	
Table 4	表 4	

調和年月：2009年6月 (Rev. 1-Corr. 1)(Ⅰ生菌数試験)／2008年6月 (Rev. 1) (Ⅱ特定微生物試験)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	4.05 微生物限度試験法	
Microbiological Examination of Non-sterile Products：Microbial Enumeration Tests	**Ⅰ．非無菌製品の微生物学的試験：生菌数試験**	
1 Introduction	(前書き)	
2 General procedures	1. 基本手順	
3 Enumeration methods	2. 生菌数測定法	
4 Growth promotion test, suitability of the counting method and negative controls 4-1 General considerations	3. 培地性能，測定法の適合性及び陰性対照	
4-2 Preparation of test strains	3.1. 試験菌の調製	
4-3 Negative control	3.2. 陰性対照	
4-4 Growth promotion of the media	3.3. 培地性能	
4-5 Suitability of the counting method in the presence of product	3.4. 製品存在下での測定法の適合性	
4-6 Results and interpretation	3.5. 結果及び判定	
5 Testing of products	4. 製品の試験	
5-1 Amount used for the test	4.1. 試験量	
5-2 Examination of the product	4.2. 製品の試験	
5-3 Interpretation of the results	4.3. 結果の判定	
Table 1 Preparation and use of test micro-organisms	表Ⅰ－1 試験菌の調製と使用法	
Table 2 Common neutralising agents for interfering substances	表Ⅰ－2 阻害物質に対する一般的な中和剤／中和法	
Table 3 Most-probable-number values of micro-organisms	表Ⅰ－3 微生物の最確数	
Microbiological Examination of Non-sterile Products:Test for Specified Micro-organisms	**Ⅱ．非無菌製品の微生物学的試験：特定微生物試験**	
1 Introduction	(前書き)	
2 General procedures	1. 基本手順	
3 Growth promoting and inhibitory properties of the media, suitability of the test and negative controls	2. 培地性能，試験法の適合性及び陰性対照	
3-1 Preparation of test strains	2.1. 試験菌の調製	
3-2 Negative control	2.2. 陰性対照	
3-3 Growth promotion and inhibitory properties of the media	2.3. 培地の性能試験	
3-4 Suitability of the test method	2.4. 試験法の適合性	
4 Testing of products	3. 製品の試験	
4-1 Bile-tolerant gram-negative bacteria	3.1. 胆汁酸抵抗性グラム陰性菌	
4-2 *Escherichia coli*	3.2. 大腸菌	
4-3 *Salmonella*	3.3. サルモネラ	
4-4 *Pseudomonas aeruginosa*	3.4. 緑膿菌	
4-5 *Staphylococcus aureus*	3.5. 黄色ブドウ球菌	
4-6 *Clostridia*	3.6. クロストリジア	
4-7 *Candida albicans*	3.7. カンジダ・アルビカンス	
5 Recommended solutions and culture media	4. 推奨される溶液及び培地	
Table Ⅱ-1 Growth promoting, inhibitory and indicative properties of media	表Ⅱ－1 培地の発育促進，選択及び鑑別特性	
Table Ⅱ-2 Interpretation of results	表Ⅱ－2 結果の判定	

調和年月：2009年6月 (Rev. 1-Corr. 3)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Sterility	**4.06 無菌試験法**	
(Introduction)	(前書き)	
Precautions against microbial contamination	1.　微生物汚染に対する予防措置	
Culture media and incubation temperatures Media for the test may be prepared as described below, or equivalent commercial media may be used provided that they comply with the growth promotion test	2.　培地及び培養温度	
Fluid thioglycollate medium	(ⅰ)液状チオグリコール酸培地	
Soya-bean casein digest medium	(ⅱ)ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地	
The media used comply with the following tests, carried out before or in parallel with the test on the product to be examined	3.　培地の適合性	
Sterility	3.1.　無菌性	
Growth promotion test of aerobes, anaerobes and fungi	3.2.　好気性菌，嫌気性菌及び真菌に対する培地性能試験	
Method suitability test	4.　手法の適合性試験	
Membrane filtration	(ⅰ)メンブランフィルター法	
Direct inoculation	(ⅱ)直接法	
Test for sterility of the product to be examined The test may be carried out using the technique of membrane filtration or by direct inoculation of the culture media with the product to be examined	5.　製品の無菌試験	
Membrane filtration	5.1.　メンブランフィルター法	
Aqueous solutions	(ⅰ)水性液剤	
Soluble solids	(ⅱ)水溶性固形剤	
Oils and oily solutions	(ⅲ)油及び油性液剤	
Ointments and creams	(ⅳ)軟膏剤及びクリーム	
Direct inoculation of the culture medium	5.2.　直接法	
Oily liquids	(ⅰ)油性液剤	
Ointments and creams	(ⅱ)軟膏剤及びクリーム	
Catgut and other surgical sutures for veterinary use		日本薬局方対象品外
Observation and interpretation of results	6.　観察と結果の判定	
Application of the test to parenteral preparations, ophthalmic and other non-injectable preparations required to comply with the test for sterility	7.　無菌試験への適合が要求される注射剤及び眼軟膏剤，点眼剤等の非注射剤への試験の適用	
Minimum number of items to be tested	8.　最少供試個数	
Table 1 Strains of the test micro-organisms suitable for use in the growth promotion test and the method suitability test	表 1　培地性能試験及び手法の適合性試験に適している試験用菌株	
Table 2 Minimum quantity to be used for each medium	表 2　各培地当たりの最少試料採取量	
Table 3 Minimum number of items to be tested	表 3　最少供試個数	非調和事項：大容量製剤を表示量 100mL 以上と規定

調和年月：2004年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Uniformity of Dosage Units	**6.02 製剤均一性試験法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載事項： 液剤に関して補足説明 有効成分を含まない部分の補足説明
Content uniformity	1. 含量均一性試験	
Solid dosage forms	(ⅰ)固形製剤	
Liquid dosage forms	(ⅱ)液剤	
Calculation of acceptance value	1.1. 判定値の計算	
Mass variation	2. 質量偏差試験	日本薬局方独自記載事項： 有効成分濃度が均一であることを仮定
Uncoated or film-coated tablets	(ⅰ)素錠又はフィルムコーティング錠	
Hard capsules	(ⅱ)硬カプセル剤	
Soft capsules	(ⅲ)軟カプセル剤	
Solid dosage forms other than tablets and capsules	(ⅳ)錠剤とカプセル剤以外の固形製剤	
Liquid dosage forms	(ⅴ)液剤	"in conditions of normal use. If necessary, compute the equivalent volume after determining the density." を削除
Calculation of acceptance value	2.1. 判定値の計算	
Criteria	3. 判定基準	
Solid and liquid dosage forms	(ⅰ)固形製剤及び液剤	
Table 1 Application of content uniformity (CU) and mass variation (MV) test for dosage forms	表 1 含量均一性試験及び質量偏差試験の各製剤への適用	日本薬局方独自記載事項： (分包品，凍結乾燥製剤等)，(完全に溶解した液)の補足説明の追記
Table 2	表 2	"at time of manufacture"，"For purposes of this Pharmacopoeia" を削除

調和年月：2004年6月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Test for Extractable Volume of Parenteral Preparations	**6.05 注射剤の採取容量試験法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Single-dose containers	1. 単回投与注射剤	
Multi-dose containers	2. 分割投与注射剤	
Cartridges and prefilled syringes	3. カートリッジ剤又は充てん済みシリンジ剤	
Parenteral infusions	4. 輸液剤	

調和年月：2004年6月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Particulate Matter in Injectables	**6.07 注射剤の不溶性微粒子試験法**	
(Introduction)	(前書き)	
Method 1. Light obscuration particle count test	1. 第 1 法 光遮蔽粒子計数法	
	1.1. 装置	日本薬局方独自記載事項： 装置の検証回数を記載
	1.1.1. 校正	日本薬局方独自記載事項
	1.1.1.1. 手動法	日本薬局方独自記載事項
	1.1.1.2. 電気法	日本薬局方独自記載事項
	1.1.1.3. 自動法	日本薬局方独自記載事項
	1.1.2. 試料容量精度	日本薬局方独自記載事項
	1.1.3. 試料流量	日本薬局方独自記載事項
	1.1.4. 計数精度	日本薬局方独自記載事項
	1.1.4.1. 粒径分解能	日本薬局方独自記載事項
	1.1.4.2. 計数率	日本薬局方独自記載事項
	1.1.4.3. 閾値設定濃度	日本薬局方独自記載事項
General precautions	1.2. 一般的注意事項	
Method	1.3. 操作法	
Evaluation	1.4. 判定	日本薬局方独自記載事項： 判定基準を表示量 100mL 以上と未満に区分
Method 2. Microscopic paerticle count test	2. 第 2 法 顕微鏡粒子計数法	
	2.1. 装置	

General precautions	2.2.　一般的注意事項	
Method	2.3.　操作法	
Evaluation	2.4.　判定	日本薬局方独自記載事項： 判定基準を表示量 100mL 以上と未満に区分
	3.　試薬	日本薬局方独自記載事項
1.　Circular diameter graticule	図 1　円形直径目盛り	

調和年月：2007年10月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Disintegration	**6.09 崩壊試験法**	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に顆粒剤，シロップ用剤及び丸剤を設定
Apparatus	1.　装置	
Basket-rack assembly	(ⅰ)試験器	日本薬局方独自記載事項： 試験器について変更可能な部分を例示
Disks	(ⅱ)補助盤	
	(ⅲ)補助筒	日本薬局方独自記載事項
Procedure	2.　操作法	
	2.1.　即放性製剤	日本薬局方独自記載事項： 顆粒剤，シロップ剤及び丸剤の試験法を設定 試験液として水の使用可能 試験器を試験液から出す時間を設定 試料の崩壊基準を設定 顆粒剤の操作法を規定
	2.2.　腸溶性製剤	日本薬局方独自記載事項： 腸溶性製剤の試験方法を設定
Figure 1　Disintegration apparatus	図 1　崩壊試験装置	
	図 2　補助筒	日本薬局方独自記載事項

調和年月：2008年11月(Rev. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Dissolution	**6.10 溶出試験法**	日本薬局方独自記載事項： 試験の目的として生物学的非同等性を防ぐことを追加
Apparatus	1.　装置	
Apparatus 1 (Basket apparatus)	1.1.　回転バスケット法の装置(装置 1)	
Apparatus 2 (Paddle apparatus)	1.2.　パドル法の装置(装置 2)	日本薬局方独自記載事項： シンカーは，医薬品各条に規定されている場合のみ使用可能
Apparatus 3 (Reciprocating cylinder)	規定しない.	
Apparatus 4 (Flow-through cell)	1.3.　フロースルーセル法の装置(装置 3)	
Apparatus suitability	2.　装置の適合性	
Procedure	3.　操作	
Apparatus 1 or 2	3.1.　回転バスケット法及びパドル法	
Immediate-release dosage forms	3.1.1.　即放性製剤	
Procedure	(ⅰ)操作	
Dissolution medium	(ⅱ)試験液	
Time	(ⅲ)試験時間	
Extended-release dosage forms	3.1.2.　徐放性製剤	
Procedure	(ⅰ)操作	
Dissolution medium	(ⅱ)試験液	
Time	(ⅲ)試験時間	
Delayed-release dosage forms	3.1.3.　腸溶性製剤	
Procedure	(ⅰ)操作	調和文書では操作方法 A と B いずれかを使用する
Method A		
Method B		
	(ⅱ)試験液	日本薬局方独自記載事項
Time	(ⅲ)試験時間	日本薬局方独自記載事項： 溶出試験第 1 液，第 2 液による試験時間を具体的に記載
Apparatus 3	規定しない.	
Immediate-release dosage forms		
Procedure		
Dissolution medium		
Time		

Extended-release dosage forms		
Procedure		
Dissolution medium		
Time		
Delayed-release dosage forms		
Procedure		
Time		
Apparatus 4	3.2.　フロースルーセル法	
Immediate-release dosage forms	3.2.1.　即放性製剤	
Procedure	(ⅰ)操作	
Dissolution medium	(ⅱ)試験液	
Time	(ⅲ)試験時間	
Extended-release dosage forms	3.2.2.　徐放性製剤	
Procedure	(ⅰ)操作	
Dissolution medium	(ⅱ)試験液	
Time	(ⅲ)試験時間	
Delayed-release dosage forms		
Procedure		
Time		
Interpretation	4.　判定	日本薬局方独自記載事項： 各条中，Q 値設定の場合は判定法 1 設定されていない場合は判定法 2
Immediate-release dosage forms	4.1.　即放性製剤	日本薬局方独自記載事項： 判定法 2 を設定
	4.1.1.　判定法 1	
	4.1.2.　判定法 2	
Extended-release dosage forms	4.2.　徐放性製剤	日本薬局方独自記載事項： 判定法 2 を設定
	4.2.1.　判定法 1	
	4.2.2.　判定法 2	
Delayed-release dosage forms	4.3.　腸溶性製剤	非調和事項： 試験液が異なる Q 値についての記載から不整合部分を削除 日本薬局方独自記載事項： 判定法 2 を設定
	4.3.1.　判定法 1	Q 値は各条にて規定された旨を記載
	4.3.2.　判定法 2	
Acceptance Table 1	判定基準表 1	
Acceptance Table 2	判定基準表 2	
Acceptance Table 3	判定基準表 3	
Acceptance Table 4	判定基準表 4	
Figure 1 Apparatus1 Basket stirring element	図 1　装置 1．回転軸及びバスケットの部分	
Figure 2 Paddle stirring element	図 2　装置 2．回転軸及びパドルの攪拌翼部分	
Figure 2a Alternative sinker	図 2a　シンカーの仕様例	
Figure 3 Apparatus 3	規定しない．	
Figure 4 Apparatus 4 (top) large cell for tablets and capsules (bottom) tablet holder for the large cell	図 3　装置 3 (上)　錠剤及びカプセル用の大型フロースルーセル (下)　大型フロースルーセル用の錠剤ホルダー	
Figure 5　Apparatus 4 (top) small cell for tablets and capsules (bottom) tablet holder for the small cell	図 3　装置 3 (上)　錠剤及びカプセル用の小型フロースルーセル (下)　小型フロースルーセル用の錠剤ホルダー	

調和年月：2002年9月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Ethanol	**エタノール**	
Identification A	確認試験としては規定しない.	示性値として比重が規定されている.
Identification B	確認試験	
Relative density	比重	15℃の比重で規定されている.
Appearance	純度試験(1)溶状	
Acidity or alkalinity	純度試験(2)酸又はアルカリ	
Volatile impurities	純度試験(3)揮発性混在物	
Absorbance	純度試験(4)他の混在物	
Residue on evaporation	純度試験(5)蒸発残留物	
Storage	貯法	

調和年月：2002年9月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Ethanol, Anhydrous	**無水エタノール**	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験としては規定しない.	示性値として比重が規定されている.
Identification B	確認試験	
Relative density	比重	15℃の比重で規定されている.
Appearance	純度試験(1)溶状	
Acidity or alkalinity	純度試験(2)酸又はアルカリ	
Volatile impurities	純度試験(3)揮発性混在物	
Absorbance	純度試験(4)他の混在物	
Residue on evaporation	純度試験(5)蒸発残留物	
Storage	貯法	

調和年月：2003年11月(Rev. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Sodium Chloride	**塩化ナトリウム**	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Acidity or alkalinity	純度試験(2)酸又はアルカリ	
Sulphates	純度試験(3)硫酸塩	
Phosphates	純度試験(4)リン酸塩	
Bromides	純度試験(5)臭化物	
Iodides	純度試験(6)ヨウ化物	
Ferrocyanides	純度試験(7)フェロシアン化合物	
Iron	純度試験(9)鉄	
Barium	純度試験(10)バリウム	
Magnesium and alkaline-earth metals	純度試験(11)マグネシウム及びアルカリ土類金属	
Aluminium	規定しない.	
Nitrites	規定しない.	
Potassium	規定しない.	
Loss on drying	乾燥減量	
Assay	定量法	

調和年月：2008年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Carmellose	**カルメロース**	
Definition	基原	
Identification (1)	確認試験(1)	
Identification (2)	確認試験(2)	
Purity (1) Chloride	純度試験(1)塩化物	
Purity (2) Sulfate	純度試験(2)硫酸塩	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	

調和年月：2003年7月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Carboxymethylcellulose Calcium	**カルメロースカルシウム**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
Identification D	確認試験(4)	
Alkalinity	純度試験(1)アルカリ	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Limit of chloride	純度試験(2)塩化物	
Limit of sulfate	純度試験(3)硫酸塩	

調和年月：2001年10月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Croscarmellose Sodium	**クロスカルメロースナトリウム**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Settling volume	沈降試験	
Degree of substitution	置換度	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Packaging and storage	貯法	

調和年月：2003年11月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Citric Acid, Anhydrous	**無水クエン酸**	
Definition	成分の含量規定	
Appearance of solution	純度試験(1)溶状	
Sulphates	純度試験(2)硫酸塩	
Oxalic acid	純度試験(3)シュウ酸	
Readily carbonisable substances	純度試験(5)硫酸呈色物	
Aluminium	規定しない.	
Water	水分	
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2003年11月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Citric Acid Monohydrate	**クエン酸水和物**	
Definition	成分の含量規定	
Appearance of solution	純度試験(1)溶状	
Sulphates	純度試験(2)硫酸塩	
Oxalic acid	純度試験(3)シュウ酸	
Readily carbonisable substances	純度試験(5)硫酸呈色物	
Aluminium	規定しない.	
Water	水分	
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2003年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Saccharin	**サッカリン**	
Definition	成分の含量規定	
Limit of benzoate and salicylate	純度試験(3)安息香酸塩及びサリチル酸塩	
Readily carbonisable substances	純度試験(5)硫酸呈色物	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Assay	定量法	
Packaging and storage	貯法	

調和年月：2004年2月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Saccharin Sodium	**サッカリンナトリウム水和物**	
Definition	成分の含量規定	
Identification B, C	確認試験(2)	
Acidity or alkalinity	純度試験(2)酸又はアルカリ	
Limit of benzoate and salicylate	純度試験(4)安息香酸塩及びサリチル酸塩	
Readily carbonizable substances	純度試験(6)硫酸呈色物	
Water	水分	
Assay	定量法	

調和年月：2001年10月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Cellacefate	**セラセフェート**	
Definition	アセチル基及びカルボキシベンゾイル基の含量規定	
Identification	確認試験	
Viscosity	粘度	
Limit of free acid	純度試験(2)遊離酸	
Water	水分	
Residue on ignition	強熱残分	
Phthalyl content	定量法(1)カルボキシベンゾイル基	
Content of acetyl	定量法(2)アセチル基	
Packaging and storage	貯法	

調和年月：2005年5月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Microcrystalline Cellulose	**結晶セルロース**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(3)	
pH	pH	
Water-soluble substances	純度試験(2)水可溶物	
Ether-soluble substances	純度試験(3)ジエチルエーテル可溶物	
Conductivity	導電率	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Bulk density	かさ密度	

調和年月：2005年5月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Powdered Cellulose	**粉末セルロース**	
Definition	基原	
Labeling	平均重合度の表示規定	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(3)	
pH	pH	
Water-soluble substances	純度試験(2)水可溶物	
Ether-soluble substances	純度試験(3)ジエチルエーテル可溶物	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	

調和年月：2008年6月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Talc	**タルク**	
Definition	基原，マグネシウムの含量規定	
Identification	確認試験	
Acidity and alkalinity	純度試験(1)酸及びアルカリ	
Aluminium	純度試験(5)アルミニウム	
Calcium	純度試験(7)カルシウム	
Iron	純度試験(4)鉄	
Lead	純度試験(6)鉛	
Magnesium	定量法	
Loss on ignition	強熱減量	

調和年月：2007年10月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Wheat Starch	**コムギデンプン**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Iron	純度試験(1)鉄	
Total protein	規定しない.	
Oxidising substances	純度試験(2)酸化性物質	
Sulphur dioxide	純度試験(3)二酸化イオウ	
Loss on drying	乾燥減量	
Sulphated ash	強熱残分	

調和年月：2006年10月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Rice Starch	**コメデンプン**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Iron	純度試験(1)鉄	
Loss on drying	乾燥減量	
Sulphated ash	強熱残分	
Oxidising substances	純度試験(2)酸化性物質	
Sulphur dioxide	純度試験(3)二酸化イオウ	

調和年月：2007年10月(Rev. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Corn Starch	**トウモロコシデンプン**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Limit of iron	純度試験(1)鉄	
Limit of oxidizing substances	純度試験(2)酸化性物質	
Sulfur dioxide determination	純度試験(3)二酸化イオウ	

調和年月：2007年10月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Potato Starch	**バレイショデンプン**	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Iron	純度試験(1)鉄	
Oxidising substances	純度試験(2)酸化性物質	
Sulphur dioxide	純度試験(3)二酸化イオウ	
Loss on drying	乾燥減量	
Sulphated ash	強熱残分	

調和年月：2005年5月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Sodium Starch Glycolate	**デンプングリコール酸ナトリウム**	
Definition	基原，ナトリウムの含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(3)	
pH	pH	
Loss on drying	乾燥減量	
Limit of iron	純度試験(2)鉄	
Limit of sodium chloride	純度試験(4)塩化ナトリウム	
Limit of sodium glycolate	純度試験(3)グリコール酸ナトリウム	
Assay	定量法	

調和年月：2008年6月(Rev. 3)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Anhydrous Lactose	**無水乳糖**	
Definition	基原	
Clarity and color of solution	純度試験(1)溶状	
Specific rotation	旋光度	
Acidity or alkalinity	純度試験(2)酸又はアルカリ	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Water	水分	
Protein and light-absorbing impurities	純度試験(4)たん白質及び光吸収物質	
Content of alpha and beta anomers	異性体比	

調和年月：2008年6月(Rev. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Lactose Monohydrate	**乳糖水和物**	
Definition	基原	
Clarity and color of solution	純度試験(1)溶状	
Identification	確認試験	
Specific rotation	旋光度	
Acidity or alkalinity	純度試験(2)酸又はアルカリ	
Residue on ignition	強熱残分	
Water	水分	
Protein and light-absorbing impurities	純度試験(4)たん白質及び光吸収物質	

調和年月：2004年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Ethyl Parahydroxy-benzoate	**パラオキシ安息香酸エチル**	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1)溶状	
Acidity	純度試験(2)酸	
Related substances	純度試験(4)類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2004年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Butyl Parahydroxy-benzoate	**パラオキシ安息香酸ブチル**	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1)溶状	
Acidity	純度試験(2)酸	
Related substances	純度試験(4)類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2004年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Propyl Parahydroxy-benzoate	**パラオキシ安息香酸プロピル**	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1)溶状	
Acidity	純度試験(2)酸	
Related substances	純度試験(4)類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2004年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Methyl Parahydroxy-benzoate	**パラオキシ安息香酸メチル**	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1)溶状	
Acidity	純度試験(2)酸	
Related substances	純度試験(4)類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2003年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Hydroxypropyl Methylcellulose	**ヒプロメロース**	
Definition	メトキシル基及びヒドロキシプロポキシル基の含量規定	
Labeling	粘度の表示規定	
Identification (1)	確認試験(1)	
Identification (2)	確認試験(2)	
Identification (3)	確認試験(3)	
Identification (4)	確認試験(4)	
Identification (5)	確認試験(5)	
Viscosity	粘度	
Method 1	第 1 法	
Method 2	第 2 法	
pH	pH	
Heavy metals	純度試験　重金属	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2006年6月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Hypromellose Phthalate	**ヒプロメロースフタル酸エステル**	
Definition	基原，カルボキシベンゾイル基の含量規定	
Packaging and storage	貯法	
Viscosity	粘度	
Water	水分	
Residue on ignition	強熱残分	
Chloride	純度試験(1)塩化物	
Limit of free phthalic acid	純度試験(3)フタル酸	
Phthalyl content	定量法	

調和年月：2008年6月(Rev. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Benzyl Alcohol	**ベンジルアルコール**	
Definition	成分の含量規定	
Refractive index	屈折率	
Acidity	純度試験(2)酸	
Benzaldehyde and other related substances	純度試験(3)ベンズアルデヒド及び他の類縁物質	
Peroxide value	純度試験(4)過酸化物価	
Residue on evaporation	純度試験(5)蒸発残留物	
Assay	定量法	

調和年月：2005年11月(Rev. 1)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Methylcellulose	**メチルセルロース**	
Definition	メトキシル基の含量規定	
Labeling	粘度の表示規定	
Identification (1)	確認試験(1)	
Identification (2)	確認試験(2)	
Identification (3)	確認試験(3)	
Identification (4)	確認試験(4)	
Identification (5)	確認試験(5)	
Viscosity	粘度	
Method 1	第 1 法	
Method 2	第 2 法	
pH	pH	
Heavy metals	純度試験　重金属	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2005年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Anhydrous Dibasic Calcium Phosphate	**無水リン酸水素カルシウム**	
Definition	成分の含量規定	
Identification (1)	確認試験(1)	
Identification (2)	確認試験(2)	
Acid insoluble substances	純度試験(1)酸不溶物	
Chloride	純度試験(2)塩化物	
Sulfate	純度試験(3)硫酸塩	
Carbonate	純度試験(4)炭酸塩	
Barium	純度試験(6)バリウム	
Loss on ignition	強熱減量	
Assay	定量法	

調和年月：2005年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
Dibasic Calcium Phosphate	**リン酸水素カルシウム水和物**	
Definition	成分の含量規定	
Identification (1)	確認試験(1)	
Identification (2)	確認試験(2)	
Acid insoluble substances	純度試験(1)酸不溶物	
Chloride	純度試験(2)塩化物	
Sulfate	純度試験(3)硫酸塩	
Carbonate	純度試験(4)炭酸塩	
Barium	純度試験(6)バリウム	
Loss on ignition	強熱減量	
Assay	定量法	

調和年月：2007年5月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Powder Fineness	**粉体の細かさ表示法**	

調和年月：2004年6月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Powder Flow	**粉体の流動性**	
(Introduction)	(前書き)	
Angle of repose	1.　安息角測定法	
Basic methods for angle of repose	1.1.　基本的測定法	
Variations in angle of repose methods	1.2.　基本的測定法の変法	
Angle of repose general scale of flowability	1.3.　安息角に関する流動性の一般的尺度	
Experimental considerations for angle of repose	1.4.　測定に関して留意すべき点	
Recommended procedure for angle of repose	1.5.　推奨される測定手順	
Compressibility index and Hausner ratio	2.　圧縮度及び Hausner 比測定法	
Basic methods for compressibility index and Hausner ratio	2.1.　基本的測定法	
Experimental considerations for the compressibility index and Hausner ratio	2.2.　測定に関して留意すべき点	
Recommended procedure for compressibility index and Hausner ratio	2.3.　推奨される測定手順	
Flow through an orifice	3.　オリフィスからの流出速度測定法	
Basic methods for flowthrough an orifice	3.1.　基本的測定法	
Variations in methods for flow through an orifice	3.2.　基本的測定法の変法	
General scale of flowability for flow through an orifice	3.3.　オリフィスからの流出速度に関する流動性の一般的尺度	
Experimental considerations for flow through an orifice	3.4.　測定に関して留意すべき点	
Recommended procedure for flow through an orifice	3.5.　推奨される測定手順	
Shear cell methods	4.　せん断セル法	
Basic methods for shear cell	4.1.　基本的測定法	
Recommendations for shear cell	4.2.　推奨される事項	
Table 1 Flow properties and corresponding angle of repose	表 1　流動特性と対応する安息角	
Table 2 Scale of flowability	表 2　流動性の尺度	

調和年月：2008年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Particle-size Analysis by Laser Light Diffraction	**レーザー回折法による粒子径測定法**	
Introduction	(前書き)	
Principle	1.　原理	
Instrument	2.　装置	
Development of the method	3.　測定法の予備的検討	
Sampling	3.1.　サンプリング	
Evaluation of the dispersion procedure	3.2.　分散法の評価	
Optimisation of the liquid dispersion	3.3.　液体中での分散の最適化	
Optimisation of the gas dispersion	3.4.　気体中での分散の最適化	
Determination of the concentration range	3.5.　濃度範囲の決定	
Determination of the measuring time	3.6.　測定時間の決定	
Selection of an appropriate optical model	3.7.　適正な光学モデルの選択	
Validation	3.8.　バリデーション	
Measurement	4.　測定	
Precautions	4.1.　測定前の注意事項	
Measurement of the light scattering of dispersed sample(s)	4.2.　分散試料の光散乱の測定	
Conversion of scattering pattern into particle-size distribution	4.3.　散乱パターンの粒子径分布への変換	
Replicates	4.4.　繰返し回数	
Reporting of results	5.　結果の記録	
Control of the instrument performance	6.　装置の性能管理	
Calibration	6.1.　校正	
Qualification of the system	6.2.　システムの適合性評価	
Figure 1 Example of a set-up of laser light diffraction instrument	図 1　レーザー回折装置の構成例	
Note	注 1 注 2	調和文書の冒頭の一文を注 2 として記載

調和年月：2002年9月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Amino Acid Analysis	**アミノ酸分析法**	
Apparatus	装置	
General precautions	一般的注意	
Reference standard material	標準物質	
Calibration of instrumentation	装置の校正	
Repeatability	再現性	
Sample preparation	試料調製	
Internal standards	内標準物質	
Protein hydrolysis	たん白質の加水分解	
Method 1	方法 1	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Procedure	操作法	
Method 2	方法 2	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Vapor phase hydrolysis	気相加水分解	
Method 3	方法 3	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Vapor phase hydrolysis	気相加水分解	
Method 4	方法 4	
Oxidation solution	酸化液	
Procedure	操作法	
Method 5	方法 5	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Liquid phase hydrolysis	液相加水分解	
Method 6	方法 6	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Vapor phase hydrolysis	気相加水分解	
Method 7	方法 7	
Reducing solution	還元液	
Procedure	操作法	
Method 8	方法 8	
Stock solutions	原液	
Reducing solution	還元液	
Procedure	操作法	
Method 9	方法 9	
Stock solutions	原液	
Carboxymethylation solution	カルボキシメチル化溶液	
Buffer solution	緩衝液	
Procedure	操作法	
Method 10	方法 10	
Reducing solution	還元液	
Procedure	操作法	
Method 11	方法 11	
Reducing solutions	還元液	
Procedure	操作法	
Methodologies of amino acid analysis general principles	アミノ酸分析の方法論とその基本原理	
Method 1-Postcolumn ninhydrin detection general principle	方法 1　ニンヒドリンによるポストカラム検出法	
Method 2-Postcolumn OPA fluorometric detection general principle	方法 2　OPA によるポストカラム蛍光検出法	
Method 3-Precolumn PITC derivatization general principle	方法 3　PITC プレカラム誘導体化法	
Method 4-Precolumn AQC derivatization general principle	方法 4　AQC プレカラム誘導体化法	
Method 5-Precolumn OPA derivatization general principle	方法 5　OPA プレカラム誘導体化法	
Method 6-Precolumn DABS-Cl derivatization general principle	方法 6　DABS-Cl プレカラム誘導体化法	
Method 7-Precolumn	方法 7　FMOC-Cl プレ	

FMOC-Cl derivatization general principle	カラム誘導体化法	
Method 8-Precolumn NBD-F derivatization general principle	方法８　NBD-F プレカラム誘導体化法	
Data calculation and analysis	データの計算と解析	
Calculations	計算	
Amino acid mole percent	アミノ酸のモル％	
Unknown protein samples	未知たん白質試料	
Known protein samples	既知たん白質試料	

調和年月：1999年10月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Sodium Dodecyl Sulphate Polyacrylamide Gel Electrophoresis (SDS-PAGE)	**SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法**	
Characteristics of polyacrylamide gels	1.　ポリアクリルアミドゲルの特性	
Denaturing polyacrylamide gel electrophoresis	2.　変性条件下ポリアクリルアミドゲル電気泳動	
Reducing conditions	2.1.　還元条件	
Non-reducing conditions	2.2.　非還元条件	
Characteristics of discontinuous buffer system gel electrophoresis	3.　不連続緩衝液系ゲル電気泳動の特徴	
Preparing vertical discontinuous buffer SDS-polyacrylamide gels	4.　垂直不連続緩衝液系 SDS－ポリアクリルアミドゲルの調製	
Assembling of the gel moulding cassette	4.1.　ゲル形成カセットの組立	
Preparation of the gel	4.2.　ゲルの調製	
Mounting the gel in the electrophoresis apparatus and electrophoretic separation	4.3.　電気泳動装置へのゲルの取り付け及び泳動分離	
Detection of protein in gels	5.　ゲル中のたん白質の検出	
Coomassie staining	5.1.　クーマシー染色	
Silver staining	5.2.　銀染色	
Drying of stained SDS polyacrylamide gels	6.　染色した SDS－ポリアクリルアミドゲルの乾燥	
Molecular-mass determination	7.　分子量の測定	
Validation of the test	8.　実施した試験の適合性(バリデーション)	
Quantification of impurities	9.　不純物の定量	
Reagents，test solutions	10.　試薬・試液	
Blocking solution	停止試液	
Coomassie staining solution	クーマシー染色試液	
Destaining solution	脱色試液	
Developer solution	現像試液	
Fixing solution	固定試液	
Silver nitrate reagent	硝酸銀試液，銀染色用	
Trichloroacetic acid reagent	トリクロロ酢酸試液，固定用	
Table 1 Preparation of resolving gel	表１　分離ゲルの調製	
Table 2 Preparation of stacking gel	表２　濃縮ゲルの調製	

調和年月：2010年6月(Corr. 2)

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Capillary Electrophoresis	**キャピラリー電気泳動法**	
Apparatus	装置	
Capillary zone electrophoresis	1.　キャピラリーゾーン電気泳動法	
Optimisation	分離の最適化	
Instrumental parameters	機器に関するパラメーター	
Voltage	(1)　電圧	
Polarity	(2)　極性	
Temperature	(3)　温度	
Capillary	(4)　毛細管	
Electrolytic solution parameters	電解質溶液に関するパラメーター	
Buffer type and concentration	(1)　緩衝液の種類と濃度	
Buffer pH	(2)　緩衝液の pH	
Organic solvents	(3)　有機溶媒	
Additives for chiral separations	(4)　キラル分離のための添加物質	
Capillary gel electrophoresis	2.　キャピラリーゲル電気泳動法	
Characteristics of gels	ゲルの特徴	
Capillary isoelectric focusing	3.　キャピラリー等電点電気泳動法	
Loading step	(1)　試料添加	
loading in one step	(ｉ)　ワンステップ添加	
sequential loading	(ii)　連続的な添加	
Focusing step	(2)　集束	
Mobilisation step	(3)　移動	
Optimisation	最適化	
Voltage	(1)　電圧	
Capillary	(2)　毛細管	
Solutions	(3)　溶液類	
Micellar electrokinetic chromatography (MEKC)	4.　ミセル動電クロマトグラフィー(MEKC)	
Optimisation	最適化	
Instrumental parameters	機器に関するパラメーター	
Voltage	(1)　電圧	
Temperature	(2)　温度	
Capillary	(3)　毛細管	
Electrolytic solution parameters	電解質溶液に関するパラメーター	
Surfactant type and concentration	(1)　界面活性剤の種類と濃度	
Buffer pH	(2)　緩衝液の pH	
Organic solvents	(3)　有機溶媒類	
Additives for chiral separations	(4)　光学分離用添加物質	
Other additives	(5)　その他の添加剤	
Quantification	定量分析	
Calculations	計算	
System Suitability	適合性パラメーター	
Apparent number of theoretical plates	理論段数	
Resolution	分離度	
Symmetry factor	ピークの対称性	
Signal-to-noise ratio	シグナル－ノイズ比	

調和年月：2002年9月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Total Protein Assay	**たん白質定量法**	
Method 1	方法 1 （紫外吸収法）	
Standard solution	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Procedure	操作法	
Light-scattering	光散乱	
Calculations	計算法	
Method 2	方法 2 （Lowry 法）	日本薬局方独自記載事項：脚注に公定書名を記載
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Reagents and solutions	試薬・試液	
Copper sulfate reagent	硫酸銅試液	
SDS solution	SDS 試液，5 %	
Sodium hydroxide solution	水酸化ナトリウム溶液	
Alkaline copper reagent	アルカリ性銅試液	
Diluted folin-ciocalteu's phenol reagent	希フォリン試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Interfering substances	妨害物質	
Sodium deoxycholate reagent	デオキシコール酸ナトリウム試液	
Trichloroacetic acid reagent	トリクロロ酢酸試液	
Procedure	操作法	
Method 3	方法 3 （Bradford 法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Coomassie reagent	クーマシー試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Method 4	方法 4 （ビシンコニン酸法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Reagents	試薬・試液	
BCA reagent	BCA 試液	
Copper sulfate reagent	硫酸銅試液	
Copper-BCA reagent	銅・BCA 試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Method 5	方法 5 （Biuret 法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Biuret reagent	ビウレット試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Interfering substances	妨害物質	
Comments	解説	
Method 6	方法 6 （蛍光法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Reagents	試薬・試液	
Borate buffer	ホウ酸緩衝液	
Stock OPA reagent	OPA 試液原液	
OPA reagent	OPA 試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Method 7	方法 7 （窒素測定法）	
Procedure A	操作法 A	
Procedure B	操作法 B	
Calculations	計算法	

調和年月：2002年9月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Isoelectric Focusing	**等電点電気泳動法**	
Theoretical aspects	理論	
Practical aspects	操作	
Apparatus	装置	
Isoelectric focusing in polyacrylamide gels: detailed procedure	ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法：操作の詳細	
Preparation of the gels	平板ゲルの調製法	
1) 7.5 per cent polyacrylamide gel	7.5%ポリアクリルアミドゲル	
2) Preparation of the mould	型枠の組み立て	
Method	方法	
Variations to the detailed procedure (subject to validation)	本試験法の細部の変更（検証の必要な項目）	
Validation of iso-electric focusing procedures	等電点電気泳動操作法の検証	
Specified variation to the general method	本法の規定の変更	
Point to consider	注意	
Figure-Mould	図 装置	
Reagents	試薬・試液	
Fixing solution for isoelectric focusing in polyacrylamide gel	ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動用固定液	
	クーマシー染色試液	日本薬局方独自記載事項
	脱色液	日本薬局方独自記載事項

調和年月：2002年9月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Peptide Mapping	**ペプチドマップ法**	
Purpose and scope	(前書き)	
The peptide map	1.　ペプチドマップ	
Isolation and purification	2.　分離と精製	
Selective cleavage of peptide bonds	3.　ペプチド結合の選択的切断	
Pretreatment of sample	3.1.　試料の前処理	
Pretreatment of the cleavage agent	3.2.　切断剤の前処理	
Pretreatment of the protein	3.3.　たん白質の前処理	
Establishment of optimal digestion conditions	3.4.　至適消化条件の設定	
pH	(ⅰ)pH	
Temperature	(ⅱ)温度	
Time	(ⅲ)反応時間	
Amount of cleavage agent	(ⅳ)切断剤の量	
Chromatographic separation	4.　クロマトグラフィーによる分離	
Chromatographic column	4.1.　分離用カラム	
Solvent	4.2.　溶媒	
Mobile phase	4.3.　移動相	
Gradient selection	4.4.　グラジエント法の選択	
Isocratic selection	4.5.　アイソクラティック法の選択	
Other parameters	4.6.　その他のパラメーター	
Validation	4.7.　システム適合性	
Analysis and identification of peptides	5.　ペプチドの分析と確認	
Table 1 Examples of cleavage agents	表 1　切断剤の例	
Table 2 Techniques used for the separation of peptides	表 2　ペプチドの分離方法	

調和年月：2005年11月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Microbiological Examination of Non-sterile Products:	**非無菌医薬品の微生物学的品質特性**	日本薬局方独自記載事項： 1.　定義 2.　試験の適用除外 3.　試料の採取方法及び試験の実施頻度 4.　微生物管理計画書
Acceptance criteria for pharmaceutical preparations and substances for pharmaceutical use	5.　非無菌医薬品の微生物許容基準値	日本薬局方独自記載事項： 微生物許容基準値に関する説明 日本薬局方独自記載事項： 6.　生薬及び生薬を配合した製剤に対する微生物許容基準値
Table 2. Acceptance criteria for microbiological quality of non-sterile substances for pharmaceutical use	表 1　非無菌医薬品原料の微生物学的品質に対する許容基準値	
Table 1. Acceptance criteria for microbiological quality of non-sterile dosage forms	表 2　非無菌製剤の微生物学的品質に対する許容基準値	
	表 3　主薬及び生薬を配合した製剤の微生物学的品質に対する許容基準値	日本薬局方独自記載事項

調和年月：2004年2月

薬局方調和事項	第十六改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Tablet Friability	**錠剤の摩損度試験法**	

原子量表(2010)について

元素の原子量は1961年，「質量数12の炭素(^{12}C)の質量を12(端数無し)としたときの相対質量とする」と決められた．以来，質量分析法等の物理的手法による各元素の核種の質量と同位体組成の測定データは質，量ともに格段に向上した．国際純正・応用化学連合(IUPAC)の，原子量及び同位体存在度委員会(CIAAW)では，新しく測定されたデータの収集と検討をもとに原子量表の改定を行い，2年ごと(奇数年)に新しい原子量表を発表している．これを受けて，日本化学会原子量委員会では，IUPACの原子量表をもとに毎年4月にその年の原子量表を発表している．以下に示す2010年版の原子量表の数値はIUPACから2007年に発表された原子量の改定[*1]に基づいている．さらに詳しいことはIUPACの原子量及び同位体存在度委員会の報告書[*2]及び総説[*3]を参照していただきたい．

原子量表に記載されている各元素の原子量の値は，表の前文に書かれているように，地球上に起源を持ち，天然に存在する物質中の元素に対する値である．原子量は単核種元素(一つの安定核種からなる元素)以外の元素では光の速度のような自然界の定数ではなく，その元素を含む物質の起源や処理の仕方などによって変わりうるものである．これは原子量がそれぞれの元素を構成している安定核種の相対存在度(同位体比)に依存するからである．測定技術の進歩によって，各元素の同位体存在度は必ずしも一定ではなく，地球上で起こる様々な過程のために変動し，それが原子量に反映することがわかってきた．その結果，元素間で原子量の精度に差が生じることになった．原子量表で各原子量の値に続く(　)の中に示した数字は，その原子量の最後の桁の値に対する不確かさである．例えば水素の場合の1.00794(7)は1.00794±0.00007を意味する．

単核種元素の原子量は最も正確で，精度も高い．それは，単核種元素は複数の安定同位体をもたないために同位体比を考慮する必要がないからである．このような元素の原子量は，物理的手法で求めたそれぞれの核種の質量[*4]をもとに一定の基準で不確かさを考慮して決められる．

元素の中には地球上で採取された試料の大部分ではある一定の同位体組成を示すが，ある特定の試料ではそれらの値と異なった同位体組成を示すものがある．このような元素には注に“g”と記し，試料によってはこれらの元素の原子量として原子量表の値をそのまま使うことができないことを示す．これに対して，例えば酸素のように，空気，海水，陸水，岩石など種々の形態で地球上に存在し，これらの物質間で同位体組成が変動しているため，どれか1つの値に収束できない元素がある．注の“r”は，このように同位体組成の測定技術がどんなに進歩しても精度のよい原子量を与えることができない元素に付けられている．一方，元素によっては人為的に同位体分別を受けたものが試薬として一般に利用されている可能性がある．代表的な元素として，水素，リチウム，ホウ素，ウランなどがある．注の“m”はこのような元素に付けられており，特に原子量が問題となるような場合には試薬のラベルを参照するなどして注意する必要がある．

*1 IUPAC Inorganic Chemistry Division, CIAAW : Standard Atomic Weights Revised. *Chem. Int.*, **29**, 18(2007).

*2 IUPAC Inorganic Chemistry Division, CIAAW : Atomic Weights of the Elements 2007, *Pure Appl. Chem.*, **81**, 2131 (2009).

*3 J. R. De Laeter *et al.* : Atomic Weights of the Elements : Review 2000. *Pure Appl. Chem.*, **75**, 683 (2003).

*4 G. Audi *et al.* : The AME 2003 Atomic Mass Evaluation (Ⅱ). Tables, graphs and references. *Nucl. Phys. A*, **729**, 337 (2003).

原子量表(2010)

(元素の原子量は，質量数12の炭素(^{12}C)を12とし，これに対する相対値とする．但し，^{12}Cは核及び電子が基底状態にある中性原子である．)

多くの元素の原子量は一定ではなく，物質の起源や処理の仕方に依存する．原子量とその不確かさ#は地球上に起源をもち，天然に存在する物質中の元素に適用される．この表の脚注には，個々の元素に起こりうるもので，原子量に付随する不確かさを越える可能性のある変動の様式が示されている．原子番号112から118までの元素名は暫定的なものである．

元素名	元素記号	原子番号	原子量	脚注
アインスタイニウム*	Es	99		
亜鉛	Zn	30	65.38(2)	r
アクチニウム*	Ac	89		
アスタチン*	At	85		
アメリシウム*	Am	95		
アルゴン	Ar	18	39.948(1)	g r
アルミニウム	Al	13	26.9815386(8)	
アンチモン	Sb	51	121.760(1)	g
硫黄	S	16	32.065(5)	g r
イッテルビウム	Yb	70	173.054(5)	g
イットリウム	Y	39	88.90585(2)	
イリジウム	Ir	77	192.217(3)	
インジウム	In	49	114.818(3)	
ウラン*	U	92	238.02891(3)	g m
ウンウンオクチウム*	Uuo	118		
ウンウンクアジウム*	Uuq	114		
ウンウントリウム*	Uut	113		
ウンウンヘキシウム*	Uuh	116		
ウンウンペンチウム*	Uup	115		
エルビウム	Er	68	167.259(3)	g
塩素	Cl	17	35.453(2)	g m r
オスミウム	Os	76	190.23(3)	g
カドミウム	Cd	48	112.411(8)	g
ガドリニウム	Gd	64	157.25(3)	g
カリウム	K	19	39.0983(1)	
ガリウム	Ga	31	69.723(1)	
カリホルニウム*	Cf	98		
カルシウム	Ca	20	40.078(4)	g
キセノン	Xe	54	131.293(6)	g m
キュリウム*	Cm	96		
金	Au	79	196.966569(4)	
銀	Ag	47	107.8682(2)	g
クリプトン	Kr	36	83.798(2)	g m
クロム	Cr	24	51.9961(6)	
ケイ素	Si	14	28.0855(3)	r
ゲルマニウム	Ge	32	72.64(1)	
コバルト	Co	27	58.933195(5)	
コペルニシウム*	Cn	112		
サマリウム	Sm	62	150.36(3)	g
酸素	O	8	15.9994(3)	g r
ジスプロシウム	Dy	66	162.500(1)	g
シーボーギウム*	Sg	106		
臭素	Br	35	79.904(1)	
ジルコニウム	Zr	40	91.224(2)	g
水銀	Hg	80	200.59(2)	
水素	H	1	1.00794(7)	g m r
スカンジウム	Sc	21	44.955912(6)	
スズ	Sn	50	118.710(7)	g
ストロンチウム	Sr	38	87.62(1)	g r
セシウム	Cs	55	132.9054519(2)	
セリウム	Ce	58	140.116(1)	g
セレン	Se	34	78.96(3)	r
ダームスタチウム*	Ds	110		
タリウム	Tl	81	204.3833(2)	
タングステン	W	74	183.84(1)	
炭素	C	6	12.0107(8)	g r
タンタル	Ta	73	180.94788(2)	
チタン	Ti	22	47.867(1)	
窒素	N	7	14.0067(2)	g r
ツリウム	Tm	69	168.93421(2)	
テクネチウム*	Tc	43		
鉄	Fe	26	55.845(2)	
テルビウム	Tb	65	158.92535(2)	
テルル	Te	52	127.60(3)	g
銅	Cu	29	63.546(3)	r
ドブニウム*	Db	105		
トリウム*	Th	90	232.03806(2)	g
ナトリウム	Na	11	22.98976928(2)	
鉛	Pb	82	207.2(1)	g r
ニオブ	Nb	41	92.90638(2)	
ニッケル	Ni	28	58.6934(4)	r
ネオジム	Nd	60	144.242(3)	g
ネオン	Ne	10	20.1797(6)	g m
ネプツニウム*	Np	93		
ノーベリウム*	No	102		
バークリウム*	Bk	97		
白金	Pt	78	195.084(9)	
ハッシウム*	Hs	108		
バナジウム	V	23	50.9415(1)	
ハフニウム	Hf	72	178.49(2)	
パラジウム	Pd	46	106.42(1)	g
バリウム	Ba	56	137.327(7)	
ビスマス*	Bi	83	208.98040(1)	
ヒ素	As	33	74.92160(2)	
フェルミウム*	Fm	100		
フッ素	F	9	18.9984032(5)	
プラセオジム	Pr	59	140.90765(2)	
フランシウム*	Fr	87		
プルトニウム*	Pu	94		
プロトアクチニウム*	Pa	91	231.03588(2)	
プロメチウム*	Pm	61		
ヘリウム	He	2	4.002602(2)	g r
ベリリウム	Be	4	9.012182(3)	
ホウ素	B	5	10.811(7)	g m r
ボーリウム*	Bh	107		
ホルミウム	Ho	67	164.93032(2)	
ポロニウム*	Po	84		
マイトネリウム*	Mt	109		
マグネシウム	Mg	12	24.3050(6)	
マンガン	Mn	25	54.938045(5)	
メンデレビウム*	Md	101		
モリブデン	Mo	42	95.96(2)	g r
ユウロピウム	Eu	63	151.964(1)	g
ヨウ素	I	53	126.90447(3)	
ラザホージウム*	Rf	104		
ラジウム*	Ra	88		
ラドン*	Rn	86		
ランタン	La	57	138.90547(7)	g
リチウム	Li	3	[6.941(2)]†	g m r
リン	P	15	30.973762(2)	
ルテチウム	Lu	71	174.9668(1)	g
ルテニウム	Ru	44	101.07(2)	g
ルビジウム	Rb	37	85.4678(3)	g
レニウム	Re	75	186.207(1)	
レントゲニウム*	Rg	111		
ロジウム	Rh	45	102.90550(2)	
ローレンシウム*	Lr	103		

#：不確かさは( )内の数字で表され，有効数字の最後の桁に対応する．例えば，亜鉛の場合の65.38(2)は65.38±0.02を意味

する．

＊：安定同位体のない元素(次表参照)．これらの元素については原子量が示されていないが，プロトアクチニウム，トリウム，ウランは例外で，これらの元素は地球上で固有の同位体組成を示すので原子量が与えられている．

†：市販品中のリチウム化合物中のリチウムの原子量は6.939から6.996の幅をもつ(「元素の同位体組成表2010」の注bを参照)．より正確な原子量が必要な場合は，個々の物質について測定する必要がある．

g：当該元素の同位体組成が正常な物質が示す変動幅を越えるような地質学的試料が知られている．そのような試料中では当該元素の原子量とこの表の値との差が，表記の不確かさを越えることがある．

m：不詳な，あるいは不適切な同位体分別を受けたために同位体組成が変動した物質が市販品中に見いだされることがある．そのため，当該元素の原子量が表記の値とかなり異なることがある．

r：通常の地球上の物質の同位体組成に変動があるために表記の原子量より精度の良い値を与えることができない．表中の原子量は通常の物質すべてに適用されるものとする．

安定同位体のない元素

この表は，原子量表(2010)で＊を付した安定同位体のない元素についてまとめたものである．

原子番号	元素名	元素記号	同位体の質量数†
43	テクネチウム	Tc	97,98,99
61	プロメチウム	Pm	145,146,147
83	ビスマス	Bi	209
84	ポロニウム	Po	208,209,210
85	アスタチン	At	210,211
86	ラドン	Rn	210,211,222
87	フランシウム	Fr	212,222,223
88	ラジウム	Ra	226,228
89	アクチニウム	Ac	225,227
90	トリウム	Th	230,232
91	プロトアクチニウム	Pa	231,233
92	ウラン	U	233,234,235,236,238
93	ネプツニウム	Np	236,237
94	プルトニウム	Pu	238,239,240,241,242,244
95	アメリシウム	Am	241,243
96	キュリウム	Cm	243,244,245,246,247,248
97	バークリウム	Bk	247,249
98	カリホルニウム	Cf	249,250,251,252
99	アインスタイニウム	Es	252,254
100	フェルミウム	Fm	253,257
101	メンデレビウム	Md	258,260
102	ノーベリウム	No	255,259
103	ローレンシウム	Lr	251,261,262
104	ラザホージウム	Rf	265,267
105	ドブニウム	Db	267,268
106	シーボーギウム	Sg	265,271
107	ボーリウム	Bh	267,272
108	ハッシウム	Hs	269,277
109	マイトネリウム	Mt	268,276
110	ダームスタチウム	Ds	280,281
111	レントゲニウム	Rg	279,280
112	コペルニシウム	Cn	283,285
113	ウンウントリウム	Uut	283,284
114	ウンウンクアジウム	Uuq	288,289
115	ウンウンペンチウム	Uup	287,288
116	ウンウンヘキシウム	Uuh	291,292,293
118	ウンウンオクチウム	Uuo	294

†　現在確認されている質量数の例で，ビスマスを除く元素については下記文献1のTable3に基づく．ビスマスについては下記文献2に基づき，放射性元素と判断した．

1. IUPAC Inorganic Chemistry Division, CIAAW：Atomic Weights of the Elements 2007. *Pure Appl. Chem.*, **81**, 2131 (2009).

2. P. de Marcillac *et al.*：Experimental Detection of α-particles from the Radioactive Decay of Natural Bismuth. *Nature*, **422**, 876 (2003).

Standard Atomic Weights 2010

(Scaled to $A_r(^{12}C)=12$, where ^{12}C is a neutral atom in its nuclear and electronic ground state)

The atomic weights of many elements are not invariant but depend on the origin and treatment of the material. The standard values of $A_r(E)$ and the uncertainties (in parentheses, following the last significant figure to which they are attributed) apply to elements of natural terrestrial origin. The footnotes to this table elaborate the types of variation which may occur for individual elements and which may be larger than the listed uncertainties of values of $A_r(E)$. Names of elements with atomic number 112 to 118 are provisional.

Name	Symbol	Atomic Number	Atomic Weight	Footnotes
Hydrogen	H	1	1.00794(7)	g m r
Helium	He	2	4.002602(2)	g r
Lithium	Li	3	[6.941(2)]†	g m r
Beryllium	Be	4	9.012182(3)	
Boron	B	5	10.811(7)	g m r
Carbon	C	6	12.0107(8)	g r
Nitrogen	N	7	14.0067(2)	g r
Oxygen	O	8	15.9994(3)	g r
Fluorine	F	9	18.9984032(5)	
Neon	Ne	10	20.1797(6)	g m
Sodium	Na	11	22.98976928(2)	
Magnesium	Mg	12	24.3050(6)	
Aluminium	Al	13	26.9815386(8)	
Silicon	Si	14	28.0855(3)	r
Phosphorus	P	15	30.973762(2)	
Sulfur	S	16	32.065(5)	g r
Chlorine	Cl	17	35.453(2)	g m r
Argon	Ar	18	39.948(1)	g r
Potassium	K	19	39.0983(1)	
Calcium	Ca	20	40.078(4)	g
Scandium	Sc	21	44.955912(6)	
Titanium	Ti	22	47.867(1)	
Vanadium	V	23	50.9415(1)	
Chromium	Cr	24	51.9961(6)	
Manganese	Mn	25	54.938045(5)	
Iron	Fe	26	55.845(2)	
Cobalt	Co	27	58.933195(5)	
Nickel	Ni	28	58.6934(4)	r
Copper	Cu	29	63.546(3)	r
Zinc	Zn	30	65.38(2)	r
Gallium	Ga	31	69.723(1)	
Germanium	Ge	32	72.64(1)	
Arsenic	As	33	74.92160(2)	
Selenium	Se	34	78.96(3)	r
Bromine	Br	35	79.904(1)	
Krypton	Kr	36	83.798(2)	g m
Rubidium	Rb	37	85.4678(3)	g
Strontium	Sr	38	87.62(1)	g r
Yttrium	Y	39	88.90585(2)	
Zirconium	Zr	40	91.224(2)	g
Niobium	Nb	41	92.90638(2)	
Molybdenum	Mo	42	95.96(2)	g r
Technetium*	Tc	43		
Ruthenium	Ru	44	101.07(2)	g
Rhodium	Rh	45	102.90550(2)	
Palladium	Pd	46	106.42(1)	g
Silver	Ag	47	107.8682(2)	g
Cadmium	Cd	48	112.411(8)	g
Indium	In	49	114.818(3)	
Tin	Sn	50	118.710(7)	g
Antimony	Sb	51	121.760(1)	g
Tellurium	Te	52	127.60(3)	g
Iodine	I	53	126.90447(3)	
Xenon	Xe	54	131.293(6)	g m
Caesium(Cesium)	Cs	55	132.9054519(2)	
Barium	Ba	56	137.327(7)	
Lanthanum	La	57	138.90547(7)	g
Cerium	Ce	58	140.116(1)	g
Praseodymium	Pr	59	140.90765(2)	
Neodymium	Nd	60	144.242(3)	g
Promethium*	Pm	61		
Samarium	Sm	62	150.36(2)	g
Europium	Eu	63	151.964(1)	g
Gadolinium	Gd	64	157.25(3)	g
Terbium	Tb	65	158.92535(2)	
Dysprosium	Dy	66	162.500(1)	g
Holmium	Ho	67	164.93032(2)	
Erbium	Er	68	167.259(3)	g
Thulium	Tm	69	168.93421(2)	
Ytterbium	Yb	70	173.054(5)	g
Lutetium	Lu	71	174.9668(1)	g
Hafnium	Hf	72	178.49(2)	
Tantalum	Ta	73	180.94788(2)	
Tungsten	W	74	183.84(1)	
Rhenium	Re	75	186.207(1)	
Osmium	Os	76	190.23(3)	g
Iridium	Ir	77	192.217(3)	
Platinum	Pt	78	195.084(9)	
Gold	Au	79	196.966569(4)	
Mercury	Hg	80	200.59(2)	
Thallium	Tl	81	204.3833(2)	
Lead	Pb	82	207.2(1)	g r
Bismuth*	Bi	83	208.98040(1)	
Polonium*	Po	84		
Astatine*	At	85		
Radon*	Rn	86		
Francium*	Fr	87		
Radium*	Ra	88		
Actinium*	Ac	89		
Thorium*	Th	90	232.03806(2)	g
Protactinium*	Pa	91	231.03588(2)	
Uranium*	U	92	238.02891(3)	g m
Neptunium*	Np	93		
Plutonium*	Pu	94		
Americium*	Am	95		
Curium*	Cm	96		
Berkelium*	Bk	97		
Californium*	Cf	98		
Einsteinium*	Es	99		
Fermium*	Fm	100		
Mendelevium*	Md	101		
Nobelium*	No	102		
Lawrencium*	Lr	103		
Rutherfordium*	Rf	104		
Dubnium*	Db	105		
Seaborgium*	Sg	106		
Bohrium*	Bh	107		
Hassium*	Hs	108		
Meitnerium*	Mt	109		
Darmstadtium*	Ds	110		

Name	Symbol	Atomic Number	Atomic Weight	Footnotes
Roentgenium	Rg	111		
Copernicium*	Cn	112		
Ununtrium*	Uut	113		
Ununquadium*	Uuq	114		
Ununpentium*	Uup	115		
Ununhexium*	Uuh	116		
Ununoctium*	Uuo	118		

* : Element has no stable isotopes.

† : Commercially available Li materials have atomic weights that range between 6.939 and 6.996 ; if a more accurate value is required, it must be determined for the specific material.

g : Geological specimens are known in which the element has an isotopic composition outside the limits for normal material. The difference between the atomic weight of the element in such specimens and that given in the table may exceed the stated uncertainty.

m : Modified isotopic compositions may be found in commercially available material because it has been subjected to an undisclosed or inadvertent isotopic fractionation. Substantial deviations in atomic weight of the element from that given in the table can occur.

r : Range in isotopic composition of normal terrestrial material prevents a more precise A_r(E) being given ; the tabulated A_r(E) value should be applicable to any normal material.

©2010日本化学会　原子量小委員会

日　本　名　索　引

＊イタリック体は製剤総則，一般試験法及び参考情報，ボールドイタリック体は医薬品各条の頁を示す.

ア

アウリントリカルボン酸アンモニウム……*145*
亜鉛……*145*
亜鉛(標準試薬)……*145*
亜鉛，ヒ素分析用……*145*
亜鉛，無ヒ素……*145*
0.1mol/L亜鉛液……*133*
亜鉛華……***666***
亜鉛華デンプン……***289***
亜鉛華軟膏……***289***
亜鉛標準液……*143*
亜鉛標準液，原子吸光光度用……*143*
亜鉛標準原液……*143*
亜鉛粉末……*145*
亜鉛末……*146*
アカメガシワ……***1445***
アクチノマイシンD……***289***
アクラルビシン塩酸塩……***290***
アクリノール……*146,* ***291***
アクリノール・亜鉛華軟膏……***292***
アクリノール・チンク油……***292***
アクリノール酸化亜鉛軟膏……***292***
アクリノール水和物……*146,* ***291***
アクリルアミド……*146*
アコニチン，純度試験用……*146*
アザチオプリン……***293***
アザチオプリン錠……***294***
アサリニン，薄層クロマトグラフィー用……*146*
(*E*)－アサロン……*146*
亜酸化窒素……*146,* ***295***
アジ化ナトリウム……*146*
アシクロビル……***296***
アシクロビルシロップ……***297***
アシクロビル注射液……***298***
アジスロマイシン……***299***
アジスロマイシン水和物……***299***
亜ジチオン酸ナトリウム……*146*
アジピン酸……*147*
アジピン酸ピペラジン……***1089***
アジマリン……***300***
アジマリン，定量用……*147*
アジマリン錠……***300***
亜硝酸アミル……***301***
亜硝酸カリウム……*147*
亜硝酸ナトリウム……*147*
0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液……*133*
亜硝酸ナトリウム試液……*147*
アスコルビン酸……*147,* ***302***
L－アスコルビン酸……*147*
アスコルビン酸，鉄試験用……*147*
アスコルビン酸・塩酸試液，0.012g/dL……*147*
L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.012g/dL……*147*
アスコルビン酸・塩酸試液，0.02g/dL……*147*
L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.02g/dL……*147*
アスコルビン酸・塩酸試液，0.05g/dL……*147*
L－アスコルビン酸・塩酸試液，0.05g/dL……*147*
アスコルビン酸散……***302***
アスコルビン酸注射液……***303***
アストラガロシドⅣ，薄層クロマトグラフィー用……*147*
アズトレオナム……***303***
アスパラギン酸……*147*
DL－アスパラギン酸……*147*
L－アスパラギン酸……*147,* ***305***
アスピリン……*147,* ***305***
アスピリンアルミニウム……***306***
アスピリン錠……***306***
アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ……***525***
アスポキシシリン……***307***
アスポキシシリン水和物……***307***
アセグルタミドアルミニウム……***308***
アセタゾラミド……***310***
アセタゾールアミド……***310***
アセタール……*147*
アセチルアセトン……*147*
アセチルアセトン試液……*147*
アセチルキタサマイシン……***552***
アセチルサリチル酸……***305***
アセチルサリチル酸アルミニウム……***306***
アセチルサリチル酸錠……***306***
アセチルシステイン……***311***
N－アセチル－L－システイン……***311***
アセチルスピラマイシン……***748***
アセチルロイコマイシン……***552***
アセチレン……*147*
p－アセトアニシジド……*147*
アセトアニリド……*147*
2－アセトアミドグルタルイミド……*147*
アセトアミノフェン……*148,* ***312***

アセトアルデヒド……148
アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用……148
アセトアルデヒド，定量用……148
アセトニトリル……148
アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用……148
アセトヘキサミド……313
アセトリゾン酸……148
アセトン……148
アセトン，生薬純度試験用……148
アセトン，非水滴定用……148
アセナフテン……148
アセブトロール塩酸塩……314
アセメタシン……148, 315
アセメタシン，定量用……148
アセメタシンカプセル……315
アセメタシン錠……316
アゼラスチン塩酸塩……317
アゼラスチン塩酸塩，定量用……149
アゼラスチン塩酸塩顆粒……318
亜セレン酸……149
亜セレン酸・硫酸試液……149
亜セレン酸ナトリウム……149
アセンヤク……1445
阿仙薬……1445
アセンヤク末……1445
阿仙薬末……1445
アテノロール……319
亜テルル酸カリウム……149
アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用……149
アトルバスタチンカルシウム錠……321
アトルバスタチンカルシウム水和物……320
アドレナリン……322
アドレナリン液……323
アドレナリン注射液……323
アトロピン硫酸塩……324
アトロピン硫酸塩水和物……149, 324
アトロピン硫酸塩水和物，定量用……149
アトロピン硫酸塩水和物，薄層クロマトグラフィー用……149
アトロピン硫酸塩注射液……325
p－アニスアルデヒド……149
p－アニスアルデヒド・酢酸試液……149
p－アニスアルデヒド・硫酸試液……149
14－アニソイルアコニン塩酸塩，定量用……149
アニソール……150
アニリン……150
アネスタミン……343
亜ヒ酸……669
亜ヒ酸パスタ……325
アプリンジン塩酸塩……326
アプリンジン塩酸塩，定量用……150
アプリンジン塩酸塩カプセル……327
アフロクアロン……328
アフロクァロン……328
アプロチニン……150
アプロチニン試液……150
アヘン・トコン散……1445
アヘンアルカロイド・アトロピン注射液……331
アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液……332
アヘンアルカロイド塩酸塩……330
アヘンアルカロイド塩酸塩注射液……331
アヘン散……329
アヘンチンキ……329
アヘン末……328
α－アポオキシテトラサイクリン……150
β－アポオキシテトラサイクリン……150
アマチャ……1446
甘茶……1446
アマチャ末……1446
甘茶末……1446
アマンタジン塩酸塩……335
アミオダロン塩酸塩……335
アミオダロン塩酸塩，定量用……151
アミオダロン塩酸塩錠……337
アミカシン硫酸塩……338
アミカシン硫酸塩注射液……339
アミグダリン，成分含量測定用……151
アミグダリン，定量用……151
アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用……151
6－アミジノ－2－ナフトールメタンスルホン酸塩……151
アミドトリゾ酸……340
アミドトリゾ酸，定量用……151
アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液……340
アミトリプチリン塩酸塩……341
アミトリプチリン塩酸塩錠……342
アミド硫酸(標準試薬)……151
アミド硫酸アンモニウム……151
アミド硫酸アンモニウム試液……151
4－アミノアセトフェノン……151
p－アミノアセトフェノン……151
4－アミノアセトフェノン試液……151
p－アミノアセトフェノン試液……151
4－アミノ安息香酸……151
p－アミノ安息香酸……151
4－アミノ安息香酸イソプロピル……151
p－アミノ安息香酸イソプロピル……151
アミノ安息香酸エチル……151, 343
アミノ安息香酸誘導体化試液……151
4－アミノアンチピリン……151
4－アミノアンチピリン塩酸塩……151
4－アミノアンチピリン塩酸塩試液……151
4－アミノアンチピリン試液……151
2－アミノエタノール……151
2－アミノエタンチオール塩酸塩……151
3－(2－アミノエチル)インドール……151
アミノエチルスルホン酸……852
6－アミノキノリル－*N*－ヒドロキシスクシンイミジル
カルバメート……151

2－アミノ－5－クロロベンゾフェノン，
　薄層クロマトグラフィー用……152
アミノ酢酸……572
アミノ酸分析法……1988
アミノ酸分析用無水ヒドラジン……152
4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩一水和物……152
4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン硫酸塩試液……152
L－2－アミノスベリン酸……152
1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸……152
1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液……152
2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－
　プロパンジオール……152
2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－
　プロパンジオール塩酸塩……152
アミノピリン……152
アミノフィリン……343
アミノフィリン水和物……343
アミノフィリン注射液……344
3－アミノフェノール……152
m－アミノフェノール……152
4－アミノフェノール塩酸塩……152
2－アミノ－1－ブタノール……152
アミノプロピルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用……280
アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用……152
N－アミノヘキサメチレンイミン……152
アミノベンジルペニシリン……381
アミノベンジルペニシリンナトリウム……383
2－アミノベンズイミダゾール……152
4－アミノメチル安息香酸……152
1－アミノ－2－メチルナフタレン……152
2－アミノメチルピペリジン……152
4－アミノ酪酸……153
n－アミルアルコール……153
t－アミルアルコール……153
アミルアルコール，イソ……153
アミルアルコール，第三……153
アムホテリシンB……345
アムホテリシンB錠……345
アムホテリシンBシロップ……346
アムロジピンベシル酸塩……347
アムロジピンベシル酸塩錠……348
アモキサピン……349
アモキシシリン……153, 349
アモキシシリンカプセル……350
アモキシシリン水和物……153, 349
アモスラロール塩酸塩……351
アモスラロール塩酸塩，定量用……153
アモスラロール塩酸塩錠……352
アモバルビタール……353
アラセプリル……153, 355
アラセプリル，定量用……153
アラセプリル錠……356
β－アラニン……153
L－アラニン……153, 357
アラビアゴム……1446
アラビアゴム末……1447
L－アラビノース……153
アリザリンS……153
アリザリンS試液……153
アリザリンエローGG……153
アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液……153
アリザリンエローGG試液……153
アリザリンコンプレキソン……153
アリザリンコンプレキソン試液……153
アリザリンレッドS……153
アリザリンレッドS試液……153
アリストロキア酸Ⅰ，生薬純度試験用……153
アリストロキア酸について……2049
アリソールA，薄層クロマトグラフィー用……154
アリメマジン酒石酸塩……358
亜硫酸水……154
亜硫酸水素ナトリウム……154, 358
亜硫酸水素ナトリウム試液……154
亜硫酸ナトリウム……154
亜硫酸ナトリウム，無水……154
亜硫酸ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液……154
亜硫酸ナトリウム試液，1mol/L……154
亜硫酸ナトリウム七水和物……154
亜硫酸ビスマス・インジケーター……154
アルガトロバン……359
アルガトロバン水和物……359
アルカリ性1,3－ジニトロベンゼン試液……154
アルカリ性*m*－ジニトロベンゼン試液……154
アルカリ性銅試液……154
アルカリ性銅試液(2)……154
アルカリ性銅溶液……154
アルカリ性2,4,6－トリニトロフェノール試液……154
アルカリ性ピクリン酸試液……154
アルカリ性ヒドロキシルアミン試液……154
アルカリ性フェノールフタレイン試液……154
アルカリ性フェリシアン化カリウム試液……154
アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液……154
アルカリ性ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液……154
アルカリ性ホスファターゼ……154
アルカリ性ホスファターゼ試液……154
アルカリ性硫酸銅試液……154
アルカリ銅試液……154
L－アルギニン……154, 361
L－アルギニン塩酸塩……154, 361
L－アルギニン塩酸塩注射液……362
アルキレングリコールフタル酸エステル，
　ガスクロマトグラフィー用……154
アルコール……448
アルコール数測定法……23
アルコール数測定用エタノール……154
アルシアンブルー8GX……154
アルシアンブルー染色液……154

アルジオキサ……362
アルセナゾⅢ……154
アルセナゾⅢ試液……154
アルデヒドデヒドロゲナーゼ……154
アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液……155
RPMI－1640粉末培地……155
アルビフロリン……155
アルブチン，成分含量測定用……155
アルブチン，定量用……155
アルブチン，薄層クロマトグラフィー用……155
アルブミン試液……155
アルプラゾラム……363
アルプレノロール塩酸塩……364
アルプロスタジル……364
アルプロスタジル　アルファデクス……367
アルプロスタジルアルファデクス……367
アルプロスタジル注射液……365
アルベカシン硫酸塩……368
アルベカシン硫酸塩注射液……370
α－アルミナ，熱分析用……284
α－アルミナ，比表面積測定用……284
アルミニウム……155
アルミニウム標準液，原子吸光光度用……143
アルミニウム標準原液……143
アルミノプロフェン……370
アルミノプロフェン，定量用……155
アルミノプロフェン錠……371
アルミノン……155
アルミノン試液……155
アレコリン臭化水素酸塩，薄層クロマトグラフィー用……155
アレンドロン酸ナトリウム錠……373
アレンドロン酸ナトリウム水和物……155, 372
アレンドロン酸ナトリウム注射液……374
アロエ……1447
アロエ末……1448
アロチノロール塩酸塩……375
アロプリノール……155, 376
アロプリノール，定量用……155
アロプリノール錠……376
安息香酸……155, 377
安息香酸イソアミル……155
安息香酸イソプロピル……155
安息香酸エストラジオール……443
安息香酸エストラジオール水性懸濁注射液……445
安息香酸エストラジオール注射液……444
安息香酸エチル……156
安息香酸コレステロール……156
安息香酸ナトリウム……156, 378
安息香酸ナトリウムカフェイン……378
安息香酸フェニル……156
安息香酸ブチル……156
安息香酸プロピル……156
安息香酸ベンジル……156, 379
安息香酸メチル……156
安息香酸メチル，エストリオール試験用……156
アンソッコウ……1449
安息香……1449
アンチトロンビンⅢ……156
アンチトロンビンⅢ試液……156
アンチピリン……156, 380
アントロン……156
アントロン試液……156
アンナカ……378
アンピシリン……381
アンピシリン水和物……381
アンピシリンナトリウム……383
アンベノニウム塩化物……384
アンミントリクロロ白金酸アンモニウム，
　液体クロマトグラフィー用……156
アンモニア・ウイキョウ精……1449
アンモニア・エタノール試液……156
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH8.0……156
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH10.0……156
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH10.7……157
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH11.0……157
アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH8.0……157
アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH8.5……157
アンモニアガス……157
アンモニア試液……156
アンモニア試液，1mol/L……156
アンモニア試液，13.5mol/L……156
アンモニア水……157, 385
アンモニア水，1mol/L……157
アンモニア水，13.5mol/L……157
アンモニア水，強……157
アンモニア水(28)……157
アンモニア銅試液……157
アンモニア飽和1－ブタノール試液……157
アンモニウム試験法……24
アンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液……157
アンモニウム試験用水……157
アンモニウム試験用精製水……157
アンモニウム標準液……143
アンレキサノクス……385
アンレキサノクス錠……386

イ

EMB平板培地……157
イオウ……157, 387
イオウ・カンフルローション……388
イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏……388
イオタラム酸……388
イオタラム酸，定量用……157
イオタラム酸ナトリウム注射液……389
イオタラム酸メグルミン注射液……390
イオトロクス酸……391
イオパミドール……392

イカリイン，薄層クロマトグラフィー用……157
イクタモール……393
イコサペント酸エチル……394
イサチン……157
イセパマイシン硫酸塩……395
イセパマイシン硫酸塩注射液……396
イソアミルアルコール……157
イソオクタン……157
イソクスプリン塩酸塩……397
イソクスプリン塩酸塩，定量用……157
イソクスプリン塩酸塩錠……397
イソソルビド……398
イソソルビド硝酸エステル……724
イソソルビド硝酸エステル錠……724
イソニアジド……157, 399
イソニアジド，定量用……157
イソニアジド試液……157
イソニアジド錠……400
イソニアジド注射液……400
イソニコチン酸……157
イソニコチン酸アミド……157
イソブタノール……157
イソフルラン……401
l－イソプレナリン塩酸塩……402
イソプロパノール……157, 403
イソプロパノール，液体クロマトグラフィー用……157
イソプロピルアミン……157
イソプロピルアミン・エタノール試液……157
イソプロピルアルコール……403
イソプロピルアンチピリン……403
イソプロピルエーテル……157
4－イソプロピルフェノール……157
イソプロメタジン塩酸塩，薄層クロマトグラフィー用……157
L－イソロイシン……157, 404
L－イソロイシン，定量用……157
イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒……404
イダルビシン塩酸塩……406
胃腸薬のpH試験法……1967
一硫酸カナマイシン……519
一酸化炭素……157
一酸化炭素測定用検知管……284
一酸化窒素……158
一酸化鉛……158
一臭化ヨウ素……158
一般試験法……23
EDTAナトリウム……461
遺伝子解析による微生物の迅速同定法……2029
遺伝子情報を利用する生薬の純度試験……2049
イドクスウリジン……408
イドクスウリジン点眼液……408
イトラコナゾール……409
イフェンプロジル酒石酸塩……410
イブジラスト……411
イブプロフェン……158, 412
イプラトロピウム臭化物……412
イプラトロピウム臭化物水和物……412
イプリフラボン……413
イプリフラボン錠……414
イミダゾール……158
イミダゾール，水分測定用……158
イミダゾール，薄層クロマトグラフィー用……158
イミダゾール試液……158
イミダプリル塩酸塩……158, 415
イミダプリル塩酸塩，定量用……158
イミダプリル塩酸塩錠……415
2,2′－イミノジエタノール塩酸塩……158
イミノジベンジル……158
イミプラミン塩酸塩……158, 417
イミプラミン塩酸塩錠……418
イミペネム……419
イミペネム水和物……419
医薬品等の試験に用いる水……2063
医薬品の残留溶媒ガイドライン
　及び残留溶媒試験法記載例……1967
イルソグラジンマレイン酸塩……158, 421
イルソグラジンマレイン酸塩，定量用……158
イルソグラジンマレイン酸塩細粒……421
イルソグラジンマレイン酸塩錠……422
イレイセン……1449
威霊仙……1449
色の比較液……145
インジウム，熱分析用……284
インジゴカルミン……158, 424
インジゴカルミン試液……158
インジゴカルミン注射液……424
インスリン(ヒト)(遺伝子組換え)……425
インダパミド……426
インダパミド錠……427
インターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー
　細胞NKC3……158
インチンコウ……1450
茵陳蒿……1450
インデノロール塩酸塩……428
インドメタシン……158, 429
インドメタシンカプセル……430
インドメタシン坐剤……431
2,3－インドリンジオン……158
インフルエンザHAワクチン……432
インヨウカク……1450
淫羊藿……1450

ウ

ウィイス試液……158
ウイキョウ……1451
茴香……1451
ウイキョウ末……1451
茴香末……1451

ウイキョウ油 …… 1451
ウコン …… 1452
鬱金 …… 1452
ウコン末 …… 1452
鬱金末 …… 1452
ウサギ脱繊維血 …… 158
ウシ血清 …… 158
ウシ血清アルブミン …… 158
ウシ血清アルブミン，ウリナスタチン試験用 …… 158
ウシ血清アルブミン，定量用 …… 158
ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・
リン酸塩緩衝液，pH7.2 …… 158
ウシ血清アルブミン・生理食塩液 …… 158
1w/v%ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・
塩化ナトリウム試液 …… 159
ウシ血清アルブミン加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 …… 159
0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 …… 159
ウシ血清アルブミン試液，セクレチン標準品用 …… 158
ウシ血清アルブミン試液，セクレチン用 …… 158
ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 …… 159
ウシ胎児血清 …… 159
ウシ由来活性化血液凝固Ｘ因子 …… 159
薄めたエタノール …… 159
ウベニメクス …… 432
ウベニメクス，定量用 …… 159
ウベニメクスカプセル …… 433
埋め込み注射剤 …… 14
ウヤク …… 1453
烏薬 …… 1453
ウラシル …… 159
ウラピジル …… 434
ウリナスタチン …… 434
ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン …… 159
ウリナスタチン試験用トリプシン試液 …… 159
ウリナスタチン定量用結晶トリプシン …… 159
ウルソデオキシコール酸 …… 159, 436
ウルソデオキシコール酸，定量用 …… 159
ウルソデオキシコール酸顆粒 …… 437
ウルソデオキシコール酸錠 …… 438
ウルソデスオキシコール酸 …… 436
ウルソデスオキシコール酸顆粒 …… 437
ウルソデスオキシコール酸錠 …… 438
ウレタン …… 159
ウロキナーゼ …… 439
ウワウルシ …… 1454
ウワウルシ流エキス …… 1454

エ

エイジツ …… 1455
営実 …… 1455
エイジツ末 …… 1455
営実末 …… 1455
エオシン …… 159
エオシンY …… 159
エオシンメチレンブルーカンテン培地 …… 159
A型赤血球浮遊液 …… 159
エカベトナトリウム …… 440
エカベトナトリウム顆粒 …… 441
エカベトナトリウム水和物 …… 440
エカベトナトリウム水和物，定量用 …… 159
液状石炭酸 …… 1125
液状チオグリコール酸培地 …… 160
液状フェノール …… 1125
エキス剤 …… 19
液体クロマトグラフィー …… 37
液体クロマトグラフィー用アセトニトリル …… 160
液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化
シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸
アンモニウム …… 160
液体クロマトグラフィー用イソプロパノール …… 160
液体クロマトグラフィー用エレウテロシドB …… 160
液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
シリコーンポリマー被覆シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
ポリビニルアルコールゲルポリマー …… 280
液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用カルバモイル基結合型
シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 …… 280
液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化
シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用3′－クロロ－3′－デオキシチミジン
…… 160
液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性
イオン交換樹脂(架橋度6%) …… 280
液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性
イオン交換樹脂(架橋度8%) …… 280
液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化
シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を
結合した合成高分子 …… 280
液体クロマトグラフィー用ジオールシリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼン－
メタクリラート共重合体 …… 280
液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピル
シリル化シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド …… 160
液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂 …… 280
液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲル …… 280
液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニル
ベンゼン共重合体 …… 280

液体クロマトグラフィー用スルホンアミド基を
結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル ……281
液体クロマトグラフィー用セルモロイキン ……160
液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲル ……281
液体クロマトグラフィー用多孔性スチレン－
ジビニルベンゼン共重合体……281
液体クロマトグラフィー用チミン……160
液体クロマトグラフィー用2′－デオキシウリジン ……160
液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン ……160
液体クロマトグラフィー用トリプシン……160
液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化
シリカゲル……281
液体クロマトグラフィー用ヒドロキシプロピル
シリル化シリカゲル……281
液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲル ……281
液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲル …281
液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲル …281
液体クロマトグラフィー用2－プロパノール……160
液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲル ……281
液体クロマトグラフィー用ヘキサン……160
液体クロマトグラフィー用*n*－ヘキサン……160
液体クロマトグラフィー用ヘプタン……160
液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサミノ化
ポリビニルアルコールポリマービーズ……281
液体クロマトグラフィー用メタノール……160
液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－
テトラゾール－5－チオール……160
液体クロマトグラフィー用5－ヨードウラシル……160
液体クロマトグラフィー用4級アルキルアミノ化
スチレン－ジビニルベンゼン共重合体……280
エコチオパートヨウ化物……**442**
エスタゾラム……**443**
SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法 ……1994
エストラジオール安息香酸エステル……**443**
エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液 ……**445**
エストラジオール安息香酸エステル注射液 ……**444**
エストリオール……**445**
エストリオール試験用安息香酸メチル……160
エストリオール錠……**446**
エストリオール水性懸濁注射液……**447**
エタクリン酸……**447**
エタクリン酸，定量用……160
エタクリン酸錠……**448**
エタノール……160, **448**
エタノール(95)……160
エタノール(95)，メタノール不含 ……160
エタノール(99.5) ……160
エタノール，薄めた……160
エタノール，ガスクロマトグラフィー用……160
エタノール，希……160
エタノール，消毒用……160
エタノール，中和……160
エタノール，無アルデヒド……160
エタノール，無水……160
エタノール，メタノール不含 ……160
エタノール・生理食塩液……160
エタノール不含クロロホルム……160
エタンブトール塩酸塩 ……**451**
エチオナミド……**451**
エチゾラム ……**452**
エチゾラム，定量用 ……160
エチゾラム細粒 ……**453**
エチゾラム錠 ……**454**
エチドロン酸二ナトリウム ……**455**
エチドロン酸二ナトリウム，定量用 ……160
エチドロン酸二ナトリウム錠 ……**456**
エチニルエストラジオール ……160, **456**
エチニルエストラジオール錠 ……**457**
エチルコハク酸エリスロマイシン ……**482**
L－エチルシステイン塩酸塩 ……**458**
エチル炭酸キニーネ ……**557**
2－エチル－2－フェニルマロンジアミド ……160
エチルベンゼン ……160
N－エチルマレイミド……160
エチルモルヒネ塩酸塩 ……**459**
エチルモルヒネ塩酸塩水和物 ……**459**
エチレフリン塩酸塩 ……161, **459**
エチレフリン塩酸塩，定量用 ……161
エチレフリン塩酸塩錠 ……**460**
エチレングリコール ……161
エチレングリコール，水分測定用 ……161
エチレンジアミン ……161, **461**
エチレンジアミン試液 ……161
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム ……**461**
0.001mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二
ナトリウム液 ……133
0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二
ナトリウム液 ……133
0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二
ナトリウム液 ……133
0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二
ナトリウム液 ……133
0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二
ナトリウム液 ……133
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，
0.04mol/L ……161
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，
0.1mol/L ……161
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，
0.4mol/L，pH8.5……161
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物……161
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム ……161
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛 ……161
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物……161
0.001mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……134
0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……134
0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……134
0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……134

0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 …… 133
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液，0.1mol/L …… 161
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 …… 161
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 …… 161
エデト酸ナトリウム …… 461
エデト酸ナトリウム水和物 …… 461
エーテル …… 161, 462
エーテル，生薬純度試験用 …… 161
エーテル，麻酔用 …… 161
エーテル，無水 …… 161
エテンザミド …… 161, 463
3－エトキシ－4－ヒドロキシベンズアルデヒド …… 161
4－エトキシフェノール …… 161
p－エトキシフェノール …… 162
エトキシベンズアミド …… 463
エトスクシミド …… 463
エトドラク …… 464
エトポシド …… 465
エドロホニウム塩化物 …… 466
エドロホニウム塩化物注射液 …… 466
エナラプリルマレイン酸塩 …… 162, 467
エナラプリルマレイン酸塩錠 …… 468
エナント酸テストステロン …… 901
エナント酸テストステロン注射液 …… 901
エナント酸フルフェナジン …… 1172
エナント酸メテノロン …… 162, 1332
エナント酸メテノロン，定量用 …… 162
エナント酸メテノロン注射液 …… 1332
NN指示薬 …… 162
エノキサシン …… 469
エノキサシン水和物 …… 469
エバスチン …… 470
エバスチン，定量用 …… 162
エバスチン口腔内崩壊錠 …… 472
エバスチン錠 …… 471
4－エピオキシテトラサイクリン …… 162
6－エピドキシサイクリン塩酸塩 …… 162
エピネフリン …… 322
エピネフリン液 …… 323
エピネフリン注射液 …… 323
エピリゾール …… 473
エピルビシン塩酸塩 …… 474
エフェドリン塩酸塩 …… 162, 476
エフェドリン塩酸塩，定量用 …… 162
エフェドリン塩酸塩散10% …… 476
エフェドリン塩酸塩錠 …… 477
エフェドリン塩酸塩注射液 …… 478
エペリゾン塩酸塩 …… 478
MTT試液 …… 162
エメチン塩酸塩，定量用 …… 162
エモルファゾン …… 479
エモルファゾン，定量用 …… 162
エモルファゾン錠 …… 480
エリオクロムブラックT …… 162
エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬 …… 162
エリオクロムブラックT試液 …… 162
エリキシル剤 …… 11
エリスロマイシン …… 481
エリスロマイシンB …… 162
エリスロマイシンC …… 162
エリスロマイシンエチルコハク酸エステル …… 482
エリスロマイシンステアリン酸塩 …… 483
エリスロマイシン腸溶錠 …… 482
エリスロマイシンラクトビオン酸塩 …… 484
エルカトニン …… 484
エルカトニン試験用トリプシン試液 …… 162
エルゴカルシフェロール …… 487
エルゴタミン酒石酸塩 …… 488
エルゴメトリンマレイン酸塩 …… 488
エルゴメトリンマレイン酸塩錠 …… 489
エルゴメトリンマレイン酸塩注射液 …… 490
エレウテロシドB，液体クロマトグラフィー用 …… 162
塩化亜鉛 …… 163, 490
塩化亜鉛試液 …… 163
塩化亜鉛試液，0.04mol/L …… 163
塩化アルミニウム …… 163
塩化アルミニウム(Ⅲ)試液 …… 163
塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物 …… 163
塩化アルミニウム試液 …… 163
塩化アンチモン(Ⅲ) …… 163
塩化アンチモン(Ⅲ)試液 …… 163
塩化アンベノニウム …… 384
塩化アンモニウム …… 163
塩化アンモニウム・アンモニア試液 …… 163
塩化アンモニウム緩衝液，pH10 …… 163
塩化アンモニウム試液 …… 163
塩化インジウム(^{111}In)注射液 …… 491
塩化エドロホニウム …… 466
塩化エドロホニウム注射液 …… 466
塩化カリウム …… 163, 491
塩化カリウム，赤外吸収スペクトル用 …… 163
塩化カリウム，導電率測定用 …… 163
塩化カリウム・塩酸緩衝液 …… 163
塩化カリウム試液，0.2mol/L …… 163
塩化カリウム試液，酸性 …… 163
塩化カルシウム …… 163, 491
塩化カルシウム，乾燥用 …… 163
塩化カルシウム，水分測定用 …… 163
塩化カルシウム試液 …… 163
塩化カルシウム水和物 …… 491
塩化カルシウム注射液 …… 492
塩化カルシウム二水和物 …… 163
塩化金酸 …… 163
塩化金酸試液 …… 163
塩化コバルト …… 163
塩化コバルト・エタノール試液 …… 163
塩化コバルト(Ⅱ)・エタノール試液 …… 163
塩化コバルト試液 …… 163

塩化コバルト(Ⅱ)試液 …… 163
塩化コバルトの色の比較原液 …… 145
塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液 …… 145
塩化コバルト(Ⅱ)六水和物 …… 163
塩化コリン …… 163
塩化水銀(Ⅱ) …… 163
塩化水銀(Ⅱ)試液 …… 163
塩化水素・エタノール試液 …… 163
塩化スキサメトニウム …… **740**
塩化スキサメトニウム，薄層クロマトグラフィー用 …… 163
塩化スキサメトニウム注射液 …… **741**
塩化スズ(Ⅱ)・塩酸試液 …… 163
塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液 …… 163
塩化スズ(Ⅱ)試液 …… 163
塩化スズ(Ⅱ)試液，酸性 …… 163
塩化スズ(Ⅱ)二水和物 …… 163
塩化ストロンチウム …… 164
塩化ストロンチウム六水和物 …… 164
塩化セシウム …… 164
塩化セシウム試液 …… 164
塩化第一スズ …… 164
塩化第一スズ・硫酸試液 …… 164
塩化第一スズ試液 …… 164
塩化第一スズ試液，酸性 …… 164
塩化第二水銀 …… 164
塩化第二鉄 …… 164
塩化第二鉄・酢酸試液 …… 164
塩化第二鉄・ピリジン試液，無水 …… 164
塩化第二鉄・メタノール試液 …… 164
塩化第二鉄・ヨウ素試液 …… 164
塩化第二鉄試液 …… 164
塩化第二鉄試液，希 …… 164
塩化第二鉄試液，酸性 …… 164
塩化第二鉄の色の比較原液 …… 145
塩化第二銅 …… 164
塩化第二銅・アセトン試液 …… 164
塩化タリウム注射液　(^{201}Tl) …… **492**
塩化チオニル …… 164
塩化チタン(Ⅲ)(20) …… 164
塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液 …… 164
0.1mol/L塩化チタン(Ⅲ)液 …… 134
塩化チタン(Ⅲ)試液 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)・酢酸試液 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液，無水 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)・ヨウ素試液 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)試液 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)試液，希 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)試液，酸性 …… 164
塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 …… 145
塩化鉄(Ⅲ)六水和物 …… 164
塩化テトラ*n*－ブチルアンモニウム …… 164
塩化銅(Ⅱ)・アセトン試液 …… 164
塩化銅(Ⅱ)二水和物 …… 164
塩化トリフェニルテトラゾリウム …… 164
塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム …… 164
塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム・
　メタノール試液，噴霧用 …… 164
塩化トリフェニルテトラゾリウム試液 …… 164
塩化2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液 …… 164
塩化ナトリウム …… 164, **492**
塩化ナトリウム(標準試薬) …… 164
塩化ナトリウム試液 …… 164
塩化ナトリウム試液，0.1mol/L …… 164
塩化ナトリウム試液，0.2mol/L …… 165
塩化ナトリウム試液，1mol/L …… 165
0.9%塩化ナトリウム注射液 …… **768**
10%塩化ナトリウム注射液 …… **493**
塩化*p*－ニトロベンゼンジアゾニウム試液 …… 165
塩化*p*－ニトロベンゼンジアゾニウム試液，噴霧用 …… 165
塩化白金酸 …… 165
塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液 …… 165
塩化白金酸試液 …… 165
塩化パラジウム …… 165
塩化パラジウム(Ⅱ) …… 165
塩化パラジウム試液 …… 165
塩化パラジウム(Ⅱ)試液 …… 165
塩化バリウム …… 165
0.01mol/L塩化バリウム液 …… 134
0.02mol/L塩化バリウム液 …… 134
0.1mol/L塩化バリウム液 …… 134
塩化バリウム試液 …… 165
塩化バリウム二水和物 …… 165
塩化パルマチン …… 165
塩化ヒドロキシルアンモニウム …… 165
塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液 …… 165
塩化ヒドロキシルアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液 …… 165
塩化ヒドロキシルアンモニウム試液 …… 165
塩化ヒドロキシルアンモニウム試液，pH3.1 …… 165
塩化ビニル …… 165
塩化ビニル標準液 …… 143
塩化1,10－フェナントロリニウム一水和物 …… 165
塩化フェニルヒドラジニウム …… 165
塩化フェニルヒドラジニウム試液 …… 165
塩化*n*－ブチル …… 165
塩化物試験法 …… 25
塩化ベタネコール …… **1230**
塩化ベルベリン …… 165, **1261**
塩化ベルベリン，薄層クロマトグラフィー用 …… 165
塩化ベンザルコニウム …… 165, **1262**
塩化ベンザルコニウム液 …… **1262**
塩化ベンゼトニウム …… **1269**
塩化ベンゼトニウム，定量用 …… 165
塩化ベンゼトニウム液 …… **1269**
塩化ベンゾイル …… 165
塩化マグネシウム …… 165
0.01mol/L塩化マグネシウム液 …… 134

0.05mol/L塩化マグネシウム液 …… 134
塩化マグネシウム六水和物 …… 165
塩化メチルロザニリン …… 165, 1331
塩化メチルロザニリン試液 …… 165
塩化ランタン試液 …… 165
塩化リゾチーム …… 1397
塩化リゾチーム用基質試液 …… 165
塩化リチウム …… 165
エンゴサク …… 1455
延胡索 …… 1455
エンゴサク末 …… 1456
延胡索末 …… 1456
塩酸 …… 165, 493
0.001mol/L塩酸 …… 135
0.01mol/L塩酸 …… 135
0.02mol/L塩酸 …… 135
0.05mol/L塩酸 …… 135
0.1mol/L塩酸 …… 135
0.2mol/L塩酸 …… 135
0.5mol/L塩酸 …… 135
1mol/L塩酸 …… 134
2mol/L塩酸 …… 134
塩酸，希 …… 165
塩酸，精製 …… 165
塩酸・エタノール試液 …… 166
塩酸・塩化カリウム緩衝液，pH2.0 …… 166
塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH3.5 …… 166
塩酸・2－プロパノール試液 …… 166
塩酸・メタノール試液，0.01mol/L …… 166
塩酸・メタノール試液，0.05mol/L …… 166
塩酸アクラルビシン …… 290
塩酸アセブトロール …… 314
塩酸アゼラスチン …… 317
塩酸アゼラスチン，定量用 …… 166
塩酸アゼラスチン顆粒 …… 318
塩酸アドレナリン液 …… 323
塩酸アドレナリン注射液 …… 323
塩酸14－アニソイルアコニン，成分含量測定用 …… 166
塩酸アプリンジン …… 326
塩酸アプリンジン，定量用 …… 166
塩酸アプリンジンカプセル …… 327
塩酸アヘンアルカロイド …… 330
塩酸アヘンアルカロイド注射液 …… 331
塩酸アマンタジン …… 335
塩酸アミオダロン …… 335
塩酸アミオダロン，定量用 …… 166
塩酸アミオダロン錠 …… 337
塩酸アミトリプチリン …… 341
塩酸アミトリプチリン錠 …… 342
塩酸4－アミノアンチピリン …… 166
塩酸4－アミノアンチピリン試液 …… 166
塩酸4－アミノフェノール …… 166
塩酸*p*－アミノフェノール …… 166
塩酸アモスラロール …… 351
塩酸アモスラロール，定量用 …… 166
塩酸アモスラロール錠 …… 352
塩酸アルギニン …… 361
塩酸L－アルギニン …… 166, 361
塩酸アルギニン注射液 …… 362
塩酸L－アルギニン注射液 …… 362
塩酸アルプレノロール …… 364
塩酸アロチノロール …… 375
塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル …… 1024
塩酸アンピシリンフタリジル …… 858
塩酸イソクスプリン …… 397
塩酸イソクスプリン，定量用 …… 166
塩酸イソクスプリン錠 …… 397
l－塩酸イソプレナリン …… 402
l－塩酸イソプロテレノール …… 402
塩酸イソプロメタジン，薄層クロマトグラフィー用 …… 166
塩酸イダルビシン …… 406
塩酸イプロベラトリル …… 1254
塩酸イミダプリル …… 166, 415
塩酸イミダプリル，定量用 …… 166
塩酸イミダプリル錠 …… 415
塩酸イミプラミン …… 166, 417
塩酸イミプラミン錠 …… 418
塩酸インデノロール …… 428
塩酸エカラジン …… 942
塩酸エタンブトール …… 451
塩酸エチルシステイン …… 458
塩酸L－エチルシステイン …… 458
塩酸エチルモルヒネ …… 459
塩酸エチレフリン …… 166, 459
塩酸エチレフリン，定量用 …… 166
塩酸エチレフリン錠 …… 460
塩酸6－エピドキシサイクリン …… 166
塩酸エピネフリン液 …… 323
塩酸エピネフリン注射液 …… 323
塩酸エピルビシン …… 474
塩酸エフェドリン …… 166, 476
塩酸エフェドリン，定量用 …… 166
塩酸エフェドリン散 …… 476
塩酸エフェドリン散10% …… 476
塩酸エフェドリン錠 …… 477
塩酸エフェドリン注射液 …… 478
塩酸エペリゾン …… 478
塩酸エメチン，成分含量測定用 …… 166
塩酸オキシコドン …… 499
塩酸オキシコドン，定量用 …… 166
塩酸オキシテトラサイクリン …… 501
塩酸オキシブプロカイン …… 506
塩酸オクスプレノロール …… 508
塩酸カルテオロール …… 532
塩酸キナプリル …… 554
塩酸キナプリル錠 …… 555
塩酸キニーネ …… 558
塩酸クリンダマイシン …… 582

塩酸クリンダマイシンカプセル……582
塩酸クロカプラミン……593
塩酸クロコナゾール……595
塩酸クロニジン……598
塩酸クロフェダノール……600
塩酸クロペラスチン……602
塩酸クロミプラミン……605
塩酸クロルプロマジン……622
塩酸クロルプロマジン，定量用……166
塩酸クロルプロマジン錠……622
塩酸クロルプロマジン注射液……623
塩酸クロルヘキシジン……166, 624
塩酸(2－クロロエチル)ジエチルアミン……166
塩酸ケタミン……630
塩酸コカイン……640
塩酸サルポグレラート……662
塩酸サルポグレラート細粒……663
塩酸サルポグレラート錠……664
塩酸2,4－ジアミノフェノール……166
塩酸2,4－ジアミノフェノール試液……166
塩酸試液，0.001mol/L……165
塩酸試液，0.01mol/L……165
塩酸試液，0.02mol/L……165
塩酸試液，0.05mol/L……165
塩酸試液，0.1mol/L……165
塩酸試液，0.2mol/L……165
塩酸試液，0.5mol/L……165
塩酸試液，1mol/L……165
塩酸試液，2mol/L……165
塩酸試液，3mol/L……165
塩酸試液，5mol/L……165
塩酸試液，6mol/L……165
塩酸試液，7.5mol/L……165
塩酸試液，10mol/L……166
塩酸ジエタノールアミン……166
塩酸シクロペントラート……683
L－塩酸システイン……166
塩酸ジフェニドール……166, 708
塩酸1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン，
　薄層クロマトグラフィー用……166
塩酸ジフェンヒドラミン……709
塩酸ジブカイン……166, 711
塩酸シプロヘプタジン……713
塩酸*N,N*－ジメチル－*p*－フェニレンジアミン……166
塩酸ジラゼプ……731
塩酸ジルチアゼム……166, 732
塩酸シンコカイン……711
塩酸スペクチノマイシン……750
塩酸スレオプロカテロール……166
塩酸セチリジン……769
塩酸セチリジン，定量用……166
塩酸セチリジン錠……770
塩酸セトラキサート……771
塩酸セフェピム……790
塩酸セフォゾプラン……794
塩酸セフォチアム……797
塩酸セフォチアムヘキセチル……798
塩酸セフカペン　ピボキシル……803
塩酸セフカペン　ピボキシル細粒……805
塩酸セフカペン　ピボキシル錠……806
塩酸セフカペンピボキシル……166
塩酸セフメノキシム……830
塩酸セミカルバジド……166
塩酸ダウノルビシン……851
塩酸タムスロシン……166, 855
塩酸タムスロシン徐放錠……856
塩酸タランピシリン……858
塩酸チアプリド……869
塩酸チアプリド，定量用……166
塩酸チアプリド錠……870
塩酸チアミン……873
塩酸チアミン散……874
塩酸チアミン注射液……874
塩酸チアラミド……876
塩酸チアラミド，定量用……166
塩酸チアラミド錠……876
塩酸チオリダジン……880
塩酸チクロピジン……882
塩酸チザニジン……883
塩酸ツロブテロール……890
塩酸テトラカイン……911
塩酸テトラサイクリン……166, 911
塩酸デメチルクロルテトラサイクリン……916
塩酸テモカプリル……917
塩酸テモカプリル錠……918
塩酸テルビナフィン……919
塩酸テルビナフィン液……920
塩酸テルビナフィンクリーム……921
塩酸テルビナフィンスプレー……921
塩酸ドキサプラム……930
塩酸ドキシサイクリン……931
塩酸ドキソルビシン……934
塩酸トドララジン……942
塩酸ドネペジル……943
塩酸ドネペジル細粒……944
塩酸ドネペジル錠……945
塩酸ドパミン……946
塩酸ドパミン，定量用……166
塩酸ドパミン注射液……947
塩酸ドブタミン……948
塩酸トリヘキシフェニジル……963
塩酸トリヘキシフェニジル錠……964
塩酸トリメタジジン……966
塩酸トリメタジジン，定量用……166
塩酸トリメタジジン錠……967
塩酸トリメトキノール……968
塩酸トルペリゾン……972
塩酸トレトキノール……968

塩酸ナファゾリン……986
塩酸ナルコチン……1019
塩酸ナロキソン……992
塩酸ニカルジピン……993
塩酸ニカルジピン，定量用……166
塩酸ニカルジピン注射液……994
塩酸ノスカピン……1019
塩酸ノルアドレナリン注射液……1020
塩酸ノルエピネフリン注射液……1020
塩酸ノルトリプチリン……1023
塩酸バカンピシリン……1024
塩酸パパベリン……166, 1033
塩酸パパベリン，定量用……166
塩酸パパベリン注射液……1034
塩酸パラアミノフェノール……166
塩酸バンコマイシン……1053
塩酸ピオグリタゾン……1057
塩酸ピオグリタゾン錠……1058
L－塩酸ヒスチジン……166, 1063
塩酸L－ヒスチジン……1063
塩酸ヒドララジン……166, 1067
塩酸ヒドララジン，定量用……166
塩酸ヒドララジン散……1068
塩酸ヒドララジン錠……1068
塩酸ヒドロキシアンモニウム……166
塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液……166
塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液……166
塩酸ヒドロキシアンモニウム試液……166
塩酸ヒドロキシアンモニウム試液，pH3.1……166
塩酸ヒドロキシジン……1069
塩酸ヒドロキシルアミン……167
塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液……167
塩酸ヒドロキシルアミン試液……167
塩酸ヒドロキシルアミン試液，pH3.1……167
塩酸ヒドロコタルニン……1074
塩酸ヒドロコタルニン，定量用……167
塩酸ピブメシリナム……1081
塩酸ピブメシリナム錠……1081
塩酸ピペリジン……167
塩酸ビペリデン……1090
塩酸1－(4－ピリジル)ピリジニウムクロリド……167
塩酸ピリドキシン……167, 1097
塩酸ピリドキシン注射液……1098
塩酸ピレンゼピン……1100
塩酸ピレンゼピン水和物……1100
塩酸ピロカルピン……1102
塩酸フェキソフェナジン……1116
塩酸1,10－フェナントロリニウム一水和物……167
塩酸*o*－フェナントロリン……167
塩酸フェニルヒドラジニウム……167
塩酸フェニルヒドラジニウム試液……167
塩酸フェニルヒドラジン……167
塩酸フェニルヒドラジン試液……167
塩酸フェニルピペラジン……167
塩酸フェニレフリン……1121
塩酸フェネチルアミン……167
塩酸ブクモロール……1129
塩酸プソイドエフェドリン……167
塩酸ブテナフィン……1134
塩酸ブテナフィン液……1135
塩酸ブテナフィンクリーム……1135
塩酸ブテナフィンスプレー……1136
塩酸ブナゾシン……1140
塩酸ブフェトロール……1141
塩酸ブプラノロール……1141
塩酸ブプレノルフィン……1142
塩酸ブホルミン……1143
塩酸ブホルミン，定量用……167
塩酸ブホルミン錠……1144
塩酸ブホルミン腸溶錠……1144
塩酸プラゾシン……1150
塩酸フラボキサート……1158
塩酸フルスルチアミン……1167
塩酸フルラゼパム……1176
塩酸ブレオマイシン……1179
塩酸プロカイン……167, 1190
塩酸プロカイン，定量用……167
塩酸プロカインアミド……167, 1191
塩酸プロカインアミド，定量用……167
塩酸プロカインアミド錠……1192
塩酸プロカインアミド注射液……1193
塩酸プロカイン注射液……1190
塩酸プロカテロール……167, 1193
塩酸プロカルバジン……1194
塩酸プロパフェノン……1205
塩酸プロパフェノン，定量用……167
塩酸プロパフェノン錠……1206
塩酸プロピベリン……1207
塩酸プロピベリン錠……1208
塩酸プロプラノロール……1214
塩酸プロプラノロール，定量用……167
塩酸プロプラノロール錠……1214
塩酸ブロムヘキシン……1219
塩酸プロメタジン……1220
塩酸ベタキソロール……1229
塩酸ペチジン……1241
塩酸ペチジン，定量用……167
塩酸ペチジン注射液……1241
塩酸ベニジピン……167, 1242
塩酸ベニジピン，定量用……167
塩酸ベニジピン錠……1243
塩酸ベノキシネート……506
塩酸ベラパミル……1254
塩酸ベラパミル，定量用……167
塩酸ベラパミル錠……1254
塩酸ベンセラジド……1270
塩酸ベンゾイルヒパコニン，成分含量測定用……167
塩酸ベンゾイルメサコニン，成分含量測定用……167

塩酸ベンゾイルメサコニン，薄層クロマトグラフィー用 …167
塩酸ホモクロルシクリジン …1282
塩酸マニジピン …1295
塩酸マニジピン錠 …1296
塩酸マプロチリン …1297
塩酸ミノサイクリン …167, 1307
塩酸ミノサイクリン錠 …1308
塩酸メキシレチン …1312
塩酸メクロフェノキサート …1314
塩酸メタサイクリン …167
塩酸メタンフェタミン …1317
dl－塩酸メチルエフェドリン …167, 1320
dl－塩酸メチルエフェドリン，定量用 …167
dl－塩酸メチルエフェドリン散 …1321
dl－塩酸メチルエフェドリン散10% …1321
塩酸メトホルミン …1339
塩酸メトホルミン，定量用 …167
塩酸メトホルミン錠 …1340
塩酸メピバカイン …1344
塩酸メピバカイン，定量用 …167
塩酸メピバカイン注射液 …1345
塩酸メフロキン …167, 1347
塩酸モルヒネ …167, 1357
塩酸モルヒネ，定量用 …167
塩酸モルヒネ錠 …1358
塩酸モルヒネ注射液 …1359
塩酸ラニチジン …1379
塩酸ラベタロール …167, 1381
塩酸ラベタロール，定量用 …167
塩酸ラベタロール錠 …1382
塩酸リジン …1388
塩酸L－リジン …167, 1388
塩酸リゾチーム …1397
塩酸リドカイン注射液 …1398
塩酸リトドリン …167, 1399
塩酸リトドリン錠 …1400
塩酸リモナーデ …494
塩酸リンコマイシン …1414
塩酸リンコマイシン注射液 …1415
塩酸レナンピシリン …1421
塩酸ロキサチジンアセタート …167, 1431
塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル …1432
塩酸ロキサチジンアセタート徐放錠 …1433
炎色反応試験法 …25
塩素 …167
塩素酸カリウム …167
塩素試液 …167
遠藤培地 …167
遠藤平板培地 …167
エンドトキシン規格値の設定 …2031
エンドトキシン試験法 …79
エンドトキシン試験用水 …167
エンドトキシン試験用トリス緩衝液 …167
エンビオマイシン硫酸塩 …495
エンフルラン …167, 496

オ

オウギ …1457
黄耆 …1457
オウゴニン，薄層クロマトグラフィー用 …167
オウゴン …1457
黄芩 …1457
オウゴン末 …1458
黄芩末 …1458
黄色ワセリン …1441
王水 …168
オウセイ …1459
黄精 …1459
オウバク …1459
黄柏 …1459
オウバク・タンナルビン・ビスマス散 …1461
オウバク末 …1460
黄柏末 …1460
オウレン …1462
黄連 …1462
黄連解毒湯エキス …1463
オウレン末 …1462
黄連末 …1462
黄蝋 …1305
オキサゾラム …496
オキサピウムヨウ化物 …497
オキサプロジン …498
p－オキシ安息香酸 …168
p－オキシ安息香酸イソプロピル …168
p－オキシ安息香酸ベンジル …168
2－オキシ－1－(2′－オキシ－4′－スルホ－1′－
　ナフチルアゾ)－3－ナフトエ酸 …168
8－オキシキノリン …168
オキシコドン塩酸塩 …499
オキシコドン塩酸塩水和物 …499
オキシコドン塩酸塩水和物，定量用 …168
オキシテトラサイクリン塩酸塩 …501
オキシトシン …168, 503
オキシトシン注射液 …505
オキシドール …505
オキシブプロカイン塩酸塩 …506
オキシメトロン …507
オキセサゼイン …507
オキセタカイン …507
オクスプレノロール塩酸塩 …508
n－オクタデカン …168
オクタデシルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 …281
オクタデシルシリル化シリカゲル，
　薄層クロマトグラフィー用 …281
オクタデシルシリル化シリカゲル，
　薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り) …281

オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用 ……168
オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……281
オクタデシルシリル化シリコーンポリマー被覆シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……281
オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，
　液体クロマトグラフィー用 ……281
1－オクタノール ……168
n－オクタン ……168
オクタン，イソ ……168
1－オクタンスルホン酸ナトリウム ……168
オクチルアルコール ……168
オクチルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……281
n－オクチルベンゼン ……168
オザグレルナトリウム ……**509**
オストール，薄層クロマトグラフィー用 ……168
オピアト注射液 ……**331**
オピアル ……**330**
オピアル注射液 ……**331**
オピスコ注射液 ……**332**
オフロキサシン ……168, **510**
オフロキサシン脱メチル体 ……168
オペリジン ……**1241**
オペリジン注射液 ……**1241**
オメプラゾール ……**511**
オリブ油 ……168, **512**
オルシプレナリン硫酸塩 ……**513**
オルシン ……168
オルシン・塩化第二鉄試液 ……168
オルシン・塩化鉄試液　(Ⅲ) ……168
オルトキシレン ……168
オルトトルエンスルホンアミド ……168
オレイン酸 ……168
オレンジ油 ……**513**
オンジ ……**1465**
遠志 ……**1465**
オンジ末 ……**1465**
遠志末 ……**1465**
温度計 ……287

カ

海砂 ……168
カイニン酸 ……168, **513**
カイニン酸，定量用 ……168
カイニン酸・サントニン散 ……**514**
カイニン酸水和物 ……168, **513**
カイニン酸水和物，定量用 ……168
海人草 ……**1589**
外用エアゾール剤 ……18
外用液剤 ……18
外用固形剤 ……18
外用散剤 ……18
過塩素酸 ……169
0.02mol/L過塩素酸 ……135
0.05mol/L過塩素酸 ……135
0.1mol/L過塩素酸 ……135
過塩素酸・エタノール試液 ……169
0.004mol/L過塩素酸・ジオキサン液 ……135
0.004mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液 ……136
0.05mol/L過塩素酸・ジオキサン液 ……135
0.05mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液 ……135
0.1mol/L過塩素酸・ジオキサン液 ……135
0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液 ……135
過塩素酸・無水エタノール試液 ……169
過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 ……169
過塩素酸第二鉄 ……169
過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液 ……169
過塩素酸鉄(Ⅲ)六水和物 ……169
過塩素酸ナトリウム ……169
過塩素酸ナトリウム一水和物 ……169
過塩素酸バリウム ……169
0.005mol/L過塩素酸バリウム液 ……136
過塩素酸ヒドロキシルアミン ……169
過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 ……169
過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 ……169
過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 ……169
過塩素酸リチウム ……169
カオリン ……**515**
カカオ脂 ……**515**
化学用体積計 ……284
過ギ酸 ……169
核磁気共鳴スペクトル測定法 ……43
核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸 ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水 ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸 ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化
　ジメチルスルホキシド ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化溶媒 ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシラン ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用トリフルオロ酢酸 ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリル
　プロパンスルホン酸ナトリウム ……169
核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリル
　プロピオン酸ナトリウム－d_4 ……169
加香ヒマシ油 ……**1092**
加工ブシ ……**1576**
加工ブシ末 ……**1577**
カゴソウ ……**1466**
夏枯草 ……**1466**
かさ密度及びタップ密度測定法 ……70
過酸化水素(30) ……169
過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 ……169
過酸化水素試液 ……169

過酸化水素試液，希 ……169
過酸化水素水，強 ……169
過酸化ナトリウム ……169
過酸化ベンゾイル，25%含水 ……169
カシアフラスコ ……284
カシュウ ……1466
何首烏 ……1466
ガジュツ ……1466
莪述 ……1466
加水ラノリン ……1380
ガスえそウマ抗毒素 ……515
ガスえそ抗毒素 ……515
ガスクロマトグラフィー ……40
ガスクロマトグラフィー用アセトアルデヒド ……169
ガスクロマトグラフィー用アルキレングリコール
　フタル酸エステル ……169
ガスクロマトグラフィー用エタノール ……169
ガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボン ……281
ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土 ……281
ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレン
　グリコールポリエステル ……169
ガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピル
　フェニル－94%ジメチルシリコーンポリマー ……169
ガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピル－
　6%フェニル－メチルシリコーンポリマー ……169
ガスクロマトグラフィー用7%シアノプロピル－
　7%フェニル－メチルシリコーンポリマー ……170
ガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチル
　フェニルシリコーン ……170
ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコール
　アジピン酸エステル ……170
ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコール
　コハク酸エステル ……170
ガスクロマトグラフィー用5%ジフェニル・
　95%ジメチルポリシロキサン ……170
ガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマー ……281
ガスクロマトグラフィー用シリカゲル ……281
ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸 ……170
ガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm) ……281
ガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチル
　テトラコサン類分枝炭化水素混合物(L) ……170
ガスクロマトグラフィー用D－ソルビトール ……170
ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル－
　ジビニルベンゼン共重合体
　(孔径0.06～0.08μm，100～200m^2/g) ……281
ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－
　ジビニルベンゼン共重合体
　(平均孔径0.0075μm，500～600m^2/g) ……281
ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－
　ジビニルベンゼン共重合体 ……281
ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベン
　ゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g) ……281
ガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズ ……281
ガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシ
　プロピルエチレンジアミン ……170
ガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン ……170
ガスクロマトグラフィー用テフロン ……281
ガスクロマトグラフィー用テレフタル酸 ……281
ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ
　(エチレンオキシ)エタノール ……170
ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸 ……170
ガスクロマトグラフィー用25%フェニル－
　25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマー ……170
ガスクロマトグラフィー用35%フェニル－
　メチルシリコーンポリマー ……170
ガスクロマトグラフィー用50%フェニル－
　メチルシリコーンポリマー ……170
ガスクロマトグラフィー用65%フェニル－
　メチルシリコーンポリマー ……170
ガスクロマトグラフィー用50%フェニル－
　50%メチルポリシロキサン ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリアクリル酸メチル ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール
　モノエーテル ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　20M ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　400 ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　600 ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　1500 ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　6000 ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　15000－ジエポキシド ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　エステル化物 ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　2－ニトロテレフタレート ……170
ガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサン ……170
ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸 ……170
ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマー ……170
カゼイン(乳製) ……170
カゼイン，乳製 ……170
カゼイン製ペプトン ……170
カチリ ……1126
カッコウ ……1467
藿香 ……1467
カッコン ……1467
葛根 ……1467
葛根湯エキス ……1468
活性アルミナ ……170
活性炭 ……170
活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液 ……170
活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬 ……170

カッセキ …… 1470
滑石 …… 1470
過テクネチウム酸ナトリウム(^{99m}Tc)注射液 …… 515
カテコール …… 170
果糖 …… 170, 516
果糖注射液 …… 516
カドミウム・ニンヒドリン試液 …… 171
カドミウム地金 …… 171
カドミウム標準液 …… 143
カドミウム標準原液 …… 143
カドララジン …… 517
カドララジン，定量用 …… 171
カドララジン錠 …… 518
カナマイシン一硫酸塩 …… 519
カナマイシン硫酸塩 …… 171, 520
カノコソウ …… 1470
カノコソウ末 …… 1471
カフェイン …… 171, 521
カフェイン，無水 …… 171
カフェイン水和物 …… 171, 521
カプサイシン，成分含量測定用 …… 171
(*E*)－カプサイシン，成分含量測定用 …… 171
(*E*)－カプサイシン，定量用 …… 171
カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用 …… 171
(*E*)－カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用 …… 171
カプセル …… 522
カプセル剤 …… 10
カプトプリル …… 522
カプリル酸 …… 171
n－カプリル酸エチル …… 171
ガベキサートメシル酸塩 …… 523
火麻仁 …… 1590
過マンガン酸カリウム …… 171, 524
0.002mol/L過マンガン酸カリウム液 …… 136
0.02mol/L過マンガン酸カリウム液 …… 136
過マンガン酸カリウム試液 …… 171
過マンガン酸カリウム試液，酸性 …… 171
加味逍遙散エキス …… 1471
ガム剤 …… 12
カモスタットメシル酸塩 …… 524
過ヨウ素酸カリウム …… 171
過ヨウ素酸カリウム試液 …… 171
過ヨウ素酸ナトリウム …… 171
過ヨウ素酸ナトリウム試液 …… 171
D－ガラクトサミン塩酸塩 …… 171
β－ガラクトシダーゼ(アスペルギルス) …… 525
β－ガラクトシダーゼ(ペニシリウム) …… 526
ガラクトース …… 171
D－ガラクトース …… 171
ガラスウール …… 283
ガラス繊維 …… 283
ガラスろ過器 …… 283
カラムクロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂 …… 281
カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 …… 281
カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム …… 281
カラムクロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル
セルロース …… 281
カラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン－*N*－
ビニルピロリドン共重合体 …… 281
カラムクロマトグラフィー用中性アルミナ …… 281
カラムクロマトグラフィー用ポリアミド …… 281
カリウム標準原液 …… 143
カリジノゲナーゼ …… 527
カリジノゲナーゼ測定用基質試液(1) …… 172
カリジノゲナーゼ測定用基質試液(2) …… 172
カリジノゲナーゼ測定用基質試液(3) …… 172
カリジノゲナーゼ測定用基質試液(4) …… 172
カリ石ケン …… 529
顆粒剤 …… 10
過硫酸アンモニウム …… 172
過硫酸カリウム …… 172
カルシウム炭酸塩細粒 …… 861
カルシウム炭酸塩錠 …… 861
カルシウム標準液 …… 143
カルシウム標準液，原子吸光光度用 …… 143
カルシトニン(サケ) …… 529
カルシフェロール …… 487
カルテオロール塩酸塩 …… 532
カルナウバロウ …… 532
カルバゾクロム …… 172
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム …… 533
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム，成分含量測定用 …… 172
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム三水和物 …… 172
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物 …… 533
カルバゾール …… 172
カルバゾール試液 …… 172
カルバマゼピン …… 534
カルバミン酸エチル …… 172
カルバミン酸クロルフェネシン …… 618
カルバミン酸クロルフェネシン，定量用 …… 172
カルバミン酸クロルフェネシン錠 …… 619
カルバモイル基結合型シリカゲル，
液体クロマトグラフィー用 …… 281
カルビドパ …… 534
カルビドパ水和物 …… 534
カルベジロール …… 535
カルベジロール，定量用 …… 172
カルベジロール錠 …… 536
カルボキシメチルスターチナトリウム …… 927
カルボキシメチルセルロース …… 538
カルボキシメチルセルロースカルシウム …… 539
カルボキシメチルセルロースナトリウム …… 539
L－カルボシステイン …… 538
カルメロース …… 538
カルメロースカルシウム …… 539
カルメロースナトリウム …… 539
カルモナムナトリウム …… 541
カルモフール …… 543

カロコン …… 1474
栝楼根 …… 1474
カンキョウ …… 1474
乾姜 …… 1474
還元鉄 …… 172
丸剤 …… 20
緩衝液，セルモロイキン用 …… 172
緩衝液用1mol/Lクエン酸試液 …… 172
緩衝液用0.2mol/Lフタル酸水素カリウム試液 …… 172
緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液 …… 172
緩衝液用1mol/Lリン酸一水素カリウム試液 …… 172
緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液 …… 172
緩衝液用0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液 …… 172
乾生姜 …… 1521
乾生姜末 …… 1521
25%含水過酸化ベンゾイル …… 172
4%含水中性アルミナ …… 172
カンゾウ …… 1474
甘草 …… 1474
乾燥亜硫酸ナトリウム …… 359
カンゾウエキス …… 1476
甘草エキス …… 1476
乾燥減量試験法 …… 48
乾燥甲状腺 …… 638
乾燥酵母 …… 639
含嗽剤 …… 13
乾燥細胞培養痘そうワクチン …… 928
乾燥ジフテリアウマ抗毒素 …… 711
乾燥ジフテリア抗毒素 …… 711
乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン …… 510
乾燥弱毒生風しんワクチン …… 1116
乾燥弱毒生麻しんワクチン …… 1295
乾燥水酸化アルミニウムゲル …… 738
乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒 …… 738
カンゾウ粗エキス …… 1476
乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン …… 560
乾燥炭酸ナトリウム …… 172, 863
乾燥痘そうワクチン …… 928
乾燥痘苗 …… 928
乾燥日本脳炎ワクチン …… 1009
乾燥破傷風ウマ抗毒素 …… 1030
乾燥破傷風抗毒素 …… 1030
乾燥はぶウマ抗毒素 …… 1034
乾燥はぶ抗毒素 …… 1034
乾燥 BCG ワクチン …… 1062
乾燥ボツリヌスウマ抗毒素 …… 1279
乾燥ボツリヌス抗毒素 …… 1279
カンゾウ末 …… 1475
甘草末 …… 1475
乾燥まむしウマ抗毒素 …… 1298
乾燥まむし抗毒素 …… 1298
甘草羔 …… 1476
乾燥用塩化カルシウム …… 172
乾燥用合成ゼオライト …… 172
乾燥硫酸アルミニウムカリウム …… 1410
カンデサルタン　シレキセチル …… 544
カンデサルタン　シレキセチル錠 …… 545
カンデサルタンシレキセチル，定量用 …… 172
カンテン …… 172, 1477
寒天 …… 1477
カンテン斜面培地 …… 172
カンテン培地，普通 …… 172
カンテン末 …… 1477
寒天末 …… 1477
含糖ペプシン …… 172, 546
眼軟膏剤 …… 16
眼軟膏剤の金属性異物試験法 …… 109
ガンビール …… 1445
ガンビール末 …… 1445
d－カンファスルホン酸 …… 172
カンフル …… 172
d－カンフル …… 547
dl－カンフル …… 547
肝油 …… 548
カンレノ酸カリウム …… 549

キ

希エタノール …… 173
希塩化第二鉄試液 …… 173
希塩化鉄(Ⅲ)試液 …… 173
希塩酸 …… 173, 494
希過酸化水素試液 …… 173
気管支・肺に適用する製剤 …… 15
希ギムザ試液 …… 173
キキョウ …… 1478
桔梗根 …… 1478
桔梗根末 …… 1478
キキョウ末 …… 1478
キキョウ流エキス …… 1478
キクカ …… 1478
菊花 …… 1478
希五酸化バナジウム試液 …… 173
希酢酸 …… 173
キササゲ …… 1479
ギ酸 …… 173
ギ酸アンモニウム …… 173
ギ酸アンモニウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0 …… 173
希酸化バナジウム(V)試液 …… 173
キサンテン …… 173
キサンテン－9－カルボン酸 …… 173
キサントヒドロール …… 173
キサントン …… 173
ギ酸*n*－ブチル …… 173
希次酢酸鉛試液 …… 173
希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液，噴霧用 …… 173
キジツ …… 1479
枳実 …… 1479

基質緩衝液，セルモロイキン用……173
基質試液，塩化リゾチーム用……173
基質試液，リゾチーム塩酸塩用……173
基質試液(1)，カリジノゲナーゼ測定用……173
基質試液(2)，カリジノゲナーゼ測定用……173
基質試液(3)，カリジノゲナーゼ測定用……173
基質試液(4)，カリジノゲナーゼ測定用……173
希2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノン
　モノイミン試液……173
希*p*－ジメチルアミノベンズアルデヒド・
　塩化第二鉄試液……173
希4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・
　塩化鉄(Ⅲ)試液……173
希硝酸……173
キシリット……549
キシリット注射液……550
キシリトール……173, 549
キシリトール注射液……550
キシレノールオレンジ……173
キシレノールオレンジ試液……173
キシレン……173
o－キシレン……173
キシレンシアノールFF……173
キシロース……173
D－キシロース……173
希水酸化カリウム・エタノール試液……173
希水酸化ナトリウム試液……173
キタサマイシン……551
キタサマイシン酢酸エステル……552
キタサマイシン酒石酸塩……553
希チモールブルー試液……173
キッカ……1478
吉草根……1470
吉草根末……1471
n－吉草酸……173
吉草酸ジフルコルトロン……712
吉草酸ベタメタゾン……1235
吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシンクリーム……1236
吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏……1237
希鉄・フェノール試液……174
キナプリル塩酸塩……554
キナプリル塩酸塩，定量用……174
キナプリル塩酸塩錠……555
キニジン硫酸塩……556
キニジン硫酸塩水和物……174, 556
キニーネエチル炭酸エステル……557
キニーネ塩酸塩……558
キニーネ塩酸塩水和物……558
キニーネ硫酸塩……559
キニーネ硫酸塩水和物……174, 559
キニノーゲン……174
キニノーゲン試液……174
8－キノリノール……174
キノリン……174
キノリン試液……174
希フェノールレッド試液……174
希フォリン試液……174
希ブロモフェノールブルー試液……174
希ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・
　ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液……174
希ホルムアルデヒド試液……174
ギムザ試液……174
希メチルレッド試液……174
キャピラリー電気泳動法……1998
牛脂……560
吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド……174
吸収スペクトル用ヘキサン……174
吸収スペクトル用*n*－ヘキサン……174
吸水クリーム……578
吸水軟膏……578
吸入エアゾール剤……15
吸入液剤……15
吸入剤……15
吸入粉末剤……15
強アンモニア水……174
強塩基性イオン交換樹脂……174
強塩基性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用……281
強過酸化水素水……174
キョウカツ……1479
羌活……1479
凝固点測定法……48
強酢酸第二銅試液……174
強酢酸銅(Ⅱ)試液……174
強酸性イオン交換樹脂……174
強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用……281
強酸性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用……281
強酸性イオン交換シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用……281
希ヨウ素試液……174
キョウニン……1480
杏仁……1480
キョウニン水……1481
杏仁水……1481
強熱減量試験法……49
強熱残分試験法……49
希ヨードチンキ……1370
希硫酸……174
希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液……174
希硫酸第二鉄アンモニウム試液……174
[6]－ギンゲロール，成分含量測定用……174
[6]－ギンゲロール，定量用……174
[6]－ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用……175
近赤外吸収スペクトル測定法……1968
ギンセノシドRc……175
ギンセノシドRe……175
ギンセノシドRg_1，薄層クロマトグラフィー用……175
金属ナトリウム……175
金チオリンゴ酸ナトリウム……560

キンヒドロン……175
金標準液，原子吸光光度用……143
銀標準液，原子吸光光度用……143
金標準原液……143
銀標準原液……143

ク

グアイフェネシン……175, 561
グアナベンズ酢酸塩……562
グアニン……175
グアネチジン硫酸塩……563
グアヤコール……175
グアヤコール，定量用……175
グアヤコールグリセリンエーテル……561
グアヤコールスルホン酸カリウム……176, 563
クエン酸……176, 565
クエン酸・酢酸試液……176
クエン酸・無水酢酸試液……176
クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液……176
クエン酸アンモニウム……176
クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)……176
クエン酸一水和物……176
クエン酸ガリウム(^{67}Ga)注射液……565
クエン酸カルベタペンタン……1271
クエン酸カルベタペンテン……1271
クエン酸クロミフェン……603
クエン酸クロミフェン錠……604
クエン酸三カリウム一水和物……176
クエン酸三ナトリウム試液，0.1mol/L……176
クエン酸三ナトリウム二水和物……176
クエン酸試液，0.01mol/L……176
クエン酸試液，1mol/L，緩衝液用……176
クエン酸ジエチルカルバマジン……675
クエン酸ジエチルカルバマジン錠……675
クエン酸水素二アンモニウム……176
クエン酸水和物……565
クエン酸第二鉄アンモニウム……176
クエン酸タモキシフェン……857
クエン酸ナトリウム……176, 566
クエン酸ナトリウム水和物……176, 566
クエン酸フェンタニル……1128
クエン酸フェンタニール……1128
クエン酸ペントキシベリン……1271
クエン酸モサプリド……1353
クエン酸モサプリド，定量用……176
クエン酸モサプリド散……1354
クエン酸モサプリド錠……1355
クコシ……1481
枸杞子……1481
クジン……1481
苦参……1481
クジン末……1482
苦参末……1482
屈折率測定法……49
クペロン……176
クペロン試液……176
クーマシー染色試液……176
クーマシーブリリアントブルーG－250……176
クーマシーブリリアントブルーR－250……176
苦味重曹水……1520
苦味チンキ……1482
グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用……281
クラブラン酸カリウム……567
グラミシジン……568
クラリスロマイシン……569
クラリスロマイシン錠……570
グリクラジド……571
グリココール酸ナトリウム，薄層クロマトグラフィー用……176
グリコールエーテル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用……282
グリコール酸……176
グリシン……176, 572
グリース・ロメン亜硝酸試薬……176
グリース・ロメン硝酸試薬……176
クリスタルバイオレット……176, 1331
クリスタルバイオレット試液……176
グリセオフルビン……572
グリセオフルビン錠……574
グリセリン……176, 574
85%グリセリン……176
グリセリン塩基性試液……176
グリセリンカリ液……577
グリセリンモノステアリン酸エステル……1357
グリセロール……574
グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用……176
クリノフィブラート……577
グリベンクラミド……578
クリーム剤……19
グリメピリド……579
グリメピリド錠……580
クリンダマイシン塩酸塩……582
クリンダマイシン塩酸塩カプセル……582
クリンダマイシンリン酸エステル……583
クリンダマイシンリン酸エステル注射液……584
クルクマ紙……283
クルクミン……177
クルクミン，成分含量測定用……177
クルクミン，定量用……177
クルクミン試液……177
D－グルコサミン塩酸塩……177
4′－*O*－グルコシル－5－*O*－メチルビサミノール，
　薄層クロマトグラフィー用……177
グルコースオキシダーゼ……177
グルコース検出用試液……177
グルコース検出用試液，
　ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用……177
グルコン酸カルシウム……585

グルコン酸カルシウム，薄層クロマトグラフィー用 ……177
グルコン酸カルシウム水和物 ……585
グルコン酸カルシウム水和物，
薄層クロマトグラフィー用 ……177
グルコン酸クロルヘキシジン液 ……624
グルタチオン ……177, 586
グルタチオン(還元型) ……586
L－グルタミン ……177, 586
L－グルタミン酸 ……177, 587
グルタミン試液 ……177
7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－
4－メチルクマリン ……177
7－(グルタリルグリシル－L－アルギニルアミノ)－
4－メチルクマリン試液 ……178
クレオソート ……588
クレゾール ……178, 590
m－クレゾール ……178
p－クレゾール ……178
クレゾール水 ……590
クレゾール石ケン液 ……590
クレゾールレッド ……178
クレゾールレッド試液 ……178
クレボプリドリンゴ酸塩 ……591
クレマスチンフマル酸塩 ……592
クロカプラミン塩酸塩 ……593
クロカプラミン塩酸塩水和物 ……593
クロキサシリンナトリウム ……593
クロキサシリンナトリウム水和物 ……593
クロキサゾラム ……178, 594
クロコナゾール塩酸塩 ……595
クロスカルメロースナトリウム ……540
クロチアゼパム ……596
クロトリマゾール ……178, 597
クロナゼパム ……597
クロニジン塩酸塩 ……598
クロフィブラート ……178, 599
クロフィブラートカプセル ……600
クロフェダノール塩酸塩 ……600
γ－グロブリン ……178
クロベタゾールプロピオン酸エステル ……601
クロペラスチン塩酸塩 ……602
クロマトグラフィー用ケイソウ土 ……282
クロマトグラフィー用担体／充てん剤 ……280
クロマトグラフィー用中性アルミナ ……282
クロミフェンクエン酸塩 ……603
クロミフェンクエン酸塩錠 ……604
クロミプラミン塩酸塩 ……605
クロム酸・硫酸試液 ……178
クロム酸カリウム ……178
クロム酸カリウム試液 ……178
クロム酸銀飽和クロム酸カリウム試液 ……178
クロム酸ナトリウム(^{51}Cr)注射液 ……605
クロモグリク酸ナトリウム ……605
クロモトロプ酸 ……178
クロモトロプ酸試液 ……178
クロモトロープ酸試液 ……178
クロモトロプ酸試液，濃 ……178
クロモトロープ酸試液，濃 ……178
クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 ……178
クロラゼプ酸二カリウム ……606
クロラゼプ酸二カリウム，定量用 ……178
クロラゼプ酸二カリウムカプセル ……607
クロラミン ……178
クロラミン試液 ……178
クロラムフェニコール ……178, 608
クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム ……609
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル ……609
p－クロルアニリン ……178
p－クロル安息香酸 ……178
クロルジアゼポキシド ……178, 611
クロルジアゼポキシド，定量用 ……178
クロルジアゼポキシド散 ……611
クロルジアゼポキシド錠 ……612
クロルフェニラミン・カルシウム散 ……618
クロルフェニラミンマレイン酸塩 ……178, 613
d－クロルフェニラミンマレイン酸塩 ……617
クロルフェニラミンマレイン酸塩散 ……614
クロルフェニラミンマレイン酸塩錠 ……615
クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液 ……616
クロルフェネシンカルバミン酸エステル ……618
クロルフェネシンカルバミン酸エステル，定量用 ……178
クロルフェネシンカルバミン酸エステル錠 ……619
p－クロルフェノール ……178
クロルプロパミド ……620
クロルプロパミド，定量用 ……178
クロルプロパミド錠 ……621
クロルプロマジン塩酸塩 ……622
クロルプロマジン塩酸塩，定量用 ……178
クロルプロマジン塩酸塩錠 ……622
クロルプロマジン塩酸塩注射液 ……623
クロルヘキシジン塩酸塩 ……178, 624
クロルヘキシジングルコン酸塩液 ……624
p－クロルベンゼンスルホンアミド ……178
クロルマジノン酢酸エステル ……625
4－クロロアニリン ……178
4－クロロ安息香酸 ……178
2－クロロエチルジエチルアミン塩酸塩 ……178
クロロギ酸9－フルオレニルメチル ……178
(*E*)－クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 ……179
クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 ……178
クロロ酢酸 ……179
1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン ……179
3′－クロロ－3′－デオキシチミジン，
液体クロマトグラフィー用 ……179
(2－クロロフェニル)－ジフェニルメタノール，
薄層クロマトグラフィー用 ……179
4－クロロフェノール ……179
クロロブタノール ……179, 626

1－クロロブタン ……179
4－クロロベンゼンジアゾニウム塩試液 ……179
4－クロロベンゼンスルホンアミド ……179
クロロホルム ……179
クロロホルム，エタノール不含 ……179
クロロホルム，水分測定用 ……179

ケ

ケイガイ ……1482
荊芥穂 ……1482
経口液剤 ……11
蛍光光度法 ……44
経口ゼリー剤 ……12
蛍光染色による細菌数の迅速測定法 ……2031
経口投与する製剤 ……9
経口生ポリオワクチン ……1283
ケイ酸マグネシウム ……629
軽質無水ケイ酸 ……626
軽質流動パラフィン ……1040
桂枝茯苓丸エキス ……1483
ケイソウ土 ……179
ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用 ……282
ケイソウ土，クロマトグラフィー用 ……282
ケイタングステン酸二十六水和物 ……179
ケイヒ ……1484
桂皮 ……1484
ケイ皮酸 ……179
(*E*)－ケイ皮酸，成分含量測定用 ……179
(*E*)－ケイ皮酸，定量用 ……179
(*E*)－ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用 ……180
ケイヒ末 ……1485
桂皮末 ……1485
ケイヒ油 ……1485
桂皮油 ……1485
計量器・用器 ……284
ケタミン塩酸塩 ……630
血液カンテン培地 ……180
血液透析用剤 ……15
1%血液浮遊液 ……180
結晶セルロース ……844
結晶トリプシン ……180
結晶トリプシン，ウリナスタチン定量用 ……180
結晶ペニシリンGカリウム ……1265
血清性性腺刺激ホルモン ……763
ケツメイシ ……1486
決明子 ……1486
ケトコナゾール ……181, 630
ケトコナゾール，定量用 ……181
ケトコナゾール液 ……631
ケトコナゾール外用液 ……631
ケトコナゾールクリーム ……632
ケトコナゾールローション ……632
ケトチフェンフマル酸塩 ……633
ケトプロフェン ……633
ゲニポシド，成分含量測定用 ……181
ゲニポシド，定量用 ……181
ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用 ……181
ケノデオキシコール酸 ……634
ケノデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用 ……181
ゲファルナート ……635
ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度6%),
　液体クロマトグラフィー用 ……282
ゲル型強酸性イオン交換樹脂(架橋度8%),
　液体クロマトグラフィー用 ……282
ゲル剤 ……19
ケロシン ……181
ケンゴシ ……1486
牽牛子 ……1486
原子吸光光度法 ……45
原子吸光光度用亜鉛標準液 ……143
原子吸光光度用アルミニウム標準液 ……143
原子吸光光度用カルシウム標準液 ……143
原子吸光光度用金標準液 ……143
原子吸光光度用銀標準液 ……144
原子吸光光度用鉄標準液 ……144
原子吸光光度用マグネシウム標準液 ……144
懸濁剤 ……11
ゲンタマイシンB ……181
ゲンタマイシン硫酸塩 ……636
ゲンタマイシン硫酸塩点眼液 ……638
ゲンチアナ ……1486
ゲンチアナ・重曹散 ……1487
ゲンチアナ末 ……1486
ゲンチオピクロシド，薄層クロマトグラフィー用 ……181
ゲンノショウコ ……1487
ゲンノショウコ末 ……1487

コ

コウイ ……1488
膠飴 ……1488
抗ウサギ抗体結合ウェル ……182
抗ウリナスタチンウサギ血清 ……182
抗ウロキナーゼ血清 ……182
抗A血液型判定用抗体 ……182
コウカ ……1488
紅花 ……1488
広藿香 ……1467
硬化油 ……638
口腔内に適用する製剤 ……12
口腔内崩壊錠 ……10
口腔用錠剤 ……12
口腔用スプレー剤 ……12
口腔用半固形剤 ……12
光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子 ……284
コウジン ……1488
紅参 ……1488

校正球，粒子密度測定用 …… 284
合成ケイ酸アルミニウム …… 627
合成ケイ酸マグネシウム，カラムクロマトグラフィー用 …… 282
合成樟脳 …… 547
合成ゼオライト，乾燥用 …… 182
抗生物質の微生物学的力価試験法 …… 83
抗生物質用リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0 …… 182
抗生物質用リン酸塩緩衝液，pH6.5 …… 182
固相化プレート …… 183
酵素試液 …… 182
抗大腸菌由来たん白質抗体原液 …… 182
抗体フラグメント(Fab′) …… 182
抗B血液型判定用抗体 …… 182
コウブシ …… 1490
香附子 …… 1490
コウブシ末 …… 1490
香附子末 …… 1490
抗ブラジキニン抗体 …… 182
抗ブラジキニン抗体試液 …… 182
コウベイ …… 1490
粳米 …… 1490
酵母エキス …… 182
コウボク …… 1490
厚朴 …… 1490
コウボク末 …… 1491
厚朴末 …… 1491
鉱油試験法 …… 26
ゴオウ …… 1492
牛黄 …… 1492
コカイン塩酸塩 …… 640
五酸化バナジウム …… 182
五酸化バナジウム試液 …… 182
五酸化バナジウム試液，希 …… 182
五酸化リン …… 182
ゴシツ …… 1492
牛膝 …… 1492
ゴシツ，薄層クロマトグラフィー用 …… 182
牛車腎気丸エキス …… 1492
ゴシュユ …… 1496
呉茱萸 …… 1496
固体又は粉体の密度 …… 1980
コデインリン酸塩 …… 640
コデインリン酸塩散1% …… 641
コデインリン酸塩散10% …… 642
コデインリン酸塩錠 …… 642
コデインリン酸塩水和物 …… 640
コデインリン酸塩水和物，定量用 …… 183
ゴナドレリン酢酸塩 …… 643
コハク酸エリスロマイシンエチル …… 482
コハク酸クロラムフェニコールナトリウム …… 609
コハク酸ジエチレングリコールポリエステル，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 183
コハク酸シベンゾリン …… 715
コハク酸シベンゾリン，定量用 …… 183
コハク酸シベンゾリン錠 …… 715
コハク酸トコフェロール …… 183
コハク酸トコフェロールカルシウム …… 183, 937
コハク酸ヒドロコルチゾン …… 1075
コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム …… 1076
コハク酸プレドニゾロン …… 1186
コハク酸メチルプレドニゾロン …… 1330
コバルチ亜硝酸ナトリウム …… 183
コバルチ亜硝酸ナトリウム試液 …… 183
コプチシン塩化物，薄層クロマトグラフィー用 …… 183
ゴボウシ …… 1496
牛蒡子 …… 1496
ゴマ …… 1496
胡麻 …… 1496
ゴマ油 …… 183, 645
ゴミシ …… 1497
五味子 …… 1497
コムギデンプン …… 923
小麦澱粉 …… 923
コメデンプン …… 924
米澱粉 …… 924
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム …… 645
コリスチン硫酸塩 …… 646
コリン塩化物 …… 183
コール酸，薄層クロマトグラフィー用 …… 183
コルチゾン酢酸エステル …… 184, 647
コルヒチン …… 648
コレカルシフェロール …… 649
コレステロール …… 184, 650
コレラワクチン …… 650
コロジオン …… 184
コロホニウム …… 1599
コロンボ …… 1497
コロンボ末 …… 1497
混合ガス調製器 …… 284
コンゴーレッド …… 184
コンゴーレッド紙 …… 283
コンゴーレッド試液 …… 184
コンズランゴ …… 1497
コンズランゴ流エキス …… 1498

サ

サイクロスポリンA …… 679
サイクロセリン …… 651
サイコ …… 1498
柴胡 …… 1498
柴胡桂枝湯エキス …… 1499
サイコサポニンa，成分含量測定用 …… 184
サイコサポニンa，定量用 …… 184
サイコサポニンa，薄層クロマトグラフィー用 …… 184
サイコサポニンb_2，成分含量測定用 …… 184
サイコサポニンb_2，定量用 …… 184
サイコサポニンb_2，薄層クロマトグラフィー用 …… 184

サイコサポニンd，成分含量測定用 …… 185
サイコサポニンd，定量用 …… 185
サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液 …… 185
サイコ定量用リン酸塩緩衝液 …… 185
最終滅菌医薬品の無菌性保証 …… 2033
最終滅菌法及び滅菌指標体 …… 2036
サイシン …… **1501**
細辛 …… **1501**
細胞懸濁液，テセロイキン用 …… 185
柴朴湯エキス …… **1502**
柴苓湯エキス …… **1504**
酢酸 …… 185, **651**
酢酸(31) …… 185
酢酸(100) …… 185
酢酸，希 …… 185
酢酸，非水滴定用 …… 185
酢酸，氷 …… 185
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH3.0 …… 185
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH4.5 …… 185
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH4.8 …… 185
酢酸・酢酸カリウム緩衝液，pH4.3 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.6 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.1mol/L，pH4.0 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，1mol/L，pH5.0 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.0 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5，鉄試験用 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.7 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH5.0 …… 185
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH5.5 …… 186
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH5.6 …… 186
酢酸・酢酸ナトリウム試液 …… 186
酢酸・酢酸ナトリウム試液，0.02mol/L …… 186
酢酸・酢酸ナトリウム試液，pH7.0 …… 186
酢酸・硫酸試液 …… 186
酢酸亜鉛 …… 186
0.02mol/L酢酸亜鉛液 …… 136
0.05mol/L酢酸亜鉛液 …… 136
酢酸亜鉛緩衝液，0.25mol/L，pH6.4 …… 186
酢酸亜鉛二水和物 …… 186
酢酸アンモニウム …… 186
酢酸アンモニウム試液 …… 186
酢酸アンモニウム試液，0.5mol/L …… 186
酢酸イソアミル …… 186
酢酸エチル …… 186
酢酸塩緩衝液，0.01mol/L，pH5.0 …… 186
酢酸塩緩衝液，pH3.5 …… 186
酢酸塩緩衝液，pH4.5 …… 186
酢酸塩緩衝液，pH5.4 …… 186
酢酸塩緩衝液，pH5.5 …… 186
酢酸カドミウム …… 186
酢酸カドミウム二水和物 …… 186
酢酸カリウム …… 186
酢酸カリウム試液 …… 186
酢酸カルシウム一水和物 …… 186
酢酸グアナベンズ …… **562**
酢酸クロルマジノン …… **625**
酢酸ゴナドレリン …… **643**
酢酸コルチゾン …… 186, **647**
酢酸試液，0.25mol/L …… 185
酢酸試液，6mol/L …… 185
酢酸水銀(Ⅱ) …… 186
酢酸水銀(Ⅱ)試液，非水滴定用 …… 186
酢酸セミカルバジド試液 …… 186
酢酸第二水銀 …… 186
酢酸第二水銀試液，非水滴定用 …… 186
酢酸第二銅 …… 186
酢酸第二銅試液，強 …… 186
酢酸銅(Ⅱ)一水和物 …… 186
酢酸銅(Ⅱ)試液，強 …… 186
酢酸トコフェロール …… 186, **938**
酢酸*dl*－α－トコフェロール …… **938**
酢酸ナトリウム …… 186, **652**
酢酸ナトリウム，無水 …… 186
酢酸ナトリウム・アセトン試液 …… 186
0.1mol/L酢酸ナトリウム液 …… 136
酢酸ナトリウム三水和物 …… 186
酢酸ナトリウム試液 …… 186
酢酸ナトリウム水和物 …… **652**
酢酸鉛 …… 186
酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 …… 186
酢酸鉛紙 …… 283
酢酸鉛(Ⅱ)紙 …… 283
酢酸鉛試液 …… 186
酢酸鉛(Ⅱ)試液 …… 186
酢酸ヒドロキソコバラミン …… 187, **1072**
酢酸ヒドロコルチゾン …… 187, **1077**
酢酸ビニル …… 187
酢酸フタル酸セルロース …… **836**
酢酸ブチル …… 187
酢酸*n*－ブチル …… 187
酢酸フルドロコルチゾン …… **1171**
酢酸フレカイニド …… **1182**
酢酸フレカイニド錠 …… **1183**
酢酸プレドニゾロン …… 187, **1188**
酢酸ミデカマイシン …… **1306**
酢酸メチル …… 187
酢酸3－メチルブチル …… 187
酢酸メテノロン …… **1333**
酢酸L－リジン …… **1389**
酢酸リチウム二水和物 …… 187
酢酸レチノール …… **1420**
サケカルシトニン(合成) …… **529**
坐剤 …… 17
サッカリン …… **652**
サッカリンナトリウム …… **653**
サッカリンナトリウム水和物 …… **653**

サフラン …… 1507
サラシ粉 …… 187, 654
サラシ粉試液 …… 187
サラシミツロウ …… 1305
サラゾスルファピリジン …… 654
サリチル・ミョウバン散 …… 658
サリチルアミド …… 187
サリチルアルダジン …… 187
サリチルアルデヒド …… 187
サリチル酸 …… 187, 655
サリチル酸，定量用 …… 187
サリチル酸イソブチル …… 187
サリチル酸試液 …… 187
サリチル酸精 …… 656
サリチル酸鉄試液 …… 187
サリチル酸ナトリウム …… 188, 658
サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 …… 188
サリチル酸絆創膏 …… 658
サリチル酸メチル …… 188, 659
ザルトプロフェン …… 188, 660
ザルトプロフェン，定量用 …… 188
ザルトプロフェン錠 …… 660
サルブタモール硫酸塩 …… 661
サルポグレラート塩酸塩 …… 188, 662
サルポグレラート塩酸塩細粒 …… 663
サルポグレラート塩酸塩錠 …… 664
三塩化アンチモン …… 188
三塩化アンチモン試液 …… 188
三塩化チタン …… 188
三塩化チタン・硫酸試液 …… 188
0.1mol/L三塩化チタン液 …… 136
三塩化チタン試液 …… 188
三塩化ヨウ素 …… 188
酸化亜鉛 …… 666
酸化亜鉛デンプン …… 289
酸化亜鉛軟膏 …… 289
酸化アルミニウム …… 188
酸化カルシウム …… 188, 666
酸化クロム(VI) …… 188
酸化クロム(VI)試液 …… 188
酸化チタン …… 667
酸化チタン(IV) …… 188
酸化チタン(IV)試液 …… 188
酸化鉛(II) …… 188
酸化鉛(IV) …… 188
酸化バナジウム(V) …… 188
酸化バナジウム(V)試液 …… 188
酸化バナジウム(V)試液，希 …… 188
酸化バリウム …… 188
酸化マグネシウム …… 188, 668
酸化メシチル …… 188
酸化モリブデン(III) …… 188
酸化モリブデン(III)・クエン酸試液 …… 188
酸化ランタン(III) …… 188
酸化リン(V) …… 188
サンキライ …… 1507
山帰来 …… 1507
サンキライ末 …… 1507
山帰来末 …… 1507
散剤 …… 11
サンザシ …… 1507
山査子 …… 1507
三酸化クロム …… 188
三酸化クロム試液 …… 188
三酸化ナトリウムビスマス …… 188
三酸化二ヒ素 …… 188, 669
三酸化二ヒ素試液 …… 188
三酸化ヒ素 …… 188, 669
三酸化ヒ素試液 …… 188
三酸化モリブデン …… 188
三酸化モリブデン・クエン酸試液 …… 188
サンシシ …… 1508
山梔子 …… 1508
サンシシ末 …… 1509
山梔子末 …… 1509
サンシュユ …… 1509
山茱萸 …… 1509
サンショウ …… 188, 1510
山椒 …… 1510
参照抗インターロイキン－2抗血清試液 …… 188
参照抗インターロイキン－2抗体，テセロイキン用 …… 188
サンショウ末 …… 1511
山椒末 …… 1511
酸処理ゼラチン …… 188
酸性塩化カリウム試液 …… 188
酸性塩化スズ(II)試液 …… 188
酸性塩化第一スズ試液 …… 188
酸性塩化第二鉄試液 …… 188
酸性塩化鉄(III)試液 …… 188
酸性過マンガン酸カリウム試液 …… 188
酸性白土 …… 189
酸性硫酸アンモニウム鉄(III)試液 …… 189
酸素 …… 189, 669
サンソウニン …… 1511
酸棗仁 …… 1511
酸素フラスコ燃焼法 …… 26
サントニン …… 189, 670
サントニン，定量用 …… 189
三ナトリウム五シアノアミン第一鉄試液 …… 189
三ナトリウム五シアノアミン鉄(II)試液 …… 189
3倍濃厚乳糖ブイヨン …… 189
三フッ化ホウ素 …… 189
三フッ化ホウ素・メタノール試液 …… 189
酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 …… 189
サンヤク …… 1511
山薬 …… 1511
サンヤク末 …… 1511
山薬末 …… 1511

残留溶媒試験法 …… 50

シ

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 …… 189
次亜塩素酸ナトリウム試液 …… 189
次亜塩素酸ナトリウム試液，アンモニウム試験用 …… 189
次亜臭素酸ナトリウム試液 …… 189
ジアスターゼ …… 671
ジアスターゼ・重曹散 …… 671
ジアセチル …… 189
ジアセチル試液 …… 189
ジアゼパム …… 671
ジアゼパム，定量用 …… 189
ジアゼパム錠 …… 672
ジアゾ化滴定用スルファニルアミド …… 189
ジアゾ試液 …… 189
ジアゾベンゼンスルホン酸試液 …… 190
ジアゾベンゼンスルホン酸試液，濃 …… 190
シアナミド …… 673
1－シアノグアニジン …… 190
シアノコバラミン …… 190, 673
シアノコバラミン注射液 …… 674
シアノプロピルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 …… 282
6%シアノプロピルフェニル－94%ジメチル
　シリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 …… 190
6%シアノプロピル－6%フェニル－メチル
　シリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 …… 190
7%シアノプロピル－7%フェニル－メチル
　シリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 …… 190
シアノプロピルメチルフェニルシリコーン，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 190
2,3－ジアミノナフタリン …… 190
2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩 …… 190
2,4－ジアミノフェノール二塩酸塩試液 …… 190
次亜リン酸 …… 190
シアン化カリウム …… 190
シアン化カリウム試液 …… 190
シアン酢酸 …… 190
シアン酢酸エチル …… 190
シアン標準液 …… 144
シアン標準原液 …… 144
ジイソプロピルアミン …… 190
ジェサコニチン，純度試験用 …… 190
ジエタノールアミン …… 191
ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，
　液体クロマトグラフィー用 …… 282
ジエチルアミノエチルセルロース，
　カラムクロマトグラフィー用 …… 282
ジエチルアミン …… 191
ジエチルエーテル …… 191
ジエチルエーテル，生薬純度試験用 …… 191
ジエチルエーテル，無水 …… 191
ジエチルカルバマジンクエン酸塩 …… 675
ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠 …… 675
N,N－ジエチルジチオカルバミド酸銀 …… 191
N,N－ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 …… 191
ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛 …… 191
ジエチルジチオカルバミン酸銀 …… 191
ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム …… 191
N,N－ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物 …… 191
N,N－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミン
　シュウ酸塩 …… 191
N,N－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミン
　シュウ酸塩・アセトン試液 …… 192
N,N－ジエチル－*N′*－1－ナフチルエチレンジアミン
　シュウ酸塩試液 …… 191
ジエチレングリコール …… 192
ジエチレングリコールアジピン酸エステル，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 192
ジエチレングリコールコハク酸エステル，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 192
ジエチレングリコールジメチルエーテル …… 192
ジエチレングリコールモノエチルエーテル …… 192
ジエチレングリコールモノエチルエーテル，水分測定用 …… 192
ジオウ …… 1512
地黄 …… 1512
ジオキサン …… 192
1,4－ジオキサン …… 192
ジオニン …… 459
ジオールシリカゲル，液体クロマトグラフィー用 …… 282
紫外可視吸光度測定法 …… 46
歯科用アンチホルミン …… 380
歯科用次亜塩素酸ナトリウム液 …… 380
歯科用トリオジンクパスタ …… 957
歯科用パラホルムパスタ …… 1041
歯科用フェノール・カンフル …… 1126
歯科用ヨード・グリセリン …… 1370
ジギトキシン …… 676
ジギトキシン錠 …… 677
ジギトニン …… 192
シクラシリン …… 678
ジクロキサシリンナトリウム …… 679
ジクロキサシリンナトリウム水和物 …… 679
シクロスポリン …… 679
シクロスポリンU …… 192
ジクロフェナクナトリウム …… 680
ジクロフェナミド …… 681
ジクロフェナミド錠 …… 682
シクロヘキサン …… 192
シクロヘキシルアミン …… 192
シクロヘキシルメタノール …… 192
シクロペントラート塩酸塩 …… 683
シクロホスファミド …… 683
シクロホスファミド水和物 …… 683
1,2－ジクロルエタン …… 192
ジクロルフェナミド …… 681

ジクロルフェナミド錠……682
2,6－ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム……192
2,6－ジクロルフェノールインドフェノール
　ナトリウム試液……192
2,6－ジクロルフェノールインドフェノール
　ナトリウム試液，滴定用……192
ジクロルフルオレセイン……192
ジクロルフルオレセイン試液……192
ジクロルメタン……192
2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・
　酢酸ナトリウム試液……192
2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液……192
2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液，
　滴定用……192
2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物……192
1,2－ジクロロエタン……192
2,6－ジクロロフェノール……192
ジクロロフルオレセイン……192
ジクロロフルオレセイン試液……192
1,2－ジクロロベンゼン……192
ジクロロメタン……192
試験菌移植培地，テセロイキン用……192
試験菌移植培地斜面，テセロイキン用……192
シゴカ……1512
刺五加……1512
ジゴキシン……192, 684
ジゴキシン錠……685
ジゴキシン注射液……687
ジコッピ……1513
地骨皮……1513
シコン……1513
紫根……1513
次酢酸鉛試液……192
次酢酸鉛試液，希……193
シザンドリン，薄層クロマトグラフィー用……193
ジシクロヘキシル……193
ジシクロヘキシルウレア……193
N,N′－ジシクロヘキシルカルボジイミド……193
N,N′－ジシクロヘキシルカルボジイミド・
　エタノール試液……193
N,N′－ジシクロヘキシルカルボジイミド・
　無水エタノール試液……193
次硝酸ビスマス……193, 688
次硝酸ビスマス試液……193
ジスチグミン臭化物……688
ジスチグミン臭化物，定量用……193
ジスチグミン臭化物錠……689
L－システイン……193
L－システイン……689
L－システイン塩酸塩一水和物……193
L－システイン塩酸塩水和物……690
L－システイン酸……193
システム適合性……1971
シスプラチン……193, 691
ジスルフィラム……692
磁製るつぼ……283
持続性注射剤……14
ジソピラミド……693
紫蘇葉……1538
2,6－ジ－第三ブチル－*p*－クレゾール……193
2,6－ジ－第三ブチル－*p*－クレゾール試液……193
シタラビン……693
ジチオジグリコール酸……193
ジチオジプロピオン酸……193
ジチオスレイトール……193
1,1′－[3,3′－ジチオビス(2－メチル－1－
　オキソプロピル)]－L－ジプロリン……193
ジチゾン……193
ジチゾン液，抽出用……193
ジチゾン試液……193
シッカニン……694
シツリシ……1513
蒺藜子……1513
シトシン……194
ジドブジン……695
ジドロゲステロン……696
ジドロゲステロン，定量用……194
ジドロゲステロン錠……697
2,4－ジニトロクロルベンゼン……194
2,4－ジニトロフェニルヒドラジン……194
2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液……194
2,4－ジニトロフェニルヒドラジン・
　ジエチレングリコールジメチルエーテル試液……194
2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液……194
2,4－ジニトロフェノール……194
2,4－ジニトロフェノール試液……194
2,4－ジニトロフルオルベンゼン……194
1,2－ジニトロベンゼン……194
1,3－ジニトロベンゼン……194
m－ジニトロベンゼン……194
1,3－ジニトロベンゼン試液……194
1,3－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性……194
m－ジニトロベンゼン試液……194
m－ジニトロベンゼン試液，アルカリ性……194
シネオール，定量用……194
シノキサシン……697
シノキサシン，定量用……194
シノキサシンカプセル……698
ジノスタチン　スチマラマー……699
ジノスタチンスチマラマー……699
シノブファギン，成分含量測定用……194
シノブファギン，定量用……194
ジノプロスト……702
ジピコリン酸……195
ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩，
　薄層クロマトグラフィー用……195
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩……702
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩……704

ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート ……362
2,4－ジヒドロキシ安息香酸……195
1,3－ジヒドロキシナフタレン ……195
2,7－ジヒドロキシナフタレン ……195
2,7－ジヒドロキシナフタレン試液 ……195
ジヒドロコデインリン酸塩……705
ジヒドロコデインリン酸塩，定量用……195
ジヒドロコデインリン酸塩散1% ……706
ジヒドロコデインリン酸塩散10% ……706
3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン ……195
1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－
　2－フリル]チミン，薄層クロマトグラフィー用……195
ジビニルベンゼン－*N*－ビニルピロリドン共重合体，
　カラムクロマトグラフィー用……282
ジビニルベンゼン－メタクリラート共重合体，
　液体クロマトグラフィー用……282
α,α′－ジピリジル ……195
1,3－ジ－(4－ピリジル)プロパン ……195
ジピリダモール ……707
ジフェニドール塩酸塩 ……195, 708
ジフェニル ……195
5%ジフェニル・95%ジメチルポリシロキサン，
　ガスクロマトグラフィー用……195
ジフェニルアミン ……195
ジフェニルアミン・酢酸試液……195
ジフェニルアミン・氷酢酸試液……196
ジフェニルアミン試液……195
9,10－ジフェニルアントラセン ……196
ジフェニルイミダゾール ……196
ジフェニルエーテル ……196
ジフェニルカルバジド……196
ジフェニルカルバジド試液……196
ジフェニルカルバゾン ……196
ジフェニルカルバゾン試液……196
1,5－ジフェニルカルボノヒドラジド ……196
1,5－ジフェニルカルボノヒドラジド試液 ……196
ジフェニルヒダントイン ……1117
ジフェニルヒダントイン散……1118
ジフェニルヒダントイン錠……1118
1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩，
　薄層クロマトグラフィー用……196
1,4－ジフェニルベンゼン……196
ジフェンヒドラミン ……196, 709
ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散……710
ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント ……710
ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散……710
ジフェンヒドラミン塩酸塩……709
ジブカイン塩酸塩 ……196, 711
ジブチルアミン ……196
ジ－*n*－ブチルエーテル ……196
2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール ……196
2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール試液 ……196
ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛……196
ジフテリアトキソイド……711
ジフテリア破傷風混合トキソイド ……712
ジフルコルトロン吉草酸エステル ……712
ジプロピオン酸ベタメタゾン ……1238
ジプロフィリン ……196
シプロヘプタジン塩酸塩 ……713
シプロヘプタジン塩酸塩水和物 ……713
2,6－ジブロムキノンクロルイミド……196
2,6－ジブロムキノンクロルイミド試液……196
2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノン
　モノイミン ……196
2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノン
　モノイミン ……196
2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノン
　モノイミン試液 ……196
2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－1,4－ベンゾキノン
　モノイミン試液，希 ……196
2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノン
　モノイミン試液 ……196
2,6－ジブロモ－*N*－クロロ－*p*－ベンゾキノン
　モノイミン試液，希 ……197
ジベカシン硫酸塩 ……197, 714
ジベカシン硫酸塩点眼液 ……714
ジベンジル ……197
N,N′－ジベンジルエチレンジアミン二酢酸塩……197
ジベンズ[*a,h*]アントラセン ……197
シベンゾリンコハク酸塩 ……715
シベンゾリンコハク酸塩，定量用 ……197
シベンゾリンコハク酸塩錠 ……715
脂肪油 ……198
シメチジン ……716
N,N－ジメチルアセトアミド ……198
ジメチルアニリン ……198
N,N－ジメチルアニリン ……198
(ジメチルアミノ)アゾベンゼンスルホニルクロリド……198
4－ジメチルアミノアンチピリン ……198
4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド ……198
p－ジメチルアミノシンナムアルデヒド ……198
4－ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 ……198
p－ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 ……198
ジメチルアミノフェノール ……198
ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用……282
4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン ……198
p－ジメチルアミノベンジリデンロダニン ……198
4－ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 ……198
p－ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 ……198
4－ジメチルアミノベンズアルデヒド ……198
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド ……198
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 ……199
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド・
　塩化第二鉄試液，希 ……199
4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 ……199
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 ……199

4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液，
希 …… 199
4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 …… 199
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 …… 199
4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 …… 198
4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 …… 198
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 …… 198
p－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 …… 198
ジメチルアミン …… 199
N,N－ジメチル－*n*－オクチルアミン …… 199
ジメチルグリオキシム …… 199
ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 …… 199
ジメチルグリオキシム試液 …… 199
ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)，
薄層クロマトグラフィー用 …… 282
ジメチルスルホキシド …… 199
ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用 …… 199
3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－
ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物 …… 199
3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－
ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液 …… 199
2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－
ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル，
薄層クロマトグラフィー用 …… 199
N,N－ジメチル－*p*－フェニレンジアンモニウム
二塩酸塩 …… 199
ジメチルホルムアミド …… 199
N,N－ジメチルホルムアミド …… 199
N,N－ジメチルホルムアミド，
液体クロマトグラフィー用 …… 199
ジメトキシメタン …… 199
ジメドン …… 199
ジメモルファンリン酸塩 …… **717**
ジメルカプロール …… **718**
ジメルカプロール注射液 …… **718**
ジメンヒドリナート …… **718**
ジメンヒドリナート，定量用 …… 199
ジメンヒドリナート錠 …… **719**
次没食子酸ビスマス …… **720**
ジモルホラミン …… **720**
ジモルホラミン，定量用 …… 199
ジモルホラミン注射液 …… **721**
試薬・試液 …… 145
弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液 …… **333**
弱塩基性DEAE－架橋デキストラン陰イオン交換体
(Cl型) …… 282
弱オピスコ注射液 …… **333**
弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 …… 282
弱酸性イオン交換シリカゲル，
液体クロマトグラフィー用 …… 282
弱酸性CM－架橋セルロース陽イオン交換体(H型) …… 282
シャクヤク …… **1514**
芍薬 …… **1514**
芍薬甘草湯エキス …… **1515**
シャクヤク末 …… **1515**
芍薬末 …… **1515**
ジャショウシ …… **1516**
蛇床子 …… **1516**
シャゼンシ …… **1517**
車前子 …… **1517**
シャゼンシ，薄層クロマトグラフィー用 …… 199
シャゼンソウ …… **1517**
車前草 …… **1517**
重亜硫酸ナトリウム …… **358**
重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 200
臭化イプラトロピウム …… **412**
臭化カリウム …… 200, **722**
臭化カリウム，赤外吸収スペクトル用 …… 200
臭化シアン試液 …… 200
臭化ジスチグミン …… **688**
臭化ジスチグミン，定量用 …… 200
臭化ジスチグミン錠 …… **689**
臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－
ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム …… 200
臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－
ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液 …… 200
臭化水素酸 …… 200
臭化水素酸アレコリン，薄層クロマトグラフィー用 …… 200
臭化水素酸スコポラミン …… 200, **743**
臭化水素酸スコポラミン，薄層クロマトグラフィー用 …… 200
臭化水素酸セファエリン …… 200
臭化水素酸デキストロメトルファン …… **900**
臭化水素酸ホマトロピン …… 200, **1282**
臭化ダクロニウム，薄層クロマトグラフィー用 …… 200
臭化チメピジウム …… **887**
臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム …… 200
臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム試液，
0.005mol/L …… 200
臭化テトラ*n*－ブチルアンモニウム …… 200
臭化テトラ*n*－プロピルアンモニウム …… 200
臭化テトラ*n*－ヘプチルアンモニウム …… 200
臭化テトラ*n*－ペンチルアンモニウム …… 200
臭化ナトリウム …… 200, **722**
臭化パンクロニウム …… **1052**
臭化ピリドスチグミン …… **1099**
臭化ブチルスコポラミン …… **1133**
臭化ブトロピウム …… **1139**
臭化プロパンテリン …… 200, **1207**
臭化メチルベナクチジウム …… **1331**
臭化メペンゾラート …… **1348**
臭化ヨウ素(Ⅱ) …… 200
臭化リチウム …… 200
重金属試験法 …… 27
重クロム酸カリウム …… 200
重クロム酸カリウム(標準試薬) …… 200
重クロム酸カリウム・硫酸試液 …… 200
1／60 mol/L重クロム酸カリウム液 …… 136
重クロム酸カリウム試液 …… 200

シュウ酸 …… 200
シュウ酸アンモニウム …… 200
シュウ酸アンモニウム一水和物 …… 201
シュウ酸アンモニウム試液 …… 201
0.005mol/Lシュウ酸液 …… 136
0.05mol/Lシュウ酸液 …… 136
シュウ酸塩pH標準液 …… 144, 201
シュウ酸試液 …… 200
シュウ酸ナトリウム(標準試薬) …… 201
0.005mol/Lシュウ酸ナトリウム液 …… 136
シュウ酸*N*−(1−ナフチル)−*N*′−ジエチルエチレンジアミン …… 201
シュウ酸*N*−(1−ナフチル)−*N*′−ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液 …… 201
シュウ酸*N*−(1−ナフチル)−*N*′−ジエチルエチレンジアミン試液 …… 201
シュウ酸二水和物 …… 200
重水，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
重水素化ギ酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
重水素化ジメチルスルホキシド，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
重水素化ピリジン，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
重水素化メタノール，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
重水素化溶媒，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 201
十全大補湯エキス …… 1517
臭素 …… 201
臭素・酢酸試液 …… 201
臭素・シクロヘキサン試液 …… 201
臭素・水酸化ナトリウム試液 …… 201
臭素・四塩化炭素試液 …… 201
重曹 …… 862
0.05mol/L臭素液 …… 137
臭素酸カリウム …… 201
1／60 mol/L臭素酸カリウム液 …… 137
臭素試液 …… 201
重炭酸ナトリウム …… 862
重炭酸ナトリウム注射液 …… 863
ジュウヤク …… 1520
十薬 …… 1520
シュクシャ …… 1521
縮砂 …… 1521
シュクシャ末 …… 1521
縮砂末 …… 1521
酒精剤 …… 20
酒石酸 …… 201, 723
L−酒石酸 …… 201
酒石酸アリメマジン …… 358
酒石酸アンモニウム …… 201
L−酒石酸アンモニウム …… 201
酒石酸イフェンプロジル …… 410
酒石酸エルゴタミン …… 488
酒石酸カリウム …… 201
酒石酸カリウムナトリウム …… 201
酒石酸緩衝液，pH3.0 …… 201
酒石酸キタサマイシン …… 553
酒石酸水素ナトリウム …… 201
酒石酸水素ナトリウム一水和物 …… 201
酒石酸水素ナトリウム試液 …… 201
酒石酸ゾルピデム …… 847
酒石酸ゾルピデム錠 …… 848
酒石酸第一鉄試液 …… 201
酒石酸鉄(Ⅱ)試液 …… 201
酒石酸ナトリウム …… 201
酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 …… 201
酒石酸ナトリウム二水和物 …… 201
酒石酸プロチレリン …… 1203
酒石酸メトプロロール …… 1337
酒石酸メトプロロール，定量用 …… 201
酒石酸メトプロロール錠 …… 1338
酒石酸レバロルファン …… 1425
酒石酸レバロルファン，定量用 …… 201
酒石酸レバロルファン注射液 …… 1426
酒石酸ロイコマイシン …… 553
純度試験用アコニチン …… 201
純度試験用ジェサコニチン …… 201
純度試験用ヒパコニチン …… 201
純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 …… 201
純度試験用メサコニチン …… 201
消化力試験法 …… 86
ショウキョウ …… 1521
生姜 …… 1521
ショウキョウ末 …… 1521
生姜末 …… 1521
錠剤 …… 9
小柴胡湯エキス …… 1522
錠剤の摩損度試験法 …… 2062
小青竜湯エキス …… 1524
硝酸 …… 201
硝酸，希 …… 201
硝酸，発煙 …… 201
硝酸アンモニウム …… 201
硝酸イソソルビド …… 724
硝酸イソソルビド，定量用 …… 201
硝酸イソソルビド錠 …… 724
硝酸カリウム …… 202
硝酸カルシウム …… 202
硝酸カルシウム四水和物 …… 202
硝酸銀 …… 202, 723
硝酸銀・アンモニア試液 …… 202
0.001mol/L硝酸銀液 …… 137
0.005mol/L硝酸銀液 …… 137
0.01mol/L硝酸銀液 …… 137
0.02mol/L硝酸銀液 …… 137
0.1mol/L硝酸銀液 …… 137
硝酸銀試液 …… 202
硝酸銀点眼液 …… 723
硝酸コバルト …… 202

硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物 …… 202
硝酸試液，2mol/L …… 201
硝酸ジルコニル …… 202
硝酸ジルコニル二水和物 …… 202
硝酸ストリキニーネ，定量用 …… 202
硝酸セリウム(Ⅲ)試液 …… 202
硝酸セリウム(Ⅲ)六水和物 …… 202
硝酸第一セリウム …… 202
硝酸第一セリウム試液 …… 202
硝酸第二鉄 …… 202
硝酸第二鉄試液 …… 202
硝酸チアミン …… 202, 875
硝酸鉄(Ⅲ)九水和物 …… 202
硝酸鉄(Ⅲ)試液 …… 202
硝酸デヒドロコリダリン，成分含量測定用 …… 202
硝酸ナトリウム …… 202
硝酸ナファゾリン …… 202, 987
硝酸ナファゾリン，定量用 …… 202
硝酸鉛 …… 202
硝酸鉛(Ⅱ) …… 202
硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ) …… 202
硝酸二アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液 …… 202
硝酸バリウム …… 202
硝酸バリウム試液 …… 202
硝酸ビスマス …… 202
硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 …… 202
0.01mol/L硝酸ビスマス液 …… 137
硝酸ビスマス五水和物 …… 202
硝酸ビスマス試液 …… 202
硝酸標準液 …… 144
硝酸マグネシウム …… 202
硝酸マグネシウム六水和物 …… 202
硝酸マンガン(Ⅱ)六水和物 …… 202
硝酸ミコナゾール …… 202, 1302
常水 …… 736
ショウズク …… 1524
小豆蔻 …… 1524
小豆蔻 …… 1524
焦性ブドウ酸ナトリウム …… 202
消石灰 …… 739
焼セッコウ …… 1530
焼石膏 …… 1530
消毒用アルコール …… 450
消毒用エタノール …… 202, 450
消毒用石炭酸 …… 1125
消毒用石炭酸水 …… 1126
消毒用フェノール …… 1125
消毒用フェノール水 …… 1126
樟脳 …… 547
ショウマ …… 1526
升麻 …… 1526
生薬関連製剤 …… 19
生薬関連製剤各条 …… 19
生薬試験法 …… 100
生薬純度試験用アセトン …… 202
生薬純度試験用アリストロキア酸Ⅰ …… 202
生薬純度試験用エーテル …… 202
生薬純度試験用ジエチルエーテル …… 202
生薬純度試験用ヘキサン …… 203
生薬の微生物限度試験法 …… 103
蒸留水，注射用 …… 203
[6]－ショーガオール，定量用 …… 203
[6]－ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用 …… 203
食塩 …… 492
触媒用ラニーニッケル …… 203
植物油 …… 203
ジョサマイシン …… 203, 725
ジョサマイシン錠 …… 726
ジョサマイシンプロピオン酸エステル …… 203, 727
ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩 …… 742
シラザプリル …… 203, 728
シラザプリル，定量用 …… 203
シラザプリル錠 …… 728
シラザプリル水和物 …… 203, 728
シラザプリル水和物，定量用 …… 203
シラスタチンアンモニウム，定量用 …… 203
シラスタチンナトリウム …… 730
ジラゼプ塩酸塩 …… 731
ジラゼプ塩酸塩水和物 …… 731
シリカゲル …… 204
シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 …… 282
シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用 …… 282
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用 …… 282
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り) …… 282
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用
(混合蛍光剤入り) …… 282
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用
(粒径5～7μm，蛍光剤入り) …… 282
シリコン樹脂 …… 204
シリコーン樹脂 …… 204
シリコン油 …… 204
シリコーン油 …… 204
ジルコニル・アリザリンS試液 …… 204
ジルコニル・アリザリンレッドS試液 …… 204
ジルチアゼム塩酸塩 …… 204, 732
シロスタゾール …… 733
シロスタゾール錠 …… 734
シロップ剤 …… 11
シロップ用アシクロビル …… 298
シロップ用剤 …… 11
シロップ用セファトリジン …… 781
シロップ用セファトリジンプロピレングリコール …… 781
シロップ用セファドロキシル …… 783
シロップ用セファレキシン …… 786
シロップ用セフロキサジン …… 832
シロップ用ファロペネムナトリウム …… 1114
シロップ用ペミロラストカリウム …… 1253
シンイ …… 1527

辛夷 ……1527
シンコニジン ……204
シンコニン ……204
ジンコン ……204
ジンコン試液 ……204
浸剤・煎剤 ……20
親水クリーム ……579
親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……282
親水軟膏 ……579
親水ワセリン ……1442
診断用クエン酸ナトリウム液 ……566
浸透圧測定法(オスモル濃度測定法) ……50
(*E*)－シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 ……205
シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 ……204
シンバスタチン ……735
真武湯エキス ……1527

ス

水銀 ……205
水銀標準液 ……144
水酸化カリウム ……205, 739
0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液 ……138
0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液 ……138
水酸化カリウム・エタノール試液 ……205
水酸化カリウム・エタノール試液，0.1mol/L ……205
水酸化カリウム・エタノール試液，希 ……205
0.1mol/L水酸化カリウム液 ……137
0.5mol/L水酸化カリウム液 ……137
1mol/L水酸化カリウム液 ……137
水酸化カリウム試液 ……205
水酸化カリウム試液，0.02mol/L ……205
水酸化カリウム試液，0.05mol/L ……205
水酸化カリウム試液，8mol/L ……205
水酸化カルシウム ……205, 739
水酸化カルシウム，pH測定用 ……205
水酸化カルシウムpH標準液 ……144, 205
水酸化カルシウム試液 ……205
水酸化第二銅 ……205
水酸化銅(Ⅱ) ……205
水酸化ナトリウム ……205, 740
0.025mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液 ……138
水酸化ナトリウム・ジオキサン試液 ……205
水酸化ナトリウム・メタノール試液 ……205
0.01mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
0.02mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
0.05mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
0.1mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
0.2mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
0.5mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
1mol/L水酸化ナトリウム液 ……138
水酸化ナトリウム試液 ……205
水酸化ナトリウム試液，0.01mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，0.05mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，0.2mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，0.5mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，2mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，4mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，6mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，8mol/L ……205
水酸化ナトリウム試液，希 ……205
水酸化バリウム ……205
水酸化バリウム試液 ……205
水酸化バリウム八水和物 ……205
水素 ……205
水素化ホウ素ナトリウム ……205
水分測定法(カールフィッシャー法) ……51
水分測定用イミダゾール ……205
水分測定用エチレングリコール ……205
水分測定用塩化カルシウム ……205
水分測定用クロロホルム ……205
水分測定用試液 ……205
水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル ……205
水分測定用炭酸プロピレン ……205
水分測定用ピリジン ……206
水分測定用ホルムアミド ……206
水分測定用メタノール ……206
水分測定用2－メチルアミノピリジン ……206
水分測定用陽極液A ……206
スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用 ……206
スキサメトニウム塩化物 ……740
スキサメトニウム塩化物水和物 ……740
スキサメトニウム塩化物水和物，
　薄層クロマトグラフィー用 ……206
スキサメトニウム塩化物注射液 ……741
スクラルファート ……742
スクラルファート水和物 ……742
スコポラミン臭化水素酸塩 ……743
スコポラミン臭化水素酸塩水和物 ……206, 743
スコポラミン臭化水素酸塩水和物，
　薄層クロマトグラフィー用 ……206
スズ ……206
スズ，熱分析用 ……284
スズ標準液 ……144
ズダンⅢ ……206
ズダンⅢ試液 ……206
スチレン ……206
スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，
　液体クロマトグラフィー用 ……282
p－スチレンスルホン酸ナトリウム ……206
スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル ……206
ステアリルアルコール ……206, 744
ステアリン酸 ……744
ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用 ……206
ステアリン酸エリスロマイシン ……483
ステアリン酸カルシウム ……744
ステアリン酸ポリオキシル40 ……745
ステアリン酸マグネシウム ……745

ストリキニーネ硝酸塩，定量用 …… 206
ストレプトマイシン硫酸塩 …… 746
ストロンチウム試液 …… 207
スピラマイシン酢酸エステル …… 748
スピロノラクトン …… 749
スピロノラクトン錠 …… 749
スプレー剤 …… 18
スペクチノマイシン塩酸塩水和物 …… 750
スリンダク …… 751
スルタミシリントシル酸塩 …… 752
スルタミシリントシル酸塩水和物 …… 752
スルチアム …… 753
スルバクタムナトリウム …… 754
スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用 …… 207
スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム …… 207
スルピリド …… 755
スルピリド，定量用 …… 207
スルピリドカプセル …… 755
スルピリド錠 …… 756
スルピリン …… 207, 757
スルピリン，定量用 …… 207
スルピリン水和物 …… 207, 757
スルピリン水和物，定量用 …… 207
スルピリン注射液 …… 757
スルファサラジン …… 654
スルファジアジン銀 …… 758
スルファチアゾール …… 207
スルファニルアミド …… 207
スルファニルアミド，ジアゾ化滴定用 …… 207
スルファニル酸 …… 207
スルファフラゾール …… 760
スルファミン酸(標準試薬) …… 207
スルファミン酸アンモニウム …… 207
スルファミン酸アンモニウム試液 …… 207
スルファメチゾール …… 759
スルファメトキサゾール …… 759
スルファモノメトキシン …… 760
スルファモノメトキシン水和物 …… 760
スルフイソキサゾール …… 760
スルフイソメゾール …… 759
スルベニシリンナトリウム …… 761
スルホコハク酸ジ－2－エチルヘキシルナトリウム …… 207
スルホサリチル酸 …… 207
スルホサリチル酸試液 …… 207
5－スルホサリチル酸二水和物 …… 207
スルホブロモフタレインナトリウム …… 762
スルホブロモフタレインナトリウム注射液 …… 763
スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化
　シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 …… 282
L－スレオニン …… 972
スレオプロカテロール塩酸塩 …… 207

セ

製剤各条 …… 9
製剤均一性試験法 …… 109
製剤通則 …… 9
製剤の粒度の試験法 …… 112
制酸力試験法 …… 112
青色リトマス紙 …… 283
成人用沈降ジフテリアトキソイド …… 711
精製水，アンモニウム試験用 …… 208
精製塩酸 …… 208
精製水 …… 208, 737
精製水(容器入り) …… 737
精製水，滅菌 …… 208
精製ゼラチン …… 838
精製セラック …… 838
精製デヒドロコール酸 …… 913
精製白糖 …… 1026
精製ヒアルロン酸ナトリウム …… 1056
精製メタノール …… 208
製薬用水の品質管理 …… 2063
精製ラノリン …… 1381
精製硫酸 …… 208
生石灰 …… 666
性腺刺激ホルモン試液，ヒト絨毛性 …… 208
成分含量測定用アミグダリン …… 208
成分含量測定用アルブチン …… 208
成分含量測定用塩酸14－アニソイルアコニン …… 208
成分含量測定用塩酸エメチン …… 208
成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン …… 208
成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン …… 208
成分含量測定用カプサイシン …… 208
成分含量測定用(*E*)－カプサイシン …… 208
成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム …… 208
成分含量測定用[6]－ギンゲロール …… 208
成分含量測定用クルクミン …… 208
成分含量測定用(*E*)－ケイ皮酸 …… 208
成分含量測定用ゲニポシド …… 208
成分含量測定用サイコサポニンa …… 208
成分含量測定用サイコサポニンb_2 …… 208
成分含量測定用サイコサポニンd …… 208
成分含量測定用シノブファギン …… 208
成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン …… 208
成分含量測定用バルバロイン …… 208
成分含量測定用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸 …… 208
成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合
　標準試液 …… 208
成分含量測定用ブファリン …… 208
成分含量測定用ペオノール …… 208
成分含量測定用ヘスペリジン …… 208
成分含量測定用ペリルアルデヒド …… 208
成分含量測定用マグノロール …… 208
成分含量測定用リンコフィリン …… 208

成分含量測定用レジブフォゲニン……208
成分含量測定用ロガニン……208
成分含量測定用ロスマリン酸……208
精油……208
西洋ワサビペルオキシダーゼ……208
生理食塩液……208, 768
ゼオライト(孔径0.5nm)，ガスクロマトグラフィー用……282
赤外吸収スペクトル測定法……47
赤外吸収スペクトル用塩化カリウム……208
赤外吸収スペクトル用臭化カリウム……208
赤色リトマス紙……283
石炭酸……1124
石炭酸水……1125
石油エーテル……208
石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素
　混合物(L)，ガスクロマトグラフィー用……208
石油ベンジン……208, 768
赤リン……208
セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液……209
セクレチン用ウシ血清アルブミン試液……209
旋光度測定法……53
セサミン，薄層クロマトグラフィー用……209
セスキオレイン酸ソルビタン……209, 847
セタノール……209, 769
セチリジン塩酸塩……769
セチリジン塩酸塩，定量用……209
セチリジン塩酸塩錠……770
石灰乳……209
舌下錠……12
赤血球浮遊液，A型……209
赤血球浮遊液，B型……209
セッコウ……1529
石膏……1529
セトラキサート塩酸塩……771
セトリミド……209
セネガ……1530
セネガシロップ……1531
セネガ末……1530
セファエリン臭化水素酸塩……209
セファクロル……772
セファクロルカプセル……773
セファクロル細粒……776
セファクロル複合顆粒……774
セファゾリンナトリウム……777
セファゾリンナトリウム水和物……778
セファトリジンプロピレングリコール……209, 780
セファトリジンプロピレングリコールドライシロップ……781
セファドロキシル……209, 782
セファドロキシルカプセル……783
セファドロキシルドライシロップ……783
セファレキシン……784
セファレキシンカプセル……785
セファレキシンドライシロップ……786
セファロチンナトリウム……787
セフィキシム……788
セフィキシムカプセル……789
セフィキシム水和物……788
セフェピム塩酸塩水和物……790
セフォジジムナトリウム……793
セフォゾプラン塩酸塩……794
セフォタキシムナトリウム……796
セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩……798
セフォチアム塩酸塩……797
セフォチアムヘキセチル塩酸塩……798
セフォテタン……800
セフォペラゾンナトリウム……802
セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒……805
セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠……806
セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物……803
セフカペンピボキシル塩酸塩細粒……805
セフカペンピボキシル塩酸塩錠……806
セフカペンピボキシル塩酸塩水和物……209, 803
セフジトレン　ピボキシル……807
セフジトレン　ピボキシル細粒……808
セフジトレン　ピボキシル錠……808
セフジトレンピボキシル……807
セフジトレンピボキシル細粒……808
セフジトレンピボキシル錠……808
セフジニル……809
セフジニルカプセル……810
セフジニル細粒……811
セフジニルラクタム環開裂ラクトン……209
セフスロジンナトリウム……812
セフタジジム……813
セフタジジム水和物……813
セフチゾキシムナトリウム……815
セフチブテン……817
セフチブテン水和物……817
セフテラム　ピボキシル……818
セフテラム　ピボキシル細粒……819
セフテラム　ピボキシル錠……819
セフテラムピボキシル……818
セフテラムピボキシル細粒……819
セフテラムピボキシル錠……819
セフトリアキソンナトリウム……821
セフトリアキソンナトリウム水和物……821
セフピラミドナトリウム……823
セフピロム硫酸塩……824
セフブペラゾンナトリウム……825
セフポドキシム　プロキセチル……826
セフポドキシムプロキセチル……826
セフミノクスナトリウム……828
セフミノクスナトリウム水和物……828
セフメタゾールナトリウム……828
セフメノキシム塩酸塩……830
セフロキサジン……831
セフロキサジン水和物……831
セフロキサジンドライシロップ……832

セフロキシム　アキセチル……833
セフロキシムアキセチル……833
セボフルラン……835
セミカルバジド塩酸塩……209
セラセフェート……836
ゼラチン……209, 837
ゼラチン，酸処理……209
ゼラチン・トリス緩衝液……209
ゼラチン・トリス緩衝液，pH8.0……209
ゼラチン・リン酸塩緩衝液……209
ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH7.0……210
ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH7.4……210
ゼラチン試液……209
ゼラチン製ペプトン……210
セラペプターゼ……839
セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液……210
L－セリン……210, 841
セルモロイキン(遺伝子組換え)……841
セルモロイキン，液体クロマトグラフィー用……210
セルモロイキン分子量測定用マーカーたん白質……210
セルモロイキン用緩衝液……210
セルモロイキン用基質緩衝液……210
セルモロイキン用濃縮ゲル……210
セルモロイキン用培養液……210
セルモロイキン用分離ゲル……210
セルロース，薄層クロマトグラフィー用……282
セルロース，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)……282
セレン……210
セレン標準液……144
セレン標準原液……144
センキュウ……1531
川芎……1531
センキュウ末……1531
川芎末……1531
ゼンコ……1532
前胡……1532
センコツ……1532
川骨……1532
センソ……1532
蟾酥……1532
センナ……1533
センナ末……1534
センノシドA，薄層クロマトグラフィー用……210
センブリ……210, 1535
センブリ・重曹散……1537
センブリ末……1536

ソ

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地……210
ソウジュツ……1537
蒼朮……1537
ソウジュツ末……1537
蒼朮末……1537
ソウハクヒ……1538
桑白皮……1538
ソーダ石灰……210
ソボク……1538
蘇木……1538
ソヨウ……1538
蘇葉……1538
ソルビタンセスキオレイン酸エステル……210, 847
D－ソルビット……849
D－ソルビット液……850
ゾルピデム酒石酸塩……847
ゾルピデム酒石酸塩，定量用……210
ゾルピデム酒石酸塩錠……848
D－ソルビトール……210, 849
D－ソルビトール，ガスクロマトグラフィー用……210
D－ソルビトール液……850

タ

第一リン酸カルシウム……1417
ダイオウ……1539
大黄……1539
大黄甘草湯エキス……1541
ダイオウ末……1540
大黄末……1540
第三アミルアルコール……210
第三ブタノール……210
第Xa因子……210
第Xa因子試液……210
第十六改正日本薬局方における国際調和……2070
ダイズ製ペプトン……210
ダイズ油……210, 851
タイソウ……1543
大棗……1543
大腸菌由来たん白質……210
大腸菌由来たん白質原液……211
第二ブタノール……211
第二リン酸カルシウム……1416
胎盤性性腺刺激ホルモン……766
ダウノルビシン塩酸塩……851
タウリン……211, 852
タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム，
　薄層クロマトグラフィー用……211
タクシャ……1544
沢瀉……1544
タクシャ末……1544
沢瀉末……1544
ダクチノマイシン……289
ダクロニウム臭化物，薄層クロマトグラフィー用……211
タクロリムス水和物……852
多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用……282
多孔性アクリロニトリル－ジビニルベンゼン共重合体
　(孔径0.06～0.08μm，100～200m^2/g)，
　ガスクロマトグラフィー用……282

多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体，
ガスクロマトグラフィー用……282
多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体
(平均孔径0.0075μm，500～600m²/g)，
ガスクロマトグラフィー用……282
多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体
(平均孔径0.0085μm，300～400m²/g)，
ガスクロマトグラフィー用……282
多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体，
液体クロマトグラフィー用……282
多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用……282
タゾバクタム……853
脱色フクシン試液……211
ダナゾール……854
タムスロシン塩酸塩……211, 855
タムスロシン塩酸塩，定量用……211
タムスロシン塩酸塩徐放錠……856
タモキシフェンクエン酸塩……857
タランピシリン塩酸塩……858
多硫化アンモニウム試液……211
タルク……211, 859
タングステン酸ナトリウム……211
タングステン(VI)酸ナトリウム二水和物……211
炭酸アンモニウム……211
炭酸アンモニウム試液……211
炭酸塩pH標準液……144
炭酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH9.6……211
炭酸ガス……1000
炭酸カリウム……211, 860
炭酸カリウム，無水……211
炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液……211
炭酸カルシウム……211
炭酸カルシウム，定量用……211
炭酸水素アンモニウム……211
炭酸水素カリウム……211
炭酸水素ナトリウム……211, 862
炭酸水素ナトリウム，pH測定用……211
炭酸水素ナトリウム試液……211
炭酸水素ナトリウム注射液……863
炭酸水素ナトリウム注射液，7%……211
炭酸脱水酵素……211
炭酸銅……211
炭酸銅一水和物……211
炭酸ナトリウム……212, 863
炭酸ナトリウム(標準試薬)……212
炭酸ナトリウム，pH測定用……212
炭酸ナトリウム，無水……212
炭酸ナトリウム試液……212
炭酸ナトリウム試液，0.55mol/L……212
炭酸ナトリウム十水和物……212
炭酸ナトリウム水和物……863
炭酸プロピレン……212
炭酸プロピレン，水分測定用……212
炭酸マグネシウム……864
炭酸リチウム……864
胆汁酸塩……212
単シロップ……866
ダントロレンナトリウム……866
ダントロレンナトリウム水和物……866
タンナルビン……867
単軟膏……867
タンニン酸……212, 867
タンニン酸アルブミン……867
タンニン酸試液……212
タンニン酸ジフェンヒドラミン……212, 868
タンニン酸ベルベリン……868
たん白質含量試験用アルカリ性銅試液……212
たん白質消化酵素試液……212
たん白質定量法……2002
たん白質のアミノ酸分析法……42

チ

チアプリド塩酸塩……869
チアプリド塩酸塩，定量用……212
チアプリド塩酸塩錠……870
チアマゾール……870
チアマゾール錠……871
チアミラールナトリウム……871
チアミン塩化物塩酸塩……873
チアミン塩化物塩酸塩散……874
チアミン塩化物塩酸塩注射液……874
チアミン塩酸塩……873
チアミン塩酸塩散……874
チアミン塩酸塩注射液……874
チアミン硝化物……212, 875
チアラミド塩酸塩……876
チアラミド塩酸塩，定量用……212
チアラミド塩酸塩錠……876
チアントール……212, 877
3－チエニルエチルペニシリンナトリウム……212
チオアセトアミド……212
チオアセトアミド・グリセリン塩基性試液……212
チオアセトアミド試液……212
チオグリコール酸……212
チオグリコール酸ナトリウム……212
チオグリコール酸培地Ⅰ，無菌試験用……212
チオグリコール酸培地Ⅱ，無菌試験用……212
チオシアン酸アンモニウム……212
チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液……212
チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液……212
0.02mol/Lチオシアン酸アンモニウム液……139
0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液……139
チオシアン酸アンモニウム試液……212
チオシアン酸カリウム……212
チオシアン酸カリウム試液……212
チオシアン酸第一鉄試液……212
チオシアン酸鉄(Ⅱ)試液……212

チオジグリコール……212
チオセミカルバジド……213
チオテパ……878
チオ尿素……213
チオ尿素試液……213
チオペンタール，定量用……213
チオペンタールナトリウム……213, 879
チオリダジン塩酸塩……880
チオ硫酸ナトリウム……213, 881
0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液……139
0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液……139
0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液……139
0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液……139
0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム液……139
0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液……139
チオ硫酸ナトリウム五水和物……213
チオ硫酸ナトリウム試液……213
チオ硫酸ナトリウム水和物……881
チオ硫酸ナトリウム注射液……881
チクセツサポニンⅣ，薄層クロマトグラフィー用……213
チクセツニンジン……1544
竹節人参……1544
チクセツニンジン末……1544
竹節人参末……1544
チクロピジン塩酸塩……882
チザニジン塩酸塩……883
チタンエロー……213
腟錠……17
窒素……213, 883
窒素定量法(セミミクロケルダール法)……27
腟に適用する製剤……17
腟用坐剤……17
チトクロムc……213
チニダゾール……884
チペピジンヒベンズ酸塩……885
チペピジンヒベンズ酸塩，定量用……213
チペピジンヒベンズ酸塩錠……886
チミン……213
チミン，液体クロマトグラフィー用……213
チメピジウム臭化物……887
チメピジウム臭化物水和物……887
チメロサール……213
チモ……1545
知母……1545
チモール……213, 888
チモール，定量用……213
チモール，噴霧試液用……213
チモール・硫酸・メタノール試液，噴霧用……213
チモールフタレイン……213
チモールフタレイン試液……214
チモールブルー……214
チモールブルー・ジオキサン試液……214
チモールブルー・1,4－ジオキサン試液……214
チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液……214
チモールブルー・*N,N*－ジメチルホルムアミド試液……214
チモールブルー試液……214
チモールブルー試液，希……214
チモロールマレイン酸塩……888
茶剤……20
チュアブル錠……10
注射剤……13
注射剤の採取容量試験法……112
注射剤の不溶性異物検査法……113
注射剤の不溶性微粒子試験法……113
注射剤用ガラス容器試験法……121
注射により投与する製剤……13
注射用アズトレオナム……304
注射用アセチルコリン塩化物……310
注射用アミカシン硫酸塩……339
注射用アムホテリシンB……346
注射用アモバルビタールナトリウム……354
注射用アンピシリンナトリウム……384
注射用イダルビシン塩酸塩……407
注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム……420
注射用塩化アセチルコリン……310
注射用塩化スキサメトニウム……741
注射用塩酸イダルビシン……407
注射用塩酸セフェピム……792
注射用塩酸セフォゾプラン……795
注射用塩酸セフォチアム……798
注射用塩酸ドキソルビシン……935
注射用塩酸バンコマイシン……1054
注射用塩酸ヒドララジン……1068
注射用塩酸ミノサイクリン……1309
注射用塩酸ロキサチジンアセタート……1434
注射用オザグレルナトリウム……510
注射用血清性性腺刺激ホルモン……764
注射用コハク酸プレドニゾロンナトリウム……1187
注射用ジフェニルヒダントインナトリウム……1119
注射用蒸留水……214
注射用水……214, 737
注射用水(容器入り)……737
注射用スキサメトニウム塩化物……741
注射用ストレプトマイシン硫酸塩……747
注射用セファゾリンナトリウム……779
注射用セフェピム塩酸塩……792
注射用セフォゾプラン塩酸塩……795
注射用セフォチアム塩酸塩……798
注射用セフタジジム……815
注射用セフメタゾールナトリウム……829
注射用胎盤性性腺刺激ホルモン……768
注射用チアミラールナトリウム……872
注射用チオペンタールナトリウム……880
注射用テセロイキン(遺伝子組換え)……910
注射用ドキソルビシン塩酸塩……935
注射用バンコマイシン塩酸塩……1054
注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン……768
注射用ヒドララジン塩酸塩……1068

注射用ピペラシリンナトリウム……1088
注射用ビンブラスチン硫酸塩……1107
注射用ファモチジン……1111
注射用フェニトインナトリウム……1119
注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム……1187
注射用フロモキセフナトリウム……1222
注射用ペニシリンGカリウム……1266
注射用ペプロマイシン硫酸塩……1251
注射用ベンジルペニシリンカリウム……1266
注射用ホスホマイシンナトリウム……1279
注射用マイトマイシンC……1290
注射用ミノサイクリン塩酸塩……1309
注射用メロペネム……1351
注射用硫酸アミカシン……339
注射用硫酸ストレプトマイシン……747
注射用硫酸ビンブラスチン……1107
注射用硫酸ペプロマイシン……1251
注射用ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩……1434
抽出用ジチゾン液……214
中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法……1973
中性アルミナ，カラムクロマトグラフィー用……282
中性アルミナ，4%含水……214
中性アルミナ，クロマトグラフィー用……282
中性洗剤……214
注腸剤……17
中和エタノール……214
丁香……1545
丁香末……1546
チョウジ……1545
丁子……1545
チョウジ末……1546
丁子末……1546
チョウジ油……1546
丁子油……1546
チョウトウコウ……1546
釣藤鉤……1546
釣藤鈎……1546
釣藤散エキス……1547
貼付剤……19
直腸に適用する製剤……17
直腸用半固形剤……17
チョレイ……1550
猪苓……1550
チョレイ末……1550
猪苓末……1550
L－チロシン……214, 889
L－チロジン……214, 889
チンキ剤……20
チンク油……890
沈降B型肝炎ワクチン……1057
沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド……712
沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン……1095
沈降精製百日せきワクチン……1095
沈降炭酸カルシウム……860
沈降炭酸カルシウム細粒……861
沈降炭酸カルシウム錠……861
沈降破傷風トキソイド……1030
沈降はぶトキソイド……1034
チンピ……1550
陳皮……1550

ツ

ツバキ油……890
椿油……890
ツロブテロール塩酸塩……890

テ

DEAE－架橋デキストラン陰イオン交換体(Cl型),
　弱塩基性……282
テイコプラニン……891
定性反応……28
低置換度ヒドロキシプロピルセルロース……1071
p,p′－DDD(2,2－ビス(4－クロロフェニル)－1,1－
　ジクロロエタン)……214
p,p′－DDE(2,2－ビス(4－クロロフェニル)－1,1－
　ジクロロエチレン)……214
o,p′－DDT(1,1,1－トリクロロ－2－(2－クロロ
　フェニル)－2－(4－クロロフェニル)エタン)……214
p,p′－DDT(1,1,1－トリクロロ－2,2－ビス
　(4－クロロフェニル)エタン)……214
低分子量ヘパリン，分子量測定用……214
定量分析用ろ紙……283
定量用アジマリン……214
定量用アセトアルデヒド……214
定量用アセメタシン……214
定量用アゼラスチン塩酸塩……214
定量用アトロピン硫酸塩水和物……214
定量用14－アニソイルアコニン塩酸塩……214
定量用アプリンジン塩酸塩……214
定量用アミオダロン塩酸塩……214
定量用アミグダリン……214
定量用アミドトリゾ酸……214
定量用アモスラロール塩酸塩……215
定量用アラセプリル……215
定量用アルブチン……215
定量用アルミノプロフェン……215
定量用アロプリノール……215
定量用イオタラム酸……215
定量用イソクスプリン塩酸塩……215
定量用イソニアジド……215
定量用L－イソロイシン……215
定量用イミダプリル塩酸塩……215
定量用イルソグラジンマレイン酸塩……215
定量用ウベニメクス……215
定量用ウルソデオキシコール酸……215
定量用エカベトナトリウム水和物……215

定量用エタクリン酸……215
定量用エチゾラム……215
定量用エチドロン酸二ナトリウム……215
定量用エチレフリン塩酸塩……215
定量用エナント酸メテノロン……215
定量用エバスチン……215
定量用エフェドリン塩酸塩……215
定量用エメチン塩酸塩……215
定量用エモルファゾン……215
定量用塩化ベンゼトニウム……215
定量用塩酸アゼラスチン……215
定量用塩酸アプリンジン……215
定量用塩酸アミオダロン……215
定量用塩酸アモスラロール……215
定量用塩酸イソクスプリン……215
定量用塩酸イミダプリル……215
定量用塩酸エチレフリン……215
定量用塩酸エフェドリン……215
定量用塩酸オキシコドン……215
定量用塩酸クロルプロマジン……215
定量用塩酸セチリジン……215
定量用塩酸チアプリド……215
定量用塩酸チアラミド……215
定量用塩酸ドパミン……215
定量用塩酸トリメタジジン……215
定量用塩酸ニカルジピン……215
定量用塩酸パパベリン……215
定量用塩酸ヒドララジン……215
定量用塩酸ヒドロコタルニン……215
定量用塩酸ブホルミン……215
定量用塩酸プロカイン……215
定量用塩酸プロカインアミド……215
定量用塩酸プロパフェノン……215
定量用塩酸プロプラノロール……215
定量用塩酸ペチジン……215
定量用塩酸ベニジピン……215
定量用塩酸ベラパミル……215
定量用*dl*－塩酸メチルエフェドリン……215
定量用塩酸メトホルミン……215
定量用塩酸メピバカイン……215
定量用塩酸モルヒネ……215
定量用塩酸ラベタロール……215
定量用オキシコドン塩酸塩水和物……215
定量用カイニン酸……215
定量用カイニン酸水和物……215
定量用カドララジン……215
定量用(*E*)－カプサイシン……215
定量用カルバミン酸クロルフェネシン……215
定量用カルベジロール……215
定量用カンデサルタンシレキセチル……215
定量用キナプリル塩酸塩……215
定量用[6]－ギンゲロール……215
定量用グアヤコール……215
定量用クエン酸モサプリド……215
定量用クルクミン……215
定量用クロラゼプ酸二カリウム……215
定量用クロルジアゼポキシド……216
定量用クロルフェネシンカルバミン酸エステル……216
定量用クロルプロパミド……216
定量用クロルプロマジン塩酸塩……216
定量用(*E*)－ケイ皮酸……216
定量用ケトコナゾール……216
定量用ゲニポシド……216
定量用コデインリン酸塩水和物……216
定量用コハク酸シベンゾリン……216
定量用サイコサポニンa……216
定量用サイコサポニンb_2……216
定量用サイコサポニンd……216
定量用サリチル酸……216
定量用ザルトプロフェン……216
定量用サントニン……216
定量用ジアゼパム……216
定量用ジスチグミン臭化物……216
定量用ジドロゲステロン……216
定量用シネオール……216
定量用シノキサシン……216
定量用シノブファギン……216
定量用ジヒドロコデインリン酸塩……216
定量用シベンゾリンコハク酸塩……216
定量用ジメンヒドリナート……216
定量用ジモルホラミン……216
定量用臭化ジスチグミン……216
定量用酒石酸メトプロロール……216
定量用酒石酸レバロルファン……216
定量用硝酸イソソルビド……216
定量用硝酸ストリキニーネ……216
定量用硝酸ナファゾリン……216
定量用[6]－ショーガオール……216
定量用シラザプリル……216
定量用シラザプリル水和物……216
定量用シラスタチンアンモニウム……216
定量用ストリキニーネ硝酸塩……216
定量用スルピリド……216
定量用スルピリン……216
定量用スルピリン水和物……216
定量用セチリジン塩酸塩……216
定量用ゾルピデム酒石酸塩……216
定量用タムスロシン塩酸塩……216
定量用炭酸カルシウム……216
定量用チアプリド塩酸塩……216
定量用チアラミド塩酸塩……216
定量用チオペンタール……216
定量用チペピジンヒベンズ酸塩……216
定量用チモール……216
定量用テオフィリン……216
定量用デヒドロコリダリン硝化物……216
定量用テモカプリル塩酸塩……216
定量用テルビナフィン塩酸塩……216

定量用ドキシフルリジン……216
定量用ドパミン塩酸塩……216
定量用トリメタジジン塩酸塩……216
定量用ドロキシドパ……216
定量用ナファゾリン硝酸塩……216
定量用ニカルジピン塩酸塩……216
定量用ニコモール……216
定量用ニセルゴリン……216
定量用ニトレンジピン……216
定量用パパベリン塩酸塩……216
定量用パラアミノサリチル酸カルシウム水和物……216
定量用L－バリン……216
定量用バルバロイン……216
定量用バルプロ酸ナトリウム……216
定量用ハロペリドール……216
定量用ビソプロロールフマル酸塩……216
定量用ヒト血清アルブミン……216
定量用ヒドララジン塩酸塩……216
定量用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸……216
定量用ヒドロコタルニン塩酸塩水和物……216
定量用ヒベンズ酸チペピジン……216
定量用ヒルスチン……217
定量用ファモチジン……217
定量用フェニトイン……217
定量用フェノバルビタール……217
定量用フェノール……217
定量用フェノールスルホンフタレイン……217
定量用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液……217
定量用ブシラミン……217
定量用ブテナフィン塩酸塩……217
定量用ブファリン……217
定量用ブホルミン塩酸塩……217
定量用フマル酸ビソプロロール……217
定量用プラゼパム……217
定量用フルトプラゼパム……217
定量用フルラゼパム……217
定量用フレカイニド酢酸塩……217
定量用プロカインアミド塩酸塩……217
定量用プロカイン塩酸塩……217
定量用プロパフェノン塩酸塩……217
定量用プロピルチオウラシル……217
定量用プロプラノロール塩酸塩……217
定量用フロプロピオン……217
定量用ペオノール……217
定量用ベザフィブラート……217
定量用ヘスペリジン……217
定量用ベタヒスチンメシル酸塩……217
定量用ペチジン塩酸塩……217
定量用ベニジピン塩酸塩……217
定量用ベラパミル塩酸塩……217
定量用ベラプロストナトリウム……217
定量用ペリルアルデヒド……217
定量用ペルフェナジンマレイン酸塩……217
定量用ベンゼトニウム塩化物……217
定量用ベンゾイルヒパコニン塩酸塩……217
定量用ベンゾイルメサコニン塩酸塩……217
定量用ボグリボース……217
定量用マグノロール……217
定量用マレイン酸イルソグラジン……217
定量用マレイン酸ペルフェナジン……217
定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン……217
定量用メシル酸ベタヒスチン……217
定量用*dl*－メチルエフェドリン塩酸塩……217
定量用メチルエルゴメトリンマレイン酸塩……217
定量用メチルドパ……217
定量用メチルドパ水和物……217
定量用メテノロンエナント酸エステル……217
定量用メトクロプラミド……217
定量用メトプロロール酒石酸塩……217
定量用メトホルミン塩酸塩……217
定量用メトロニダゾール……217
定量用メピバカイン塩酸塩……217
定量用メフルシド……217
定量用*l*－メントール……217
定量用モサプリドクエン酸塩水和物……217
定量用モルヒネ塩酸塩水和物……217
定量用ヨウ化イソプロピル……217
定量用ヨウ化カリウム……217
定量用ヨウ化メチル……217
定量用ヨウ素……217
定量用ヨードメタン……217
定量用ラベタロール塩酸塩……217
定量用リシノプリル……217
定量用リシノプリル水和物……217
定量用リスペリドン……217
定量用リドカイン……217
定量用硫酸アトロピン……217
定量用リンコフィリン……217
定量用リン酸コデイン……217
定量用リン酸ジヒドロコデイン……217
定量用レジブフォゲニン……217
定量用レバミピド……217
定量用レバロルファン酒石酸塩……217
定量用L－ロイシン……217
定量用ロガニン……218
定量用ロスマリン酸……218
定量用ワルファリンカリウム……218
2′－デオキシウリジン，液体クロマトグラフィー用……218
テオフィリン……218, 894
テオフィリン，定量用……218
テガフール……894
1－デカンスルホン酸ナトリウム……218
1－デカンスルホン酸ナトリウム試液，0.0375mol/L……218
デキサメサゾン……895
デキサメタゾン……895
デキストラン40……896
デキストラン40注射液……897
デキストラン70……897

デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ5 ……898
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ18 ……899
デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ5 ……898
デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ18 ……899
デキストリン ……900
デキストロメトルファン臭化水素酸塩 ……900
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物 ……900
滴定終点検出法 ……53
滴定用2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム試液 ……218
n－デシルトリメチルアンモニウム臭化物 ……218
n－デシルトリメチルアンモニウム臭化物試液,
0.005mol/L ……218
テストステロン ……218
テストステロンエナント酸エステル ……901
テストステロンエナント酸エステル注射液 ……901
テストステロンプロピオン酸エステル ……218, 902
テストステロンプロピオン酸エステル注射液 ……903
デスラノシド ……903
デスラノシド注射液 ……904
テセロイキン(遺伝子組換え) ……905
テセロイキン用細胞懸濁液 ……219
テセロイキン用参照抗インターロイキン－2抗体 ……219
テセロイキン用試験菌移植培地 ……219
テセロイキン用試験菌移植培地斜面 ……219
テセロイキン用等電点マーカー ……219
テセロイキン用発色試液 ……219
テセロイキン用普通カンテン培地 ……219
テセロイキン用分子量マーカー ……219
テセロイキン用力価測定用培地 ……219
デソキシコール酸ナトリウム ……219
鉄 ……219
鉄・フェノール試液 ……219
鉄・フェノール試液，希 ……219
鉄試験法 ……33
鉄試験用アスコルビン酸 ……219
鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH4.5 ……219
鉄標準液 ……144
鉄標準液，原子吸光光度用 ……144
鉄標準原液 ……144
鉄粉 ……219
テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 ……219
テトラカイン塩酸塩 ……911
テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン,
ガスクロマトグラフィー用 ……219
テトラクロロ金(Ⅲ)酸試液 ……219
テトラクロロ金(Ⅲ)酸四水和物 ……219
テトラクロロ金試液 ……219
テトラサイクリン ……219
テトラサイクリン塩酸塩 ……219, 911
テトラデシルトリメチルアンモニウム臭化物 ……219
テトラヒドロキシキノン ……220
テトラヒドロキシキノン指示薬 ……220
テトラヒドロフラン ……220
テトラヒドロフラン，液体クロマトグラフィー用 ……220
テトラヒドロフラン，ガスクロマトグラフィー用 ……220
テトラフェニルホウ酸ナトリウム ……220
0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液 ……139
テトラフェニルボロンカリウム試液 ……220
テトラフェニルボロンナトリウム ……220
0.02mol/Lテトラフェニルボロンナトリウム液 ……139
テトラ－*n*－ブチルアンモニウム塩化物 ……220
テトラ－*n*－ブチルアンモニウム臭化物 ……220
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・
メタノール試液 ……220
10%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・
メタノール試液 ……220
0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 ……139
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 ……220
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液,
0.005mol/L ……220
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，40% ……220
テトラブチルアンモニウム硫酸水素塩 ……220
テトラブチルアンモニウムリン酸二水素塩 ……220
テトラ－*n*－プロピルアンモニウム臭化物 ……221
テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル
カリウム塩 ……221
テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル
試液 ……221
テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル
カリウム ……221
テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 ……221
テトラ－*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物 ……221
テトラ－*n*－ペンチルアンモニウム臭化物 ……221
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド ……221
0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・
メタノール液 ……140
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・
メタノール試液 ……221
0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 ……140
0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 ……140
0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 ……139
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 ……221
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液，pH5.5 ……221
N,N,N′,N′－テトラメチルエチレンジアミン ……221
テトラメチルシラン，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……221
3,3′,5,5′－テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物 ……221
デバルダ合金 ……221
デヒドロコリダリン硝化物，定量用 ……221
デヒドロコール酸 ……912
デヒドロコール酸注射液 ……913
デヒドロコール酸ナトリウム注射液 ……913
デフェロキサミンメシル酸塩 ……914
テープ剤 ……19
テプレノン ……915
テフロン，ガスクロマトグラフィー用 ……282
N－デメチルエリスロマイシン ……222
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩 ……916
N－デメチルロキシスロマイシン ……222

デメトキシクルクミン……222
テモカプリル塩酸塩……917
テモカプリル塩酸塩，定量用……222
テモカプリル塩酸塩錠……918
テルビナフィン塩酸塩……919
テルビナフィン塩酸塩，定量用……222
テルビナフィン塩酸塩液……920
テルビナフィン塩酸塩クリーム……921
テルビナフィン塩酸塩スプレー……921
テルフェニル……222
p－テルフェニル……222
テルブタリン硫酸塩……922
デルマタン硫酸エステル……222
デルマトール……720
テレビン油……222, 923
テレフタル酸……222
テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用……282
テレフタル酸ジエチル……222
点眼剤……15
点眼剤の不溶性異物検査法……121
点眼剤の不溶性微粒子試験法……115
点耳剤……16
天台烏薬……1453
天然ケイ酸アルミニウム……628
点鼻液剤……17
点鼻剤……16
点鼻粉末剤……17
デンプン……223
デンプン，溶性……223
デンプン・塩化ナトリウム試液……223
デンプングリコール酸ナトリウム……927
デンプン試液……223
でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液……223
でんぷん消化力試験用フェーリング試液……223
テンマ……1551
天麻……1551
テンモンドウ……1551
天門冬……1551

ト

銅……223
銅(標準試薬)……223
銅エチレンジアミン試液，1mol/L……223
トウガシ……1551
冬瓜子……1551
トウガラシ……1552
トウガラシ・サリチル酸精……1554
トウガラシチンキ……1553
トウガラシ末……1553
透過率校正用光学フィルター……284
トウキ……1554
当帰……1554
トウキ末……1555
当帰末……1555
銅試液，アルカリ性……223
銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性……223
銅試液(2)，アルカリ性……223
透析に用いる製剤……14
透析用剤……14
等張塩化ナトリウム注射液……768
等張食塩液……768
等電点電気泳動法……2006
等電点マーカー，テセロイキン用……223
導電率測定法……55
導電率測定用塩化カリウム……223
トウニン……1555
桃仁……1555
トウニン末……1556
桃仁末……1556
トウヒ……223, 1556
橙皮……1556
Cu－PAN……223
Cu－PAN試液……224
トウヒシロップ……1557
橙皮シロップ……1557
トウヒチンキ……1557
橙皮チンキ……1557
銅標準液……144
銅標準原液……144
トウモロコシデンプン……925
トウモロコシ澱粉……925
トウモロコシ油……224, 928
当薬……1535
当薬末……1536
銅溶液，アルカリ性……224
ドキサゾシンメシル酸塩……929
ドキサゾシンメシル酸塩錠……929
ドキサプラム塩酸塩……930
ドキサプラム塩酸塩水和物……930
ドキシサイクリン塩酸塩……931
ドキシサイクリン塩酸塩水和物……931
ドキシフルリジン……224, 933
ドキシフルリジン，定量用……224
ドキシフルリジンカプセル……933
ドキソルビシン塩酸塩……934
ドクカツ……1557
独活……1557
ドコサン酸メチル……224
トコフェロール……224, 936
dl－α－トコフェロール……936
トコフェロールコハク酸エステル……224
トコフェロールコハク酸エステルカルシウム……224, 937
トコフェロール酢酸エステル……224, 938
トコフェロールニコチン酸エステル……939
トコン……1558
吐根……1558
トコンシロップ……1559

吐根シロップ …… 1559
トコン末 …… 1558
吐根末 …… 1558
トシル酸スルタミシリン …… 752
トシル酸トスフロキサシン …… 940
トシル酸トスフロキサシン錠 …… 941
トスフロキサシントシル酸塩錠 …… 941
トスフロキサシントシル酸塩水和物 …… 940
トチュウ …… 1560
杜仲 …… 1560
ドッカツ …… 1557
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム …… 224
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液 …… 144
トドララジン塩酸塩 …… 942
トドララジン塩酸塩水和物 …… 942
ドネペジル塩酸塩 …… 943
ドネペジル塩酸塩細粒 …… 944
ドネペジル塩酸塩錠 …… 945
ドパミン塩酸塩 …… 946
ドパミン塩酸塩，定量用 …… 224
ドパミン塩酸塩注射液 …… 947
トフィソパム …… 947
ドブタミン塩酸塩 …… 948
トブラマイシン …… 949
トブラマイシン注射液 …… 950
ドーフル散 …… 1445
トラガント …… 1560
トラガント末 …… 224, 1560
ドラーゲンドルフ試液 …… 224
ドラーゲンドルフ試液，噴霧用 …… 224
トラザミド …… 950
トラネキサム酸 …… 951
トラネキサム酸カプセル …… 952
トラネキサム酸錠 …… 953
トラネキサム酸注射液 …… 953
トラピジル …… 954
トリアムシノロン …… 954
トリアムシノロンアセトニド …… 224, 955
トリアムテレン …… 956
トリエタノールアミン …… 224
トリエチルアミン …… 224
1%トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH3.0 …… 224
トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH5.0 …… 224
トリエチルアミン緩衝液，pH3.2 …… 224
トリクロホスナトリウム …… 957
トリクロホスナトリウムシロップ …… 958
トリクロル酢酸 …… 224
トリクロルメチアジド …… 958
トリクロルメチアジド錠 …… 960
トリクロロ酢酸 …… 224
トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 …… 224
トリクロロ酢酸試液 …… 224
トリクロロ酢酸試液，セラペプターゼ用 …… 224
1,1,2－トリクロロ－1,2,2－トリフルオロエタン …… 224
トリクロロフルオロメタン …… 224
トリコマイシン …… 962
トリシン …… 224
トリス・塩酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH7.5 …… 225
トリス・塩酸塩緩衝液，0.2mol/L，pH7.4 …… 225
トリス・酢酸緩衝液，pH6.5 …… 225
トリス緩衝液，0.05mol/L，pH7.0 …… 224
トリス緩衝液，0.05mol/L，pH8.6 …… 224
トリス緩衝液，0.1mol/L，pH8.0 …… 225
トリス緩衝液，0.5mol/L，pH6.8 …… 225
トリス緩衝液，1.5mol/L，pH8.8 …… 225
トリス緩衝液，pH7.0 …… 225
トリス緩衝液，pH8.2 …… 225
トリス緩衝液，pH8.4 …… 225
トリス緩衝液，pH9.5 …… 225
トリス緩衝液，エンドトキシン試験用 …… 224
トリスヒドロキシメチルアミノメタン …… 225
トリデカンスルホン酸ナトリウム …… 225
2,4,6－トリニトロフェノール …… 225
2,4,6－トリニトロフェノール・エタノール試液 …… 225
2,4,6－トリニトロフェノール試液 …… 225
2,4,6－トリニトロフェノール試液，アルカリ性 …… 225
2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸 …… 225
2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム
二水和物 …… 225
2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸二水和物 …… 225
トリフェニルクロルメタン …… 225
トリフェニルクロロメタン …… 225
2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩 …… 225
2,3,5－トリフェニル－2*H*－テトラゾリウム塩酸塩試液 …… 225
トリフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用 …… 225
トリプシン，液体クロマトグラフィー用 …… 225
トリプシンインヒビター …… 226
トリプシンインヒビター試液 …… 226
トリプシン試液，ウリナスタチン試験用 …… 226
トリプシン試液，エルカトニン試験用 …… 226
L－トリプトファン …… 226, 963
トリフルオロ酢酸 …… 226
トリフルオロ酢酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 226
トリフルオロ酢酸試液 …… 226
トリヘキシフェニジル塩酸塩 …… 963
トリヘキシフェニジル塩酸塩錠 …… 964
トリメタジオン …… 965
トリメタジオン錠 …… 965
トリメタジジン塩酸塩 …… 966
トリメタジジン塩酸塩，定量用 …… 226
トリメタジジン塩酸塩錠 …… 967
トリメチルシリルイミダゾール …… 226
トリメチルシリル化シリカゲル，
液体クロマトグラフィー用 …… 282
3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム，
核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 226
3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4，
核磁気共鳴スペクトル測定用 …… 226

トリメトキノール塩酸塩 …… 968
トリメトキノール塩酸塩水和物 …… 968
トリメブチンマレイン酸塩 …… 969
トルイジンブルー …… 226
トルイジンブルーO …… 226
o－トルイル酸 …… 226
トルエン …… 226
o－トルエンスルホンアミド …… 226
p－トルエンスルホンアミド …… 226
トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 …… 226
トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 …… 226
p－トルエンスルホン酸 …… 226
p－トルエンスルホン酸一水和物 …… 226
トルナフタート …… 970
トルナフタート液 …… 970
トルナフテート …… 970
トルナフテート液 …… 970
トルブタミド …… 226, 971
トルブタミド錠 …… 971
トルペリゾン塩酸塩 …… 972
L－トレオニン …… 226, 972
トレハロース …… 973
トレハロース水和物 …… 973
トレピブトン …… 974
ドロキシドパ …… 975
ドロキシドパ，定量用 …… 226
ドロキシドパカプセル …… 976
ドロキシドパ細粒 …… 976
トロキシピド …… 977
トロキシピド細粒 …… 978
トロキシピド錠 …… 979
トローチ剤 …… 12
トロピカミド …… 979
ドロペリドール …… 980
トロンビン …… 226, 981
豚脂 …… 981
ドンペリドン …… 982

ナ

ナイスタチン …… 982
ナイルブルー …… 226
ナタネ油 …… 983
菜種油 …… 983
ナタマイシン …… 1092
NK－7細胞 …… 226
ナテグリニド …… 983
ナテグリニド錠 …… 984
ナトリウム …… 226
ナトリウム，金属 …… 226
ナトリウム標準原液 …… 144
ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート …… 226
0.1mol/Lナトリウムメトキシド・ジオキサン液 …… 140
0.1mol/Lナトリウムメトキシド・1,4－ジオキサン液 …… 140
0.1mol/Lナトリウムメトキシド液 …… 140
ナドロール …… 985
七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 …… 226
七モリブデン酸六アンモニウム試液 …… 226
七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 …… 226
七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・
　硫酸セリウム(Ⅳ)試液 …… 227
七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・
　硫酸第二セリウム試液 …… 227
ナファゾリン・クロルフェニラミン液 …… 987
ナファゾリン塩酸塩 …… 986
ナファゾリン硝酸塩 …… 227, 987
ナファゾリン硝酸塩，定量用 …… 227
ナファモスタットメシル酸塩 …… 988
ナフタレン …… 227
1,3－ナフタレンジオール …… 227
1,3－ナフタレンジオール試液 …… 227
2－ナフタレンスルホン酸 …… 227
2－ナフタレンスルホン酸一水和物 …… 227
2－ナフタレンスルホン酸ナトリウム …… 227
α－ナフチルアミン …… 227
1－ナフチルアミン …… 227
ナフチルエチレンジアミン試液 …… 227
N－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 …… 227
ナフトキノンスルホン酸カリウム …… 227
1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム …… 227
ナフトキノンスルホン酸カリウム試液 …… 227
1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液 …… 227
β－ナフトキノンスルホン酸ナトリウム …… 227
ナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液 …… 227
α－ナフトール …… 227
β－ナフトール …… 227
1－ナフトール …… 227
2－ナフトール …… 227
1－ナフトール・硫酸試液 …… 227
α－ナフトール試液 …… 227
β－ナフトール試液 …… 227
1－ナフトール試液 …… 227
2－ナフトール試液 …… 227
α－ナフトールベンゼイン …… 227
p－ナフトールベンゼイン …… 227
α－ナフトールベンゼイン試液 …… 227
p－ナフトールベンゼイン試液 …… 227
ナブメトン …… 989
ナブメトン錠 …… 990
ナプロキセン …… 991
鉛標準液 …… 144
鉛標準原液 …… 144
ナリジクス酸 …… 227, 991
ナリンギン，薄層クロマトグラフィー用 …… 227
ナリンギン二水和物，薄層クロマトグラフィー用 …… 227
ナルコチン …… 1018
ナロキソン塩酸塩 …… 992
軟滑石 …… 1470

軟膏剤 …… 18

ニ

二亜硫酸ナトリウム …… 227
二亜硫酸ナトリウム試液 …… 227
ニガキ …… 1560
苦木 …… 1560
ニガキ末 …… 1561
苦木末 …… 1561
ニカルジピン塩酸塩 …… 993
ニカルジピン塩酸塩，定量用 …… 227
ニカルジピン塩酸塩注射液 …… 994
肉エキス …… 228
ニクズク …… 1561
肉豆蔻 …… 1561
肉豆蔻 …… 1561
肉製ペプトン …… 228
二クロム酸カリウム …… 228
二クロム酸カリウム(標準試薬) …… 228
二クロム酸カリウム・硫酸試液 …… 228
1／60 mol/L二クロム酸カリウム液 …… 140
二クロム酸カリウム試液 …… 228
β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド(β－NAD) …… 228
β－ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液 …… 228
ニコチン酸 …… 995
ニコチン酸アミド …… 228, 996
ニコチン酸注射液 …… 995
ニコチン酸トコフェロール …… 939
ニコチン酸*dl*－α－トコフェロール …… 939
ニコモール …… 997
ニコモール，定量用 …… 228
ニコモール錠 …… 997
ニコランジル …… 998
二酢酸*N,N′*－ジベンジルエチレンジアミン …… 228
ニザチジン …… 999
ニザチジンカプセル …… 1000
二酸化イオウ …… 228
二酸化セレン …… 228
二酸化炭素 …… 228, 1000
二酸化炭素測定用検知管 …… 284
二酸化チタン …… 228
二酸化チタン試液 …… 228
二酸化鉛 …… 228
二酸化マンガン …… 228
二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH測定用 …… 228
ニセリトロール …… 1001
ニセルゴリン …… 1002
ニセルゴリン，定量用 …… 228
ニセルゴリン散 …… 1003
ニセルゴリン錠 …… 1004
日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件 …… 2007
ニッケル，熱分析用 …… 284
ニッケル標準液 …… 144
ニトラゼパム …… 1005
2,2′,2″ニトリロトリエタノール …… 228
2,2′,2″－ニトリロトリエタノール緩衝液，pH7.8 …… 228
ニトレンジピン …… 1006
ニトレンジピン，定量用 …… 228
ニトレンジピン錠 …… 1006
3－ニトロアニリン …… 228
4－ニトロアニリン …… 228
p－ニトロアニリン …… 228
4－ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 …… 228
p－ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 …… 228
ニトロエタン …… 229
4－ニトロ塩化ベンジル …… 229
p－ニトロ塩化ベンジル …… 229
4－ニトロ塩化ベンゾイル …… 229
p－ニトロ塩化ベンゾイル …… 229
ニトログリセリン錠 …… 1008
α－ニトロソ－β－ナフトール …… 229
1－ニトロソ－2－ナフトール …… 229
α－ニトロソ－β－ナフトール試液 …… 229
1－ニトロソ－2－ナフトール試液 …… 229
1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－
ジスルホン酸二ナトリウム …… 229
2－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド …… 229
o－ニトロフェニル－β－D－ガラクトピラノシド …… 229
3－ニトロフェノール …… 229
4－ニトロフェノール …… 229
ニトロプルシドナトリウム …… 229
ニトロプルシドナトリウム試液 …… 229
4－(4－ニトロベンジル)ピリジン …… 229
2－ニトロベンズアルデヒド …… 229
o－ニトロベンズアルデヒド …… 229
ニトロベンゼン …… 229
4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 …… 229
p－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 …… 229
4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 …… 229
p－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 …… 229
4－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート …… 229
p－ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート …… 229
ニトロメタン …… 229
2倍濃厚乳糖ブイヨン …… 229
ニフェジピン …… 230, 1009
日本脳炎ワクチン …… 1009
日本薬局方収載生薬の学名表記について …… 2053
日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源
としての動物に求められる要件 …… 2020
乳剤 …… 11
乳酸 …… 230, 1010
L－乳酸 …… 1010
乳酸エタクリジン …… 291
乳酸カルシウム …… 1011
乳酸カルシウム水和物 …… 1011
乳酸試液 …… 230
L－乳酸ナトリウム液 …… 1012

乳製カゼイン……230
乳糖……230, 1014
α－乳糖・β－乳糖混合物(1：1)……230
乳糖一水和物……230
乳糖基質試液……230
乳糖基質試液，ペニシリウム由来
　β－ガラクトシダーゼ用……230
乳糖水和物……1014
乳糖ブイヨン……230
乳糖ブイヨン，2倍濃厚……230
乳糖ブイヨン，3倍濃厚……230
ニュートラルレッド……230
ニュートラルレッド試液……230
尿素……230, 1014
二硫化炭素……230
二硫酸カリウム……230
ニルバジピン……1015
ニルバジピン錠……1016
ニンジン……1561
人参……1561
ニンジン末……1562
人参末……1562
ニンドウ……1563
忍冬……1563
ニンヒドリン……230
ニンヒドリン・アスコルビン酸試液……230
ニンヒドリン・L－アスコルビン酸試液……230
ニンヒドリン・塩化スズ(Ⅱ)試液……230
ニンヒドリン・塩化第一スズ試液……230
ニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液……230
ニンヒドリン・酢酸試液……230
0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液……230
ニンヒドリン・ブタノール試液……230
ニンヒドリン・硫酸試液……230
ニンヒドリン試液……230

ネ

ネオカルチノスタチン……230
ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸
　交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物……230
ネオスチグミンメチル硫酸塩……1017
ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液……1018
ネオマイシン硫酸塩……1147
ネスラー管……284
熱分析法……56
熱分析用α－アルミナ……284
熱分析用インジウム……284
熱分析用スズ……284
熱分析用ニッケル……284
粘度計校正用標準液……144
粘度測定法……57

ノ

濃塩化ベンザルコニウム液50……1263
濃グリセリン……576
濃グリセロール……576
濃クロモトロープ酸試液……231
濃クロモトロプ酸試液……231
濃厚乳糖ブイヨン，2倍……231
濃厚乳糖ブイヨン，3倍……231
濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液……231
濃縮ゲル，セルモロイキン用……231
濃ベンザルコニウム塩化物液50……1263
濃ヨウ化カリウム試液……231
ノスカピン……1018
ノスカピン塩酸塩……1019
ノスカピン塩酸塩水和物……1019
ノダケニン，薄層クロマトグラフィー用……231
1－ノナンスルホン酸ナトリウム……231
ノニル酸バニリルアミド……231
ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール，
　ガスクロマトグラフィー用……231
ノルアドレナリン……1019
ノルアドレナリン注射液……1020
ノルエチステロン……1020
ノルエピネフリン……1019
ノルエピネフリン注射液……1020
ノルゲストレル……1021
ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠……1021
ノルトリプチリン塩酸塩……1023
ノルフロキサシン……1024

ハ

バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品の
　製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ
　否定試験……2022
バイカリン，薄層クロマトグラフィー用……231
バイカリン一水和物，薄層クロマトグラフィー用……231
培地充てん試験(プロセスシミュレーション)……2039
ハイドロサルファイトナトリウム……231
バイモ……1564
貝母……1564
培養液，セルモロイキン用……231
はかり及び分銅……284
バカンピシリン塩酸塩……1024
麦芽糖……1298
白色セラック……839
白色軟膏……993
白色ワセリン……1441
薄層クロマトグラフィー……41
薄層クロマトグラフィー用アサリニン……231
薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ……231
薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ……231

薄層クロマトグラフィー用アトロピン硫酸塩水和物 ……231
薄層クロマトグラフィー用アミグダリン……231
薄層クロマトグラフィー用2－アミノ－5－
クロロベンゾフェノン……231
薄層クロマトグラフィー用アリソールA ……232
薄層クロマトグラフィー用アルブチン……232
薄層クロマトグラフィー用アレコリン臭化水素酸塩 ……232
薄層クロマトグラフィー用イカリイン……232
薄層クロマトグラフィー用イソプロメタジン塩酸塩 ……232
薄層クロマトグラフィー用イミダゾール……232
薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム ……232
薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン ……232
薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン ……232
薄層クロマトグラフィー用塩酸1,1－ジフェニル－4－
ピペリジノ－1－ブテン……232
薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン ……232
薄層クロマトグラフィー用オウゴニン……232
薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
シリカゲル……283
薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
シリカゲル(蛍光剤入り)……283
薄層クロマトグラフィー用オストール……232
薄層クロマトグラフィー用カプサイシン……232
薄層クロマトグラフィー用(*E*)－カプサイシン……232
薄層クロマトグラフィー用[6]－ギンゲロール……232
薄層クロマトグラフィー用ギンセノシドRg_1……232
薄層クロマトグラフィー用グリココール酸ナトリウム ……232
薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 ……232
薄層クロマトグラフィー用4′－*O*－グルコシル－5－*O*－
メチルビサミノール……232
薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム ……232
薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム水和物 …232
薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸……232
薄層クロマトグラフィー用(*E*)－クロロゲン酸……232
薄層クロマトグラフィー用(2－クロロフェニル)－
ジフェニルメタノール……232
薄層クロマトグラフィー用(*E*)－ケイ皮酸……232
薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド……232
薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸 ……232
薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド ……232
薄層クロマトグラフィー用ゴシツ……232
薄層クロマトグラフィー用コプチシン塩化物 ……232
薄層クロマトグラフィー用コール酸……232
薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンa……232
薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンb_2……232
薄層クロマトグラフィー用シザンドリン……232
薄層クロマトグラフィー用ジヒドロエルゴクリスチン
メシル酸塩……232
薄層クロマトグラフィー用1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－
5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン ……232
薄層クロマトグラフィー用1,1－ジフェニル－4－
ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩……232
薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル
(蛍光剤入り)……283
薄層クロマトグラフィー用2,6－ジメチル－4－(2－
ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸
ジメチルエステル……232
薄層クロマトグラフィー用シャゼンシ……232
薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン……232
薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコポラミン……232
薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム……232
薄層クロマトグラフィー用[6]－ショーガオール ……232
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル……283
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)……283
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)……283
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
(粒径5～7μm，蛍光剤入り)……283
薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド……232
薄層クロマトグラフィー用(*E*)－シンナムアルデヒド……232
薄層クロマトグラフィー用スウェルチアマリン……232
薄層クロマトグラフィー用スキサメトニウム塩化物
水和物……232
薄層クロマトグラフィー用スコポラミン臭化水素酸塩
水和物……233
薄層クロマトグラフィー用セサミン……233
薄層クロマトグラフィー用セルロース……283
薄層クロマトグラフィー用セルロース(蛍光剤入り)……283
薄層クロマトグラフィー用センノシドA……233
薄層クロマトグラフィー用タウロウルソデオキシコール酸
ナトリウム……233
薄層クロマトグラフィー用ダクロニウム臭化物……233
薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ……233
薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール……233
薄層クロマトグラフィー用ナリンギン……233
薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水和物……233
薄層クロマトグラフィー用ノダケニン……233
薄層クロマトグラフィー用バイカリン……233
薄層クロマトグラフィー用バイカリン一水和物……233
薄層クロマトグラフィー用バルバロイン……233
薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸……233
薄層クロマトグラフィー用10－ヒドロキシ－2－(*E*)－
デセン酸……233
薄層クロマトグラフィー用3－(3－ヒドロキシ－4－
メトキシフェニル)－2－(*E*)－プロペン酸・
(*E*)－フェルラ酸混合試液……233
薄層クロマトグラフィー用ヒペロシド……233
薄層クロマトグラフィー用ヒルスチン……233
薄層クロマトグラフィー用プエラリン……233
薄層クロマトグラフィー用フェルラ酸シクロアルテニル…233
薄層クロマトグラフィー用ブタ胆汁末……233
薄層クロマトグラフィー用フマル酸……233
薄層クロマトグラフィー用(±)－プラエルプトリンA ……233
薄層クロマトグラフィー用ペオニフロリン……233
薄層クロマトグラフィー用ペオノール……233
薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン……233
薄層クロマトグラフィー用ペリルアルデヒド……233
薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン……233
薄層クロマトグラフィー用ベルベリン塩化物水和物……233

薄層クロマトグラフィー用ベンゾイルメサコニン塩酸塩 …233
薄層クロマトグラフィー用ポリアミド……283
薄層クロマトグラフィー用ポリアミド(蛍光剤入り) ……283
薄層クロマトグラフィー用マグノロール……233
薄層クロマトグラフィー用ミリスチシン……233
薄層クロマトグラフィー用メシル酸
　ジヒドロエルゴクリスチン……233
薄層クロマトグラフィー用2－メチル－5－
　ニトロイミダゾール……233
薄層クロマトグラフィー用3－*O*－メチルメチルドパ ……233
薄層クロマトグラフィー用(*E*)－2－メトキシシンナム
　アルデヒド……233
薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム ……233
薄層クロマトグラフィー用リクイリチン……233
薄層クロマトグラフィー用(*Z*)－リグスチリド ……233
薄層クロマトグラフィー用リトコール酸……233
薄層クロマトグラフィー用リモニン……233
薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン ……233
薄層クロマトグラフィー用リンコフィリン ……233
薄層クロマトグラフィー用ルテオリン……233
薄層クロマトグラフィー用レイン……233
薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン ……233
薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム ……233
薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム
　水和物……234
薄層クロマトグラフィー用ロガニン……234
薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸……234
白糖 ……234, **1025**
バクモンドウ ……234, **1564**
麦門冬 ……**1564**
麦門冬湯エキス ……**1564**
白蝋 ……**1305**
バクロフェン ……**1028**
バクロフェン錠 ……**1028**
馬血清 ……234
バシトラシン ……**1029**
パスカルシウム ……**1035**
パスカルシウム顆粒 ……**1036**
パスカルシウム水和物 ……**1035**
バソプレシン ……234
バソプレシン注射液 ……**1030**
ハチマイシン ……**962**
八味地黄丸エキス ……**1566**
ハチミツ ……**1569**
蜂蜜 ……**1569**
波長及び透過率校正用光学フィルター……284
波長校正用光学フィルター……284
発煙硝酸 ……234
発煙硫酸 ……234
ハッカ ……234, **1569**
薄荷 ……**1569**
ハッカ水 ……**1570**
ハッカ油 ……234, **1570**
薄荷油 ……**1570**
バッカル錠 ……12
発色試液，テセロイキン用 ……234
発色性合成基質 ……234
発熱性物質試験法 ……89
パップ剤 ……19
パップ用複方オウバク散 ……**1461**
発泡顆粒剤 ……11
発泡錠 ……10
ハートインフュージョンカンテン培地 ……234
バナジン酸アンモニウム ……234
バナジン(V)酸アンモニウム ……234
鼻に適用する製剤 ……16
パニペネム ……**1032**
バニリン ……234
バニリン・塩酸試液 ……234
バニリン・硫酸・エタノール試液 ……234
バニリン・硫酸・エタノール試液，噴霧用 ……234
バニリン・硫酸試液 ……234
ハヌス試液 ……234
パパベリン塩酸塩 ……234, **1033**
パパベリン塩酸塩，定量用 ……234
パパベリン塩酸塩注射液 ……**1034**
ハマボウフウ ……**1570**
浜防風 ……**1570**
バメタン硫酸塩 ……234, **1035**
パモ酸ヒドロキシジン ……**1069**
パモ酸ピランテル ……**1096**
パラアミノサリチル酸カルシウム ……**1035**
パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒 ……**1036**
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物 ……**1035**
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物，定量用 ……234
パラオキシ安息香酸 ……234
パラオキシ安息香酸イソアミル ……234
パラオキシ安息香酸イソブチル ……234
パラオキシ安息香酸イソプロピル ……234
パラオキシ安息香酸エチル ……235, **1037**
パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル ……235
パラオキシ安息香酸ブチル ……235, **1037**
パラオキシ安息香酸プロピル ……235, **1038**
パラオキシ安息香酸ヘキシル ……235
パラオキシ安息香酸ヘプチル ……235
パラオキシ安息香酸ベンジル ……235
パラオキシ安息香酸メチル ……235, **1038**
パラセタモール ……**312**
パラフィン ……235, **1039**
パラフィン，流動 ……235
パラホルムアルデヒド ……**1041**
H－D－バリル－L－ロイシル－L－アルギニン－4－
　ニトロアニリド二塩酸塩 ……235
L－バリン ……235, **1042**
L－バリン，定量用 ……235
バルサム ……235
パルナパリンナトリウム ……**1042**
バルバロイン，成分含量測定用 ……235

バルバロイン，定量用 …… 235
バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用 …… 235
バルビタール …… 235, 1044
バルビタール緩衝液 …… 235
バルビタールナトリウム …… 235
バルプロ酸ナトリウム …… 1045
バルプロ酸ナトリウム，定量用 …… 236
バルプロ酸ナトリウム錠 …… 1045
バルプロ酸ナトリウムシロップ …… 1046
パルマチン塩化物 …… 236
パルミチン酸，ガスクロマトグラフィー用 …… 236
パルミチン酸クロラムフェニコール …… 609
パルミチン酸レチノール …… 1421
バレイショデンプン …… 236, 926
バレイショ澱粉 …… 926
バレイショデンプン試液 …… 236
バレイショデンプン試液，でんぷん消化力試験用 …… 236
ハロキサゾラム …… 1047
ハロタン …… 1048
ハロペリドール …… 1049
ハロペリドール，定量用 …… 236
ハロペリドール細粒 …… 1050
ハロペリドール錠 …… 1051
パンクレアチン …… 1051
パンクレアチン用リン酸塩緩衝液 …… 236
パンクロニウム臭化物 …… 1052
ハンゲ …… 1571
半夏 …… 1571
半夏厚朴湯エキス …… 1571
バンコマイシン塩酸塩 …… 1053
蕃椒 …… 1552
蕃椒末 …… 1553
パンテチン …… 1055
パントテン酸カルシウム …… 1055

ヒ

α－BHC(α－ヘキサクロロシクロヘキサン) …… 236
β－BHC(β－ヘキサクロロシクロヘキサン) …… 236
γ－BHC(γ－ヘキサクロロシクロヘキサン) …… 236
δ－BHC(δ－ヘキサクロロシクロヘキサン) …… 236
pH測定法 …… 60
pH測定用水酸化カルシウム …… 236
pH測定用炭酸水素ナトリウム …… 236
pH測定用炭酸ナトリウム …… 236
pH測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物 …… 236
pH測定用フタル酸水素カリウム …… 236
pH測定用ホウ酸ナトリウム …… 236
pH測定用無水リン酸一水素ナトリウム …… 236
pH測定用四シュウ酸カリウム …… 236
pH測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 …… 236
pH測定用リン酸水素二ナトリウム …… 236
pH測定用リン酸二水素カリウム …… 236
ピオグリタゾン塩酸塩 …… 1057
ピオグリタゾン塩酸塩錠 …… 1058
ビオチン …… 1059
ヒオデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用 …… 236
B型赤血球浮遊液 …… 237
ピクリン酸 …… 237
ピクリン酸・エタノール試液 …… 237
ピクリン酸試液 …… 237
ピクリン酸試液，アルカリ性 …… 237
ヒコアト注射液 …… 500
ピコスルファートナトリウム …… 1060
ピコスルファートナトリウム水和物 …… 1060
ビサコジル …… 1061
ビサコジル坐剤 …… 1061
BGLB …… 237
比重及び密度測定法 …… 62
非水滴定用アセトン …… 237
非水滴定用酢酸 …… 237
非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液 …… 237
非水滴定用酢酸第二水銀試液 …… 237
非水滴定用氷酢酸 …… 237
4,4′－ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン …… 237
L－ヒスチジン …… 237, 1062
L－ヒスチジン塩酸塩一水和物 …… 237
L－ヒスチジン塩酸塩水和物 …… 1063
ビスデメトキシクルクミン …… 237
ビス(1,1－トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン …… 237
ビストリメチルシリルアセトアミド …… 237
N,N′－ビス[2－ヒドロキシ－1－(ヒドロキシメチル)エチル]－5－ヒドロキシアセチルアミノ－2,4,6－トリヨードイソフタルアミド …… 237
ビス－(1－フェニル－3－メチル－5－ピラゾロン) …… 238
ビスマス酸ナトリウム …… 238
微生物限度試験法 …… 89
微生物殺滅法 …… 2041
ヒ素試験法 …… 34
ヒ素標準液 …… 144
ヒ素標準原液 …… 144
ビソプロロールフマル酸塩 …… 1064
ビソプロロールフマル酸塩，定量用 …… 238
ビソプロロールフマル酸塩錠 …… 1064
ヒ素分析用亜鉛 …… 238
ビタミンAカプセル …… 1066
ビタミンA酢酸エステル …… 1420
ビタミンA定量法 …… 61
ビタミンA定量用2－プロパノール …… 238
ビタミンAパルミチン酸エステル …… 1421
ビタミンA油 …… 1065
ビタミンA油カプセル …… 1066
ビタミンB_1塩酸塩 …… 873
ビタミンB_1塩酸塩散 …… 874
ビタミンB_1塩酸塩注射液 …… 874
ビタミンB_1硝酸塩 …… 875
ビタミンB_2 …… 1405
ビタミンB_2散 …… 1405

ビタミンB_2酪酸エステル……1406
ビタミンB_2リン酸エステル……1407
ビタミンB_2リン酸エステル注射液……1408
ビタミンB_6……1097
ビタミンB_6注射液……1098
ビタミンB_{12}……673
ビタミンB_{12}注射液……674
ビタミンC……302
ビタミンC散……302
ビタミンC注射液……303
ビタミンD_2……487
ビタミンD_3……649
ビタミンE……936
ビタミンEコハク酸エステルカルシウム……937
ビタミンE酢酸エステル……938
ビタミンEニコチン酸エステル……939
ビタミンH……1059
ビタミンK_1……1115
ヒトインスリン……238
ヒトインスリン(遺伝子組換え)……425
ヒトインスリンデスアミド体含有試液……238
ヒトインスリン二量体含有試液……238
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン……765
ヒト血清アルブミン，定量用……238
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン……766
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液……238
ヒト正常血漿……238
ヒト正常血漿乾燥粉末……238
人全血液……1067
人免疫グロブリン……1067
ヒト由来アンチトロンビンⅢ……238
ヒドラジン一水和物……238
ヒドララジン塩酸塩……238, 1067
ヒドララジン塩酸塩，定量用……238
ヒドララジン塩酸塩散……1068
ヒドララジン塩酸塩錠……1068
m－ヒドロキシアセトフェノン……238
p－ヒドロキシアセトフェノン……238
3－ヒドロキシ安息香酸……238
4－ヒドロキシイソフタル酸……238
N－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド
　硝酸エステル……239
1－(2－ヒドロキシエチル)－1*H*－テトラゾール－5－
　チオール……239
N－2－ヒドロキシエチルピペラジン－*N*′－2－
　エタンスルホン酸……239
d－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－
　(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－
　1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩……239
d－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－
　(ジメチルアミノ)エチル]－2－(*p*－メトキシフェニル)－
　1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩……239
ヒドロキシジン塩酸塩……1069
ヒドロキシジンパモ酸塩……1069
10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，成分含量測定用……239
10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，定量用……239
10－ヒドロキシ－2－(*E*)－デセン酸，
　薄層クロマトグラフィー用……239
2－ヒドロキシ－1－(2－ヒドロキシ－4－スルホ－1－
　ナフチルアゾ)－3－ナフトエ酸……240
N－(3－ヒドロキシフェニル)アセトアミド……240
3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸……240
ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用……283
ヒドロキシプロピルセルロース……1070
ヒドロキシプロピルメチルセルロース……1082
ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸
　エステル……1084
ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート……1084
2－[4－(2－ヒドロキシメチル)－1－ピペラジニル]
　プロパンスルホン酸……240
3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－
　プロペン酸……240
3－(3－ヒドロキシ－4－メトキシフェニル)－2－(*E*)－
　プロペン酸・(*E*)－フェルラ酸混合試液，
　薄層クロマトグラフィー用……240
ヒドロキシルアミン過塩素酸塩……240
ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・エタノール試液……240
ヒドロキシルアミン過塩素酸塩・無水エタノール試液……240
ヒドロキシルアミン過塩素酸塩試液……240
ヒドロキシルアミン試液……240
ヒドロキシルアミン試液，アルカリ性……240
ヒドロキソコバラミン酢酸塩……240, 1072
ヒドロキノン……240
ヒドロクロロチアジド……1073
ヒドロコタルニン塩酸塩……1074
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物……1074
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物，定量用……240
ヒドロコルチゾン……240, 1075
ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏……1078
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル……1075
ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム……1076
ヒドロコルチゾン酢酸エステル……240, 1077
ヒドロコルチゾン酪酸エステル……1079
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム……1079
2－ビニルピリジン……240
1－ビニル－2－ピロリドン……240
ヒパコニチン，純度試験用……241
比表面積測定法……72
比表面積測定用α－アルミナ……284
2,2′－ビピリジル……241
2－(4－ビフェニリル)プロピオン酸……241
ビフォナゾール……1091
皮膚などに適用する製剤……18
ピブメシリナム塩酸塩……1081
ピブメシリナム塩酸塩錠……1081
ヒプロメロース……1082
ヒプロメロースフタル酸エステル……1084

ピペミド酸三水和物 …… 1085
ピペミド酸水和物 …… 1085
ピペラシリン水和物 …… 1085
ピペラシリンナトリウム …… 1087
ピペラジンアジピン酸塩 …… 1089
ピペラジンリン酸塩 …… 1089
ピペラジンリン酸塩錠 …… 1090
ピペラジンリン酸塩水和物 …… 1089
ピペリジン塩酸塩 …… 241
ピペリデン塩酸塩 …… 1090
ヒペロシド，薄層クロマトグラフィー用 …… 241
ヒベンズ酸チペピジン …… 885
ヒベンズ酸チペピジン，定量用 …… 241
ヒベンズ酸チペピジン錠 …… 886
ヒポキサンチン …… 241
ビホナゾール …… 242, 1091
ヒマシ油 …… 242, 1091
ピマリシン …… 1092
非無菌医薬品の微生物学的品質特性 …… 2042
ヒメクロモン …… 1093
ピモジド …… 1094
ビャクゴウ …… 1572
百合 …… 1572
ビャクシ …… 1573
白芷 …… 1573
ビャクジュツ …… 1573
白朮 …… 1573
ビャクジュツ末 …… 1574
白朮末 …… 1574
氷酢酸 …… 242, 651
氷酢酸，非水滴定用 …… 242
氷酢酸・硫酸試液 …… 242
標準液 …… 143
pH標準液，シュウ酸塩 …… 144
pH標準液，水酸化カルシウム …… 144
pH標準液，炭酸塩 …… 144
pH標準液，フタル酸塩 …… 144
pH標準液，ホウ酸塩 …… 144
pH標準液，リン酸塩 …… 144
標準品 …… 129
標準粒子，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用 …… 284
標準粒子等 …… 284
ピラジナミド …… 1095
ピラゾール …… 242
ピラルビシン …… 1095
ピランテルパモ酸塩 …… 1096
1－(2－ピリジルアゾ)－2－ナフトール …… 242
1－(4－ピリジル)ピリジニウム塩化物塩酸塩 …… 242
ピリジン …… 242
ピリジン，水分測定用 …… 242
ピリジン，無水 …… 242
ピリジン・ギ酸緩衝液，0.2mol/L，pH3.0 …… 242
ピリジン・酢酸試液 …… 242
ピリジン・ピラゾロン試液 …… 242
ピリドキシン塩酸塩 …… 242, 1097
ピリドキシン塩酸塩注射液 …… 1098
ピリドスチグミン臭化物 …… 1099
ヒルスチン …… 242
ヒルスチン，定量用 …… 242
ヒルスチン，薄層クロマトグラフィー用 …… 242
ピレノキシン …… 1099
ピレンゼピン塩酸塩水和物 …… 1100
ピロ亜硫酸ナトリウム …… 1101
ピロアンチモン酸カリウム …… 242
ピロアンチモン酸カリウム試液 …… 243
ピロカルピン塩酸塩 …… 1102
ピロガロール …… 243
ピロキシカム …… 1102
ピロキシリン …… 1103
L－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩 …… 243
L－ピログルタミルグリシル－L－アルギニン－*p*－ニトロアニリン塩酸塩試液 …… 243
ピロ硫酸カリウム …… 243
ピロリン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH9.0 …… 243
ピロリン酸塩緩衝液，pH9.0 …… 243
ピロリン酸カリウム …… 243
ピロール …… 243
ピロールニトリン …… 1103
ビワヨウ …… 1574
枇杷葉 …… 1574
ビンクリスチン硫酸塩 …… 243, 1104
ピンドロール …… 1105
ビンブラスチン硫酸塩 …… 243, 1106
ビンロウジ …… 1575
檳榔子 …… 1575

フ

ファモチジン …… 1108
ファモチジン，定量用 …… 243
ファモチジン散 …… 1108
ファモチジン錠 …… 1109
ファモチジン注射液 …… 1110
ファロペネムナトリウム …… 1112
ファロペネムナトリウム錠 …… 1113
ファロペネムナトリウム水和物 …… 1112
フィトナジオン …… 243, 1115
フィトメナジオン …… 1115
フィブリノーゲン …… 243
ブイヨン，普通 …… 243
フェキソフェナジン塩酸塩 …… 1116
フェナセチン …… 243
フェナゾン …… 380
o－フェナントロリン …… 243
1,10－フェナントロリン一水和物 …… 243
1,10－フェナントロリン試液 …… 243
o－フェナントロリン試液 …… 243

フェニトイン……1117
フェニトイン，定量用……243
フェニトイン散……1118
フェニトイン錠……1118
フェニルアラニン……243
L－フェニルアラニン……243, 1120
フェニルイソチオシアネート……243
フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用……283
D－フェニルグリシン……243
25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーン
　ポリマー，ガスクロマトグラフィー用……244
フェニルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用……283
フェニルヒドラジン……244
1－フェニルピペラジン一塩酸塩……244
フェニルブタゾン……1120
フェニルフルオロン……244
フェニルフルオロン・エタノール試液……244
35%フェニル－メチルシリコーンポリマー，
　ガスクロマトグラフィー用……244
50%フェニル－メチルシリコーンポリマー，
　ガスクロマトグラフィー用……244
65%フェニル－メチルシリコーンポリマー，
　ガスクロマトグラフィー用……244
1－フェニル－3－メチル－5－ピラゾロン……244
50%フェニル－50%メチルポリシロキサン，
　ガスクロマトグラフィー用……244
フェニレフリン塩酸塩……1121
o－フェニレンジアミン……244
o－フェニレンジアミン二塩酸塩……244
フェネチシリンカリウム……1122
フェネチルアミン塩酸塩……244
フェノバルビタール……1123
フェノバルビタール，定量用……244
フェノバルビタール散……1123
フェノバルビタール散10%……1123
フェノール……244, 1124
フェノール，定量用……244
フェノール・亜鉛華リニメント……1126
フェノール・ニトロプルシドナトリウム試液……244
フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸
　ナトリウム試液……244
フェノール塩酸試液……244
フェノール水……1125
p－フェノールスルホン酸ナトリウム……244
p－フェノールスルホン酸ナトリウム二水和物……244
フェノールスルホンフタレイン……1127
フェノールスルホンフタレイン，定量用……244
フェノールスルホンフタレイン注射液……1127
フェノールフタレイン……244
フェノールフタレイン・チモールブルー試液……244
フェノールフタレイン試液……244
フェノールレッド……245
フェノールレッド試液……245
フェノールレッド試液，希……245
プエラリン，薄層クロマトグラフィー用……245
フェリシアン化カリウム……245
0.05mol/Lフェリシアン化カリウム液……140
0.1mol/Lフェリシアン化カリウム液……140
フェリシアン化カリウム試液……245
フェリシアン化カリウム試液，アルカリ性……245
フェーリング試液……245
フェーリング試液，でんぷん消化力試験用……245
フェルビナク……1128
(*E*)－フェルラ酸……245
フェルラ酸シクロアルテニル，
　薄層クロマトグラフィー用……245
フェロシアン化カリウム……245
フェロシアン化カリウム試液……245
フェンタニルクエン酸塩……1128
フェンネル油……1451
フェンブフェン……1129
フォリン試液……245
フォリン試液，希……245
フクシン……245
フクシン・エタノール試液……245
フクシン亜硫酸試液……245
フクシン試液，脱色……245
複方アクリノール・チンク油……293
複方オキシコドン・アトロピン注射液……500
複方オキシコドン注射液……499
複方サリチル酸精……657
複方サリチル酸メチル精……659
複方ジアスターゼ・重曹散……671
複方ダイオウ・センナ散……1541
複方チアントール・サリチル酸液……877
複方ヒコデノン注射液……499
複方ビタミンB散……1066
複方ヨード・グリセリン……1371
複方ロートエキス・ジアスターゼ散……1602
腹膜透析用剤……14
ブクモロール塩酸塩……1129
ブクリョウ……1575
茯苓……1575
ブクリョウ末……1575
茯苓末……1575
ブシ……1576
ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液，純度試験用……245
フシジン酸ナトリウム……1130
ブシ末……1577
ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，
　成分含量測定用……246
ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液，定量用……246
ブシ用リン酸塩緩衝液……246
ブシラミン……246, 1131
ブシラミン，定量用……246
ブシラミン錠……1131
ブスルファン……1132

プソイドエフェドリン塩酸塩……246
ブタ胆汁末，薄層クロマトグラフィー用……246
1－ブタノール……246
2－ブタノール……246
n－ブタノール……246
1－ブタノール，アンモニア飽和……246
ブタノール，イソ……246
ブタノール，第二……246
ブタノール，第三……246
1－ブタノール試液，アンモニア飽和……246
2－ブタノン……246
o－フタルアルデヒド……246
フタルイミド……246
フタル酸……246
フタル酸塩pH標準液……144
フタル酸ジエチル……247
フタル酸ジシクロヘキシル……247
フタル酸ジノニル……247
フタル酸ジフェニル……247
フタル酸ジ－*n*－ブチル……247
フタル酸ジメチル……247
フタル酸水素カリウム……247
フタル酸水素カリウム(標準試薬)……247
フタル酸水素カリウム，pH測定用……247
フタル酸水素カリウム緩衝液，0.3mol/L，pH4.6……247
フタル酸水素カリウム緩衝液，pH3.5……247
フタル酸水素カリウム緩衝液，pH4.6……247
フタル酸水素カリウム緩衝液，pH5.6……247
フタル酸水素カリウム試液，0.2mol/L，緩衝液用……247
フタル酸ビス(シス－3,3,5－トリメチルシクロヘキシル)……247
フタレインパープル……247
付着錠……12
n－ブチルアミン……247
t－ブチルアルコール……247
ブチルスコポラミン臭化物……**1133**
n－ブチルボロン酸……247
tert－ブチルメチルエーテル……248
ブチロラクトン……248
普通カンテン培地……248
普通カンテン培地，テセロイキン用……248
普通ブイヨン……248
フッ化水素酸……248
フッ化ナトリウム……248
フッ化ナトリウム(標準試薬)……248
フッ化ナトリウム試液……248
フッ素標準液……144
沸点測定法及び蒸留試験法……63
ブテナフィン塩酸塩……**1134**
ブテナフィン塩酸塩，定量用……248
ブテナフィン塩酸塩液……**1135**
ブテナフィン塩酸塩クリーム……**1135**
ブテナフィン塩酸塩スプレー……**1136**
ブドウ酒……**1136**
ブドウ糖……248, **1138**
ブドウ糖・ペプトン培地，無菌試験用……248
ブドウ糖試液……248
ブドウ糖注射液……**1139**
N－*t*－ブトキシカルボニル－L－グルタミン酸－α－フェニルエステル……248
ブトロピウム臭化物……**1139**
ブナゾシン塩酸塩……**1140**
ブファリン，成分含量測定用……248
ブファリン，定量用……248
ブフェトロール塩酸塩……**1141**
ブプラノロール塩酸塩……**1141**
ブプレノルフィン塩酸塩……**1142**
ブホルミン塩酸塩……**1143**
ブホルミン塩酸塩，定量用……248
ブホルミン塩酸塩錠……**1144**
ブホルミン塩酸塩腸溶錠……**1144**
フマル酸，薄層クロマトグラフィー用……248
フマル酸クレマスチン……**592**
フマル酸ケトチフェン……**633**
フマル酸ビソプロロール……**1064**
フマル酸ビソプロロール，定量用……248
フマル酸ビソプロロール錠……**1064**
フマル酸フォルモテロール……**1289**
フマル酸ホルモテロール……**1289**
ブメタニド……**1146**
浮遊培養用培地……249
(±)－プラエルプトリンA，薄層クロマトグラフィー用……249
フラジオマイシン硫酸塩……**1147**
ブラジキニン……249
プラスチック製医薬品容器……2062
プラスチック製医薬品容器試験法……122
プラステロン硫酸エステルナトリウム……**1148**
プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物……**1148**
プラステロン硫酸ナトリウム……**1148**
プラゼパム……**1148**
プラゼパム，定量用……249
プラゼパム錠……**1149**
プラゾシン塩酸塩……**1150**
プラノプロフェン……**1151**
プラバスタチンナトリウム……249, **1152**
プラバスタチンナトリウム液……**1153**
プラバスタチンナトリウム細粒……**1154**
プラバスタチンナトリウム錠……**1155**
フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム……**1157**
フラボキサート塩酸塩……**1158**
プリミドン……**1159**
ブリリアントグリン……249
ふるい……284
フルオキシメステロン……**1160**
フルオシノニド……**1161**
フルオシノロンアセトニド……249, **1161**
フルオレセイン……249
フルオレセインナトリウム……249, **1163**
フルオレセインナトリウム試液……249

9－フルオレニルメチルクロロギ酸 …… 249
4－フルオロ安息香酸 …… 249
フルオロウラシル …… 1163
1－フルオロ－2,4－ジニトロベンゼン …… 249
フルオロシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 …… 283
7－フルオロ－4－ニトロベンゾ－2－オキサ－1,3－
　ジアゾール …… 249
フルオロメトロン …… 1164
フルコナゾール …… 1165
フルジアゼパム …… 1166
フルシトシン …… 1166
ブルシン …… 249
ブルシン*n*水和物 …… 249
ブルシン二水和物 …… 249
フルスルチアミン塩酸塩 …… 1167
フルタミド …… 1168
ブルーテトラゾリウム …… 249
ブルーテトラゾリウム試液，アルカリ性 …… 249
フルトプラゼパム …… 1169
フルトプラゼパム，定量用 …… 249
フルトプラゼパム錠 …… 1170
フルドロコルチゾン酢酸エステル …… 1171
フルニトラゼパム …… 1172
フルフェナジンエナント酸エステル …… 1172
フルフラール …… 249
フルボキサミンマレイン酸塩 …… 1173
フルボキサミンマレイン酸塩錠 …… 1174
フルラゼパム …… 1175
フルラゼパム，定量用 …… 249
フルラゼパム塩酸塩 …… 1176
フルラゼパムカプセル …… 1176
プルラナーゼ …… 249
プルラナーゼ試液 …… 249
プルラン …… 1177
フルルビプロフェン …… 1178
ブレオマイシン塩酸塩 …… 1179
ブレオマイシン硫酸塩 …… 1181
フレカイニド酢酸塩 …… 250, 1182
フレカイニド酢酸塩，定量用 …… 250
フレカイニド酢酸塩錠 …… 1183
プレドニゾロン …… 250, 1184
プレドニゾロンコハク酸エステル …… 1186
プレドニゾロン酢酸エステル …… 250, 1188
プレドニゾロン錠 …… 1185
プレドニゾロンリン酸エステルナトリウム …… 1188
プレドニゾン …… 250
フロイント完全アジュバント …… 250
プロカインアミド塩酸塩 …… 250, 1191
プロカインアミド塩酸塩，定量用 …… 250
プロカインアミド塩酸塩錠 …… 1192
プロカインアミド塩酸塩注射液 …… 1193
プロカイン塩酸塩 …… 250, 1190
プロカイン塩酸塩，定量用 …… 250
プロカイン塩酸塩注射液 …… 1190
プロカテロール塩酸塩 …… 1193
プロカテロール塩酸塩水和物 …… 250, 1193
プロカルバジン塩酸塩 …… 1194
プログルミド …… 1195
プロクロルペラジンマレイン酸塩 …… 1195
プロクロルペラジンマレイン酸塩錠 …… 1196
プロゲステロン …… 250, 1197
プロゲステロン注射液 …… 1198
プロスタグランジンA_1 …… 250
プロスタグランジンE_1 …… 364
プロスタグランジンE_1α－シクロデキストリン
　包接化合物 …… 367
プロスタグランジンF_{2}a …… 702
フロセミド …… 1198
フロセミド錠 …… 1199
フロセミド注射液 …… 1200
プロタミン硫酸塩 …… 1201
プロタミン硫酸塩注射液 …… 1201
プロチオナミド …… 1202
プロチレリン …… 1203
プロチレリン酒石酸塩 …… 1203
プロチレリン酒石酸塩水和物 …… 1203
ブロッキング剤 …… 250
ブロック緩衝液 …… 250
V8プロテアーゼ …… 250
V8プロテアーゼ酵素試液 …… 250
プロテイン銀 …… 1204
プロテイン銀液 …… 1204
プロパフェノン塩酸塩 …… 1205
プロパフェノン塩酸塩錠 …… 1206
1－プロパノール …… 250
2－プロパノール …… 250
n－プロパノール …… 250
プロパノール，イソ …… 250
2－プロパノール，液体クロマトグラフィー用 …… 250
2－プロパノール，ビタミンA定量用 …… 250
プロパフェノン塩酸塩，定量用 …… 250
プロパンテリン臭化物 …… 250, 1207
プロピオン酸 …… 250
プロピオン酸エチル …… 251
プロピオン酸クロベタゾール …… 601
プロピオン酸ジョサマイシン …… 251, 727
プロピオン酸テストステロン …… 251, 902
プロピオン酸テストステロン注射液 …… 903
プロピオン酸ベクロメタゾン …… 251, 1226
プロピフェナゾン …… 403
プロピベリン塩酸塩 …… 1207
プロピベリン塩酸塩錠 …… 1208
プロピルアミン，イソ …… 251
プロピルエーテル，イソ …… 251
プロピルチオウラシル …… 1210
プロピルチオウラシル，定量用 …… 251
プロピルチオウラシル錠 …… 1210

プロピレングリコール …… 251, 1211
プロブコール …… 1211
プロブコール細粒 …… 1212
プロブコール錠 …… 1213
プロプラノロール塩酸塩 …… 1214
プロプラノロール塩酸塩，定量用 …… 251
プロプラノロール塩酸塩錠 …… 1214
フロプロピオン …… 251, 1215
フロプロピオン，定量用 …… 251
フロプロピオンカプセル …… 1216
プロベネシド …… 251, 1217
プロベネシド錠 …… 1217
ブロマゼパム …… 1218
ブロムクレゾールグリン …… 251
ブロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液 …… 251
ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 …… 251
ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 …… 251
ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液 …… 251
ブロムクレゾールグリン試液 …… 251
ブロムクレゾールパープル …… 251
ブロムクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 …… 251
ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素カリウム・クエン酸試液 …… 251
ブロムクレゾールパープル試液 …… 251
N−ブロムサクシンイミド …… 251
N−ブロムサクシンイミド試液 …… 251
ブロムチモールブルー …… 251
ブロムチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 …… 251
ブロムチモールブルー試液 …… 251
ブロムフェノールブルー …… 251
ブロムフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 …… 251
ブロムフェノールブルー試液 …… 251
ブロムフェノールブルー試液，pH7.0 …… 251
ブロムフェノールブルー試液，希 …… 251
ブロムヘキシン塩酸塩 …… 1219
ブロムワレリル尿素 …… 251, 1223
プロメタジン塩酸塩 …… 1220
フロモキセフナトリウム …… 1220
ブロモクリプチンメシル酸塩 …… 1222
ブロモクレゾールグリン …… 251
ブロモクレゾールグリーン …… 251
ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 …… 251
ブロモクレゾールグリーン・クリスタルバイオレット試液 …… 251
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 …… 251
ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 …… 251
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 …… 251
ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 …… 252
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 …… 251
ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液 …… 251
ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 …… 251
ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 …… 252
ブロモクレゾールグリン試液 …… 251
ブロモクレゾールグリーン試液 …… 251
ブロモクレゾールパープル …… 252
ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 …… 252
ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 …… 252
ブロモクレゾールパープル試液 …… 252
N−ブロモスクシンイミド …… 252
N−ブロモスクシンイミド試液 …… 252
ブロモチモールブルー …… 252
ブロモチモールブルー・エタノール性水酸化ナトリウム試液 …… 252
ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 …… 252
ブロモチモールブルー試液 …… 252
ブロモバレリル尿素 …… 252, 1223
ブロモフェノールブルー …… 252
ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 …… 252
ブロモフェノールブルー試液 …… 252
0.05%ブロモフェノールブルー試液 …… 252
ブロモフェノールブルー試液，pH7.0 …… 252
ブロモフェノールブルー試液，希 …… 252
L−プロリン …… 252, 1224
フロログルシノール二水和物 …… 252
フロログルシン …… 252
フロログルシン二水和物 …… 252
分散錠 …… 10
分子量測定用低分子量ヘパリン …… 252
分子量測定用マーカーたん白質 …… 252
分子量マーカー，テセロイキン用 …… 252
分析法バリデーション …… 1974
粉体の細かさの表示法 …… 1981
粉体の粒子密度測定法 …… 74
粉体の流動性 …… 1981
粉末X線回折測定法 …… 64
粉末飴 …… 1488
粉末セルロース …… 846
噴霧試液用チモール …… 252
噴霧用塩化2,3,5−トリフェニル−2*H*−テトラゾリウム・メタノール試液 …… 252
噴霧用塩化*p*−ニトロベンゼンジアゾニウム試液 …… 252
噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 …… 252
噴霧用4−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 …… 252
噴霧用*p*−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 …… 252
噴霧用チモール・硫酸・メタノール試液 …… 252
噴霧用ドラーゲンドルフ試液 …… 252
噴霧用4−ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 …… 252
噴霧用*p*−ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 …… 252
噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液 …… 252
噴霧用4−メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液 …… 252
分離ゲル，セルモロイキン用 …… 252

へ

ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用 …… 252
ペオノール，成分含量測定用 …… 252
ペオノール，定量用 …… 253
ペオノール，薄層クロマトグラフィー用 …… 253
ベカナマイシン硫酸塩 …… 253, **1225**
ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液 …… 253
ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸試液 …… 253
ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸六水和物 …… 253
ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム三水和物 …… 253
ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液 …… 253
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム …… 253
0.05mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液 …… 141
0.1mol/Lヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム液 …… 140
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液 …… 253
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，アルカリ性 …… 253
ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 …… 283
ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム …… 253
ヘキサニトロコバルト(Ⅲ)酸ナトリウム試液 …… 253
ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム …… 253
ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム試液 …… 253
ヘキサヒドロキソアンチモン(Ⅴ)酸カリウム四水和物 …… 253
ヘキサミン …… 253
ヘキサメチレンテトラミン …… 253
ヘキサメチレンテトラミン試液 …… 253
ヘキサン …… 253
n－ヘキサン，液体クロマトグラフィー用 …… 254
n－ヘキサン，吸収スペクトル用 …… 254
ヘキサン，液体クロマトグラフィー用 …… 253
ヘキサン，吸収スペクトル用 …… 253
ヘキサン，生薬純度試験用 …… 253
1－ヘキサンスルホン酸ナトリウム …… 254
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル …… 254, **1226**
ベザフィブラート …… **1227**
ベザフィブラート，定量用 …… 254
ベザフィブラート徐放錠 …… **1228**
ベシル酸アムロジピン …… **347**
ベシル酸アムロジピン錠 …… **348**
ヘスペリジン，成分含量測定用 …… 254
ヘスペリジン，定量用 …… 254
ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用 …… 254
ベタキソロール塩酸塩 …… **1229**
ベタネコール塩化物 …… **1230**
ベタヒスチンメシル酸塩 …… 254, **1230**
ベタヒスチンメシル酸塩，定量用 …… 254
ベタヒスチンメシル酸塩錠 …… **1231**
ベタミプロン …… **1232**
ベタメサゾン …… **1233**
ベタメサゾン錠 …… **1234**
ベタメタゾン …… **1233**
ベタメタゾン吉草酸エステル …… **1235**
ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム …… **1236**
ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩軟膏 …… **1237**
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル …… **1238**
ベタメタゾン錠 …… **1234**
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム …… **1239**
ペチジン塩酸塩 …… **1241**
ペチジン塩酸塩，定量用 …… 254
ペチジン塩酸塩注射液 …… **1241**
ベニジピン塩酸塩 …… 254, **1242**
ベニジピン塩酸塩，定量用 …… 254
ベニジピン塩酸塩錠 …… **1243**
ペニシリウム産生ガラクトシダーゼ …… **526**
ペニシリンGカリウム …… **1265**
ベニバナ …… **1488**
ヘパリンカルシウム …… **1244**
ヘパリンナトリウム …… 254, **1247**
ヘパリンナトリウム注射液 …… **1249**
ペプシン，含糖 …… 254
ヘプタン …… 254
ヘプタン，液体クロマトグラフィー用 …… 254
1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム …… 254
ペプチド及びたん白質の質量分析 …… 2024
ペプチドマップ法 …… 2026
ペプトン …… 254
ペプトン，カゼイン製 …… 254
ペプトン，ゼラチン製 …… 255
ペプトン，ダイズ製 …… 255
ペプトン，肉製 …… 255
ペプロマイシン硫酸塩 …… **1250**
ヘペス緩衝液，pH7.5 …… 255
ベヘン酸メチル …… 255
ヘマトキシリン …… 255
ヘマトキシリン試液 …… 255
ペミロラストカリウム …… **1252**
ペミロラストカリウム錠 …… **1253**
ベラドンナエキス …… **1579**
ベラドンナコン …… **1578**
ベラドンナ根 …… **1578**
ベラパミル塩酸塩 …… **1254**
ベラパミル塩酸塩，定量用 …… 255
ベラパミル塩酸塩錠 …… **1254**
ベラプロストナトリウム …… 255, **1255**
ベラプロストナトリウム，定量用 …… 255
ベラプロストナトリウム錠 …… **1256**
ヘリウム …… 255
ペリルアルデヒド，成分含量測定用 …… 255
ペリルアルデヒド，定量用 …… 255
ペリルアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 …… 255
ペルオキシダーゼ …… 255
ペルオキシダーゼ測定用基質液 …… 255
ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体Fab′試液 …… 255

ペルオキシダーゼ標識抗体原液……256
ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン……256
ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液……256
ペルオキソ二硫酸アンモニウム……256
10%ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液……256
ペルオキソ二硫酸カリウム……256
ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用……256
ペルフェナジン……1257
ペルフェナジン錠……1258
ペルフェナジンマレイン酸塩……1259
ペルフェナジンマレイン酸塩，定量用……256
ペルフェナジンマレイン酸塩錠……1260
ベルベリン塩化物……1261
ベルベリン塩化物水和物……256, 1261
ベルベリン塩化物水和物，薄層クロマトグラフィー用……256
ベンザルコニウム塩化物……256, 1262
ベンザルコニウム塩化物液……1262
ベンザルフタリド……256
ベンジルアルコール……256, 1263
p－ベンジルフェノール……256
ベンジルペニシリンカリウム……256, 1265
ベンジルペニシリンベンザチン……256, 1266
ベンジルペニシリンベンザチン水和物……256, 1266
ヘンズ……1580
扁豆……1580
ベンズアルデヒド……256
ベンズ[*a*]アントラセン……256
ベンズブロマロン……1268
ベンゼトニウム塩化物……1269
ベンゼトニウム塩化物，定量用……256
ベンゼトニウム塩化物液……1269
ベンセラジド塩酸塩……1270
ベンゼン……256
N－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル塩酸塩……257
N－α－ベンゾイル－L－アルギニンエチル試液……257
N－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－
ニトロアニリド塩酸塩……257
N－α－ベンゾイル－L－アルギニン－4－
ニトロアニリド試液……257
N－ベンゾイル－L－イソロイシル－L－グルタミル
(γ－OR)－グリシル－L－アルギニル－*p*－
ニトロアニリド塩酸塩……257
ベンゾイルヒパコニン塩酸塩，定量用……257
ベンゾイルメサコニン塩酸塩，定量用……257
ベンゾイルメサコニン塩酸塩，
薄層クロマトグラフィー用……258
ベンゾイン……258
ベンゾカイン……343
p－ベンゾキノン……258
p－ベンゾキノン試液……258
ベンゾ[*a*]ピレン……258
ベンゾフェノン……258
ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコール
ポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用……283
ペンタシアノアンミン鉄(Ⅱ)酸ナトリウム*n*水和物……258
ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液……258
ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム・
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液，希……258
ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液……258
ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物……258
ペンタゾシン……1270
ペンタン……258
1－ペンタンスルホン酸ナトリウム……259
ペントキシベリンクエン酸塩……1271
ベントナイト……1271
ペントバルビタールカルシウム……1272
ペンブトロール硫酸塩……1273
変法チオグリコール酸培地……259

ホ

ボウイ……1580
防已……1580
崩壊試験第1液……259
崩壊試験第2液……259
崩壊試験法……116
芳香水剤……21
ボウコン……1580
茅根……1580
ホウ砂……259, 1274
ホウ酸……259, 1274
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
pH9.0……259
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
pH9.2……259
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
pH9.6……259
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
pH10.0……259
0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液，緩衝液用……259
ホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液，pH9.0……259
ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液，pH8.4……259
ホウ酸・メタノール緩衝液……259
ホウ酸塩・塩酸緩衝液，pH9.0……259
ホウ酸塩pH標準液……144
ホウ酸ナトリウム……259
ホウ酸ナトリウム，pH測定用……259
抱水クロラール……259, 1274
抱水クロラール試液……259
抱水ヒドラジン……259
ホウ素標準液……144
ボウフウ……1581
防風……1581
飽和ヨウ化カリウム試液……259
ボクソク……1581
樸樕……1581
ボグリボース……1275

ボグリボース，定量用 …… 259
ボグリボース錠 …… 1276
ホスゲン紙 …… 283
ホスファターゼ，アルカリ性 …… 259
ホスファターゼ試液，アルカリ性 …… 259
ホスフィン酸 …… 259
ホスホマイシンカルシウム …… 1277
ホスホマイシンカルシウム水和物 …… 1277
ホスホマイシンナトリウム …… 1278
保存効力試験法 …… 2044
ボタンピ …… 1581
牡丹皮 …… 1581
ボタンピ末 …… 1582
牡丹皮末 …… 1582
補中益気湯エキス …… 1583
ポテトエキス …… 259
ホノキオール …… 259
ポビドン …… 1280
ポビドンヨード …… 1281
ホマトロピン臭化水素酸塩 …… 260, 1282
ホミカ …… 1586
ホミカエキス …… 1586
ホミカエキス散 …… 1587
ホミカチンキ …… 1587
ホモクロルシクリジン塩酸塩 …… 1282
ボラン－ピリジン錯体 …… 260
ポリアクリル酸メチル，ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用 …… 283
ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用 …… 283
ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り) …… 283
ポリアルキレングリコール，ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリアルキレングリコールモノエーテル，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール20M，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール400 …… 1292
ポリエチレングリコール400，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール600，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール1500 …… 1293
ポリエチレングリコール1500，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール4000 …… 1293
ポリエチレングリコール6000 …… 1294
ポリエチレングリコール6000，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール15000－ジエポキシド，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール20000 …… 1294
ポリエチレングリコールエステル化物，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリエチレングリコール軟膏 …… 1295
ポリエチレングリコール2－ニトロテレフタレート，
　ガスクロマトグラフィー用 …… 260
ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル …… 260
ポリオキシエチレン(40)オクチルフェニルエーテル …… 260
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油60 …… 260
ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル …… 1374
ポリオキシル40モノステアリン酸エステル …… 745
ポリスチレンスルホン酸カルシウム …… 1283
ポリスチレンスルホン酸ナトリウム …… 1285
ポリソルベート20 …… 260
ポリソルベート80 …… 261, 1286
ホリナートカルシウム …… 1286
ポリビドン …… 1280
ポリビニルアルコール …… 261
ポリビニルアルコールⅠ …… 261
ポリビニルアルコールⅡ …… 261
ポリビニルアルコール試液 …… 261
ポリビニルピロリドン …… 1280
ポリミキシンB硫酸塩 …… 1287
ポリメチルシロキサン，ガスクロマトグラフィー用 …… 261
ホリン酸カルシウム …… 1286
ホルマジン乳濁原液 …… 144
ホルマリン …… 261, 1288
ホルマリン・硫酸試液 …… 261
ホルマリン試液 …… 261
ホルマリン水 …… 1288
2－ホルミル安息香酸 …… 261
ホルムアミド …… 261
ホルムアミド，水分測定用 …… 261
ホルムアルデヒド液 …… 261
ホルムアルデヒド液・硫酸試液 …… 261
ホルムアルデヒド液試液 …… 261
ホルモテロールフマル酸塩 …… 1289
ホルモテロールフマル酸塩水和物 …… 1289
ボレイ …… 1588
牡蛎 …… 1588
ボレイ末 …… 1588
牡蛎末 …… 1588
ポンプスプレー剤 …… 18

マ

マイクロプレート …… 261
マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 …… 261
マイトマイシンC …… 1289
前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル …… 210, 261
前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル …… 210, 261
マオウ …… 1589
麻黄 …… 1589
マーカーたん白質，セルモロイキン分子量測定用 …… 261
マーキュロクロム …… 1291
マーキュロクロム液 …… 1292
マグネシア試液 …… 262
マグネシウム …… 262

マグネシウム標準液，原子吸光光度用……144
マグネシウム標準原液……144
マグネシウム粉末……262
マグネシウム末……262
マグノロール，成分含量測定用……262
マグノロール，定量用……262
マグノロール，薄層クロマトグラフィー用……262
マクリ……1589
マクロゴール400……1292
マクロゴール600……262
マクロゴール1500……1293
マクロゴール4000……1293
マクロゴール6000……1294
マクロゴール20000……1294
マクロゴール軟膏……1295
マシニン……1590
麻子仁……1590
麻酔用エーテル……262, 462
マニジピン塩酸塩……1295
マニジピン塩酸塩錠……1296
マプロチリン塩酸塩……1297
マラカイトグリーン……262
マラカイトグリーンシュウ酸塩……262
マルトース……262, 1298
マルトース水和物……262, 1298
マルトトリオース……262
4－(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸－*N*－
　ヒドロキシコハク酸イミドエステル……262
マレイン酸……262
マレイン酸イルソグラジン……262, 421
マレイン酸イルソグラジン，定量用……262
マレイン酸イルソグラジン細粒……421
マレイン酸イルソグラジン錠……422
マレイン酸エナラプリル……262, 467
マレイン酸エナラプリル錠……468
マレイン酸エルゴメトリン……488
マレイン酸エルゴメトリン錠……489
マレイン酸エルゴメトリン注射液……490
マレイン酸クロルフェニラミン……262, 613
d－マレイン酸クロルフェニラミン……617
マレイン酸クロルフェニラミン散……614
マレイン酸クロルフェニラミン錠……615
マレイン酸クロルフェニラミン注射液……616
マレイン酸チモロール……888
マレイン酸トリメブチン……969
マレイン酸フルボキサミン……1173
マレイン酸フルボキサミン錠……1174
マレイン酸プロクロルペラジン……1195
マレイン酸プロクロルペラジン錠……1196
マレイン酸ペルフェナジン……1259
マレイン酸ペルフェナジン，定量用……262
マレイン酸ペルフェナジン錠……1260
マレイン酸メチルエルゴメトリン……1321
マレイン酸メチルエルゴメトリン，定量用……262
マレイン酸メチルエルゴメトリン錠……1322
マレイン酸レボメプロマジン……1430
マロン酸ジメチル……262
D－マンニット……1299
D－マンニット注射液……1300
D－マンニトール……262, 1299
D－マンニトール注射液……1300
D－マンノサミン塩酸塩……262
D－マンノース……262

ミ

ミオグロビン……262
ミグレニン……1300
ミクロノマイシン硫酸塩……1301
ミコナゾール……1302
ミコナゾール硝酸塩……262, 1302
水・メタノール標準液……144
ミゾリビン……1303
ミゾリビン錠……1304
ミツロウ……262, 1305
ミデカマイシン……1306
ミデカマイシン酢酸エステル……1306
ミノサイクリン塩酸塩……262, 1307
ミノサイクリン塩酸塩錠……1308
耳に投与する製剤……16
ミョウバン……1410
ミョウバン水……1309
ミリスチシン，薄層クロマトグラフィー用……262
ミリスチン酸イソプロピル……263
ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用……263

ム

無アルデヒドエタノール……263
無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法……2046
無菌試験法……98
無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅰ……263
無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅱ……263
無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地……263
無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル……263
無コウイ大建中湯エキス……1542
無水アミノベンジルペニシリン……380
無水亜硫酸ナトリウム……263, 359
無水アルコール……449
無水アンピシリン……380
無水エタノール……263, 449
無水エーテル……263
無水塩化第二鉄・ピリジン試液……263
無水塩化鉄(Ⅲ)・ピリジン試液……263
無水カフェイン……263, 520
無水クエン酸……564
無水コハク酸……263
無水酢酸……263

無水酢酸・ピリジン試液……263
無水酢酸ナトリウム……263
無水ジエチルエーテル……263
無水第二リン酸カルシウム……1415
無水炭酸カリウム……263
無水炭酸ナトリウム……263
無水トリフルオロ酢酸，ガスクロマトグラフィー用……263
無水乳糖……263, 1013
無水ヒドラジン，アミノ酸分析用……263
無水ピリジン……263
無水フタル酸……263
無水メタノール……263
無水硫酸銅……263
無水硫酸ナトリウム……263
無水リン酸一水素ナトリウム……263
無水リン酸一水素ナトリウム，pH測定用……263
無水リン酸水素カルシウム……1415
無水リン酸水素二ナトリウム……263
無水リン酸二水素ナトリウム……263
無ヒ素亜鉛……263
ムピロシンカルシウム　水和物……1310
ムピロシンカルシウム水和物……1310
ムピロシンカルシウム軟膏……1311
ムレキシド……263
ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬……263

メ

メキシレチン塩酸塩……1312
メキタジン……1313
メグルミン……264, 1313
メクロフェノキサート塩酸塩……1314
メコバラミン……1315
メサコニチン，純度試験用……264
メシル酸ガベキサート……523
メシル酸カモスタット……524
メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン，
　薄層クロマトグラフィー用……264
メシル酸ジヒドロエルゴタミン……702
メシル酸ジヒドロエルゴトキシン……704
メシル酸デフェロキサミン……914
メシル酸ドキサゾシン……929
メシル酸ドキサゾシン錠……929
メシル酸ナファモスタット……988
メシル酸ブロモクリプチン……1222
メシル酸ベタヒスチン……264, 1230
メシル酸ベタヒスチン，定量用……264
メシル酸ベタヒスチン錠……1231
メストラノール……1316
メタクレゾールパープル……264
メタクレゾールパープル試液……264
メタサイクリン塩酸塩……264
メタ重亜硫酸ナトリウム……264, 1101
メタ重亜硫酸ナトリウム試液……264
メダゼパム……1316
メタニルイエロー……264
メタニルイエロー試液……264
メタノール……264
メタノール，液体クロマトグラフィー用……264
メタノール，水分測定用……264
メタノール，精製……264
メタノール，無水……264
メタノール試験法……35
メタノール標準液……144
メタノール不含エタノール……264
メタノール不含エタノール(95)……264
メタリン酸……264
メタリン酸・酢酸試液……265
メタンスルホン酸……265
メタンスルホン酸カリウム……265
メタンスルホン酸試液……265
メタンスルホン酸試液，0.1mol/L……265
メタンフェタミン塩酸塩……1317
メチオニン……265
L－メチオニン……265, 1318
メチクラン……1318
メチラポン……1319
2－メチルアミノピリジン……265
2－メチルアミノピリジン，水分測定用……265
4－メチルアミノフェノール硫酸塩……265
4－メチルアミノフェノール硫酸塩試液……265
メチルイエロー……265
メチルイエロー試液……265
メチルイソブチルケトン……265
メチルエチルケトン……265
dl－メチルエフェドリン塩酸塩……265, 1320
dl－メチルエフェドリン塩酸塩，定量用……265
dl－メチルエフェドリン塩酸塩散10%……1321
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩……1321
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩，定量用……265
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠……1322
メチルエロー……265
メチルエロー試液……265
メチルオレンジ……265
メチルオレンジ・キシレンシアノールFF試液……265
メチルオレンジ・ホウ酸試液……265
メチルオレンジ試液……265
メチルクロルフェニルイソキサゾリル
　ペニシリンナトリウム……593
メチルジクロロフェニルイソキサゾリル
　ペニシリンナトリウム……679
メチルジゴキシン……1323
メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用……265
メチルセルロース……1324
メチルセロソルブ……265
メチルチモールブルー……265
メチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬……265
メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬……265

メチルテストステロン …… 265, 1326
メチルテストステロン錠 …… 1326
1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－
　チオラートナトリウム …… 265
1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－
　チオラートナトリウム二水和物 …… 265
1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール …… 265
1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール，
　液体クロマトグラフィー用 …… 266
メチルドパ …… 266, 1327
メチルドパ，定量用 …… 266
メチルドパ錠 …… 1328
メチルドパ水和物 …… 266, 1327
メチルドパ水和物，定量用 …… 266
2－メチル－5－ニトロイミダゾール，
　薄層クロマトグラフィー用 …… 266
N－メチルピロリジン …… 266
3－メチル－1－フェニル－5－ピラゾロン …… 266
3－メチル－1－ブタノール …… 266
メチルプレドニゾロン …… 266, 1329
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル …… 1330
2－メチル－1－プロパノール …… 266
メチルベナクチジウム臭化物 …… 1331
D－(＋)－α－メチルベンジルアミン …… 266
4－メチル－2－ペンタノン …… 266
4－メチルペンタン－2－オール …… 266
3－*O*－メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用 …… 266
メチル硫酸ネオスチグミン …… 1017
メチル硫酸ネオスチグミン注射液 …… 1018
メチルレッド …… 266
メチルレッド・メチレンブルー試液 …… 266
メチルレッド試液 …… 266
メチルレッド試液，希 …… 266
メチルレッド試液，酸又はアルカリ試験用 …… 266
メチルロザニリン塩化物 …… 1331
N,N′－メチレンビスアクリルアミド …… 267
メチレンブルー …… 267
メチレンブルー・硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 …… 267
メチレンブルー試液 …… 267
滅菌精製水 …… 267, 737
滅菌精製水(容器入り) …… 737
滅菌法及び無菌操作法 …… 128
メテノロンエナント酸エステル …… 267, 1332
メテノロンエナント酸エステル，定量用 …… 267
メテノロンエナント酸エステル注射液 …… 1332
メテノロン酢酸エステル …… 1333
メトキサレン …… 1334
2－メトキシエタノール …… 267
(*E*)－2－メトキシシンナムアルデヒド，
　薄層クロマトグラフィー用 …… 267
1－メトキシ－2－プロパノール …… 267
4－メトキシベンズアルデヒド …… 267
4－メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 …… 267
4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・
　エタノール試液，噴霧用 …… 267
4－メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 …… 267
2－メトキシ－4－メチルフェノール …… 267
メトクロプラミド …… 1334
メトクロプラミド，定量用 …… 268
メトクロプラミド錠 …… 1335
メトトレキサート …… 268, 1336
メトトレキサートカプセル …… 1336
メトプロロール酒石酸塩 …… 1337
メトプロロール酒石酸塩，定量用 …… 268
メトプロロール酒石酸塩錠 …… 1338
メトホルミン塩酸塩 …… 1339
メトホルミン塩酸塩，定量用 …… 268
メトホルミン塩酸塩錠 …… 1340
メトロニダゾール …… 268, 1340
メトロニダゾール，定量用 …… 268
メトロニダゾール錠 …… 1341
メナテトレノン …… 1342
目に投与する製剤 …… 15
メピチオスタン …… 1343
メピバカイン塩酸塩 …… 1344
メピバカイン塩酸塩，定量用 …… 268
メピバカイン塩酸塩注射液 …… 1345
メピリゾール …… 473
メフェナム酸 …… 1345
メフルシド …… 1346
メフルシド，定量用 …… 268
メフルシド錠 …… 1347
メフロキン塩酸塩 …… 268, 1347
メペンゾラート臭化物 …… 1348
メベンダゾール …… 268
2－メルカプトエタノール …… 268
メルカプトエタンスルホン酸 …… 268
メルカプト酢酸 …… 268
メルカプトプリン …… 268, 1349
メルカプトプリン水和物 …… 268, 1349
メルファラン …… 1350
メルブロミン …… 1291
メルブロミン液 …… 1292
メロペネム　三水和物 …… 1350
メロペネム水和物 …… 1350
綿実油 …… 268
メントール …… 269
dl－メントール …… 1352
l－メントール …… 1352
l－メントール，定量用 …… 269

モ

木クレオソート …… 588
モクツウ …… 1590
木通 …… 1590
モサプリドクエン酸塩散 …… 1354

モサプリドクエン酸塩錠 …… 1355
モサプリドクエン酸塩水和物 …… 1353
モサプリドクエン酸塩水和物，定量用 …… 269
モッコウ …… 1590
木香 …… 1590
没食子酸 …… 269
没食子酸一水和物 …… 269
モノエタノールアミン …… 269
モノステアリン酸アルミニウム …… 1356
モノステアリン酸グリセリン …… 1357
モヒアト注射液 …… 1360
モリブデン酸アンモニウム …… 269
モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 …… 269
モリブデン酸アンモニウム試液 …… 269
モリブデン酸ナトリウム …… 269
モリブデン(VI)酸二ナトリウム二水和物 …… 269
モルヒネ・アトロピン注射液 …… 1360
モルヒネ塩酸塩 …… 1357
モルヒネ塩酸塩錠 …… 1358
モルヒネ塩酸塩水和物 …… 269, 1357
モルヒネ塩酸塩水和物，定量用 …… 269
モルヒネ塩酸塩注射液 …… 1359
3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸 …… 269
3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，
0.02mol/L，pH7.0 …… 269
3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，
0.02mol/L，pH8.0 …… 269
3－(*N*－モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，
0.1mol/L，pH7.0 …… 269

ヤ

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体 …… 269
ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体試液 …… 269
焼ミョウバン …… 1410
ヤクチ …… 1591
益智 …… 1591
ヤクモソウ …… 1591
益母草 …… 1591
薬用石ケン …… 1361
薬用炭 …… 1361
ヤシ油 …… 1362
椰子油 …… 1362

ユ

有機体炭素試験法 …… 68
ユウタン …… 1591
熊胆 …… 1591
融点測定法 …… 69
誘導結合プラズマ発光分光分析法 …… 1976
輸液剤 …… 14
輸液用ゴム栓試験法 …… 127
ユーカリ油 …… 1362
輸血用クエン酸ナトリウム注射液 …… 566
油脂試験法 …… 35
ユビキノン－9 …… 269
ユビデカレノン …… 1363

ヨ

ヨウ化亜鉛デンプン紙 …… 283
ヨウ化亜鉛デンプン試液 …… 269
溶解アセチレン …… 269
溶解錠 …… 10
ヨウ化イソプロピル，定量用 …… 269
ヨウ化エコチオパート …… 442
ヨウ化エコチオフェイト …… 442
ヨウ化エチル …… 270
ヨウ化オキサピウム …… 497
ヨウ化カリウム …… 270, 1363
ヨウ化カリウム，定量用 …… 270
ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液 …… 270
ヨウ化カリウム試液 …… 270
ヨウ化カリウム試液，濃 …… 270
ヨウ化カリウム試液，飽和 …… 270
ヨウ化カリウムデンプン紙 …… 283
ヨウ化カリウムデンプン試液 …… 270
ヨウ化水素酸 …… 270
ヨウ化ナトリウム …… 1364
ヨウ化ナトリウム(^{123}I)カプセル …… 1365
ヨウ化ナトリウム(^{131}I)液 …… 1365
ヨウ化ナトリウム(^{131}I)カプセル …… 1365
ヨウ化ビスマスカリウム試液 …… 270
ヨウ化人血清アルブミン(^{131}I)注射液 …… 1365
ヨウ化ヒプル酸ナトリウム(^{131}I)注射液 …… 1365
ヨウ化メチル …… 270
ヨウ化メチル，定量用 …… 270
陽極液A，水分測定用 …… 270
葉酸 …… 270, 1365
葉酸錠 …… 1366
葉酸注射液 …… 1367
溶出試験第1液 …… 270
溶出試験第2液 …… 270
溶出試験法 …… 117
溶性デンプン …… 270
溶性デンプン試液 …… 270
ヨウ素 …… 270, 1367
ヨウ素，定量用 …… 270
ヨウ素・デンプン試液 …… 270
0.002mol/Lヨウ素液 …… 141
0.005mol/Lヨウ素液 …… 141
0.01mol/Lヨウ素液 …… 141
0.05mol/Lヨウ素液 …… 141
ヨウ素酸カリウム …… 270
ヨウ素酸カリウム(標準試薬) …… 270
0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液 …… 141
1／60 mol/Lヨウ素酸カリウム液 …… 141

1／1200 mol/Lヨウ素酸カリウム液 …… 141
ヨウ素酸カリウムデンプン紙 …… 283
ヨウ素試液 …… 270
ヨウ素試液，0.0002mol/L …… 270
ヨウ素試液，0.5mol/L …… 270
ヨウ素試液，希 …… 270
容量分析用標準液 …… 132
容量分析用硫酸亜鉛 …… 270
ヨクイニン …… 1592
薏苡仁 …… 1592
ヨクイニン末 …… 1592
薏苡仁末 …… 1592
ヨーダミド …… 1368
ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液 …… 1368
ヨード・サリチル酸・フェノール精 …… 1372
5－ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用 …… 270
ヨードエタン …… 270
ヨードチンキ …… 1369
ヨードホルム …… 1373
ヨードメタン …… 270
ヨードメタン，定量用 …… 270
四塩化炭素 …… 192
4級アルキルアミノ化スチレン－ジビニルベンゼン
共重合体，液体クロマトグラフィー用 …… 280
四シュウ酸カリウム，pH測定用 …… 271
四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 …… 283
四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液，pH8.0 …… 271
四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 …… 271
四ホウ酸ナトリウム十水和物 …… 271
四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH測定用 …… 271

ラ

ライセート試液 …… 271
ライセート試薬 …… 271
ライネッケ塩 …… 271
ライネッケ塩一水和物 …… 271
ライネッケ塩試液 …… 271
ラウリル硫酸ナトリウム …… 271, 1374
0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液 …… 141
ラウリル硫酸ナトリウム試液 …… 271
ラウリル硫酸ナトリウム試液，0.2% …… 271
ラウロマクロゴール …… 271, 1374
酪酸ヒドロコルチゾン …… 1079
酪酸リボフラビン …… 1406
ラクツロース …… 1375
α－ラクトアルブミン …… 271
β－ラクトグロブリン …… 271
ラクトビオン酸 …… 271
ラクトビオン酸エリスロマイシン …… 484
ラタモキセフナトリウム …… 1375
ラッカセイ油 …… 271, 1377
落花生油 …… 1377
ラナトシドC …… 1377
ラナトシドC錠 …… 1378
ラニチジン塩酸塩 …… 1379
ラニチジンジアミン …… 271
ラニーニッケル，触媒用 …… 271
ラベタロール塩酸塩 …… 271, 1381
ラベタロール塩酸塩，定量用 …… 271
ラベタロール塩酸塩錠 …… 1382
ラベプラゾールナトリウム …… 1383
L－ラムノース一水和物 …… 271
LAL試液 …… 271
LAL試薬 …… 271
ランタン－アリザリンコンプレキソン試液 …… 271

リ

リオチロニンナトリウム …… 271, 1384
リオチロニンナトリウム，
薄層クロマトグラフィー用 …… 271
リオチロニンナトリウム錠 …… 1385
力価測定用培地，テセロイキン用 …… 272
リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用 …… 272
(Z)－リグスチリド，薄層クロマトグラフィー用 …… 272
リシノプリル …… 272, 1386
リシノプリル，定量用 …… 272
リシノプリル錠 …… 1387
リシノプリル水和物 …… 272, 1386
リシノプリル水和物，定量用 …… 272
リジルエンドペプチダーゼ …… 272
L－リシン塩酸塩 …… 272, 1388
L－リジン塩酸塩 …… 272, 1388
L－リシン酢酸塩 …… 1389
L－リジン酢酸塩 …… 1389
リスペリドン …… 1390
リスペリドン，定量用 …… 272
リスペリドン細粒 …… 1391
リスペリドン錠 …… 1392
リスペリドン内服液 …… 1393
リセドロン酸ナトリウム錠 …… 1396
リセドロン酸ナトリウム水和物 …… 1394
リゾチーム塩酸塩 …… 1397
リゾチーム塩酸塩用基質試液 …… 272
六君子湯エキス …… 1592
リドカイン …… 1398
リドカイン，定量用 …… 272
リドカイン注射液 …… 1398
リトコール酸，薄層クロマトグラフィー用 …… 272
リトドリン塩酸塩 …… 272, 1399
リトドリン塩酸塩錠 …… 1400
リトマス紙，青色 …… 283
リトマス紙，赤色 …… 283
リニメント剤 …… 18
リファンピシン …… 1401
リファンピシンカプセル …… 1402
リボスタマイシン硫酸塩 …… 1404

リボフラビン …… 272, 1405
リボフラビン散 …… 1405
リボフラビン酪酸エステル …… 1406
リボフラビンリン酸エステルナトリウム …… 272, 1407
リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液 …… 1408
リマプロスト　アルファデクス …… 1408
リマプロストアルファデクス …… 1408
リモナーデ剤 …… 11
リモニン，薄層クロマトグラフィー用 …… 272
リモネン …… 272
流エキス剤 …… 21
硫化アンモニウム試液 …… 272
硫化水素 …… 272
硫化水素試液 …… 272
硫化鉄 …… 272
硫化鉄(Ⅱ) …… 272
硫化ナトリウム …… 273
硫化ナトリウム九水和物 …… 273
硫化ナトリウム試液 …… 273
リュウガンニク …… 1594
竜眼肉 …… 1594
リュウコツ …… 1594
竜骨 …… 1594
リュウコツ末 …… 1595
竜骨末 …… 1595
硫酸 …… 273
0.0005mol/L硫酸 …… 142
0.005mol/L硫酸 …… 142
0.01mol/L硫酸 …… 142
0.025mol/L硫酸 …… 142
0.05mol/L硫酸 …… 142
0.1mol/L硫酸 …… 142
0.25mol/L硫酸 …… 141
0.5mol/L硫酸 …… 141
硫酸，希 …… 273
硫酸，精製 …… 273
硫酸，発煙 …… 273
硫酸，硫酸呈色物用 …… 273
硫酸・エタノール試液 …… 273
硫酸・水酸化ナトリウム試液 …… 273
硫酸・ヘキサン・メタノール試液 …… 273
硫酸・メタノール試液 …… 273
硫酸・メタノール試液，0.05mol/L …… 273
硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 …… 273
硫酸亜鉛 …… 273, 1409
硫酸亜鉛，容量分析用 …… 273
0.02mol/L硫酸亜鉛液 …… 142
0.1mol/L硫酸亜鉛液 …… 142
硫酸亜鉛試液 …… 273
硫酸亜鉛水和物 …… 1409
硫酸亜鉛点眼液 …… 1410
硫酸亜鉛七水和物 …… 273
硫酸アトロピン …… 273, 324
硫酸アトロピン，定量用 …… 273
硫酸アトロピン，薄層クロマトグラフィー用 …… 273
硫酸アトロピン注射液 …… 325
硫酸アミカシン …… 338
硫酸アミカシン注射液 …… 339
硫酸4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン …… 273
硫酸4－アミノ－*N,N*－ジエチルアニリン試液 …… 273
硫酸アルベカシン …… 368
硫酸アルベカシン注射液 …… 370
硫酸アルミニウムカリウム …… 273, 1410
硫酸アルミニウムカリウム水和物 …… 1410
硫酸アンモニウム …… 273
硫酸アンモニウム緩衝液 …… 273
0.02mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液 …… 142
0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)液 …… 142
硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物 …… 273
0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)液 …… 142
硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液 …… 273
硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，希 …… 273
硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，酸性 …… 273
硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物 …… 273
硫酸イセパマイシン …… 395
硫酸イセパマイシン注射液 …… 396
硫酸塩試験法 …… 37
硫酸エンビオマイシン …… 495
硫酸オルシプレナリン …… 513
硫酸カナマイシン …… 273, 520
硫酸カリウム …… 273, 1411
硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 …… 273
硫酸カリウム試液 …… 273
硫酸キニジン …… 273, 556
硫酸キニーネ …… 273, 559
硫酸グアネチジン …… 563
硫酸ゲンタマイシン …… 636
硫酸ゲンタマイシン点眼液 …… 638
硫酸コリスチン …… 646
硫酸サルブタモール …… 661
硫酸試液 …… 273
硫酸試液，0.05mol/L …… 273
硫酸試液，0.25mol/L …… 273
硫酸試液，0.5mol/L …… 273
硫酸試液，1mol/L …… 273
硫酸試液，2mol/L …… 273
硫酸試液，5mol/L …… 273
硫酸ジベカシン …… 273, 714
硫酸ジベカシン点眼液 …… 714
硫酸水素カリウム …… 273
硫酸水素テトラブチルアンモニウム …… 273
硫酸ストレプトマイシン …… 746
硫酸セフピロム …… 824
硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物 …… 273
硫酸第一鉄 …… 273
硫酸第一鉄アンモニウム …… 273
0.02mol/L硫酸第一鉄アンモニウム液 …… 142
0.1mol/L硫酸第一鉄アンモニウム液 …… 142

硫酸第一鉄試液 …… 273
硫酸第二セリウムアンモニウム …… 273
硫酸第二セリウムアンモニウム・リン酸試液 …… 273
0.01mol/L硫酸第二セリウムアンモニウム液 …… 142
0.1mol/L硫酸第二セリウムアンモニウム液 …… 142
硫酸第二セリウムアンモニウム試液 …… 273
硫酸第二鉄 …… 274
硫酸第二鉄アンモニウム …… 274
0.1mol/L硫酸第二鉄アンモニウム液 …… 142
硫酸第二鉄アンモニウム試液 …… 274
硫酸第二鉄アンモニウム試液，希 …… 274
硫酸第二鉄試液 …… 274
硫酸呈色物試験法 …… 37
硫酸呈色物用硫酸 …… 274
硫酸鉄 …… **1411**
硫酸鉄(Ⅱ)試液 …… 274
硫酸鉄(Ⅱ)七水和物 …… 274
硫酸鉄(Ⅲ)試液 …… 274
硫酸鉄(Ⅲ)*n*水和物 …… 274
硫酸鉄水和物 …… **1411**
硫酸テルブタリン …… **922**
硫酸銅 …… 274
硫酸銅(Ⅱ) …… 274
硫酸銅，無水 …… 274
硫酸銅・ピリジン試液 …… 274
硫酸銅(Ⅱ)・ピリジン試液 …… 274
硫酸銅(Ⅱ)五水和物 …… 274
硫酸銅試液 …… 274
硫酸銅(Ⅱ)試液 …… 274
硫酸銅試液，アルカリ性 …… 274
硫酸銅(Ⅱ)試液，アルカリ性 …… 274
硫酸銅の色の比較原液 …… 145
硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液 …… 145
硫酸ナトリウム …… 274
硫酸ナトリウム，無水 …… 274
硫酸ナトリウム十水和物 …… 274
硫酸ニッケル(Ⅱ)アンモニウム六水和物 …… 274
硫酸ニッケルアンモニウム …… 274
硫酸ネオマイシン …… **1147**
硫酸バメタン …… 274, **1035**
硫酸バリウム …… **1412**
硫酸ヒドラジニウム …… 274
硫酸ヒドラジニウム試液 …… 274
硫酸ヒドラジン …… 274
硫酸ビンクリスチン …… 274, **1104**
硫酸ビンブラスチン …… 274, **1106**
硫酸フラジオマイシン …… **1147**
硫酸ブレオマイシン …… **1181**
硫酸プロタミン …… **1201**
硫酸プロタミン注射液 …… **1201**
硫酸ベカナマイシン …… 274, **1225**
硫酸ペプロマイシン …… **1250**
硫酸ペンブトロール …… **1273**
硫酸ポリミキシンB …… **1287**
硫酸マグネシウム …… 274, **1412**
硫酸マグネシウム試液 …… 274
硫酸マグネシウム水 …… **1413**
硫酸マグネシウム水和物 …… **1412**
硫酸マグネシウム注射液 …… **1413**
硫酸マグネシウム七水和物 …… 274
硫酸ミクロノマイシン …… **1301**
硫酸4－メチルアミノフェノール …… 274
硫酸*p*－メチルアミノフェノール …… 274
硫酸4－メチルアミノフェノール試液 …… 274
硫酸*p*－メチルアミノフェノール試液 …… 274
硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)・リン酸試液 …… 274
0.01mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液 …… 143
0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液 …… 143
硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)試液 …… 274
硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)二水和物 …… 274
硫酸リチウム …… 274
硫酸リチウム一水和物 …… 274
硫酸リボスタマイシン …… **1404**
粒子密度測定用校正球 …… 284
リュウタン …… **1595**
竜胆 …… **1595**
リュウタン末 …… **1596**
竜胆末 …… **1596**
流動パラフィン …… 274, **1039**
粒度測定法 …… 75
リョウキョウ …… **1596**
良姜 …… **1596**
苓桂朮甘湯エキス …… **1596**
両性担体液，pH3～10用 …… 274
両性担体液，pH6～9用 …… 274
両性担体液，pH8～10.5用 …… 274
リンゲル液 …… **1413**
リンゴ酸クレボプリド …… **591**
リンコフィリン，成分含量測定用 …… 274
リンコフィリン，定量用 …… 274
リンコフィリン，薄層クロマトグラフィー用 …… 275
リンコマイシン塩酸塩 …… **1414**
リンコマイシン塩酸塩水和物 …… **1414**
リンコマイシン塩酸塩注射液 …… **1415**
リン酸 …… 275
リン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液，pH2.0 …… 275
リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液，pH2.3 …… 275
リン酸一水素カリウム …… 275
リン酸一水素カリウム・クエン酸緩衝液，pH5.3 …… 275
リン酸一水素カリウム試液，1mol/L，緩衝液用 …… 275
リン酸一水素ナトリウム …… 275
リン酸一水素ナトリウム，無水 …… 275
リン酸一水素ナトリウム，無水，pH測定用 …… 275
リン酸一水素ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH5.4 …… 275
リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH4.5 …… 275
リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.0 …… 275
リン酸一水素ナトリウム試液 …… 275
リン酸一水素ナトリウム試液，0.05mol/L …… 275

リン酸一水素ナトリウム試液，0.5mol/L ……275
リン酸塩pH標準液 ……144
リン酸塩緩衝液，0.01mol/L，pH6.8 ……275
リン酸塩緩衝液，0.02mol/L，pH3.0 ……275
リン酸塩緩衝液，0.02mol/L，pH3.5 ……275
リン酸塩緩衝液，0.02mol/L，pH8.0 ……275
リン酸塩緩衝液，0.03mol/L，pH7.5 ……275
リン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH3.5 ……275
リン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH6.0 ……275
リン酸塩緩衝液，0.05mol/L，pH7.0 ……275
リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH4.5 ……276
リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH5.3 ……276
リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH6.8 ……276
リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH7.0 ……276
リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0 ……276
リン酸塩緩衝液，0.1mol/L，pH8.0，抗生物質用 ……276
リン酸塩緩衝液，0.2mol/L，pH10.5 ……276
リン酸塩緩衝液，1/15mol/L，pH5.6 ……276
リン酸塩緩衝液，pH3.0 ……276
リン酸塩緩衝液，pH3.1 ……276
リン酸塩緩衝液，pH5.9 ……276
リン酸塩緩衝液，pH6.0 ……276
リン酸塩緩衝液，pH6.2 ……276
リン酸塩緩衝液，pH6.5 ……276
リン酸塩緩衝液，pH6.5，抗生物質用 ……276
リン酸塩緩衝液，pH6.8 ……276
リン酸塩緩衝液，pH7.0 ……276
リン酸塩緩衝液，pH7.2 ……276
リン酸塩緩衝液，pH7.4 ……276
リン酸塩緩衝液，pH8.0 ……276
リン酸塩緩衝液，pH12 ……276
リン酸塩緩衝液，サイコ成分含量測定用 ……275
リン酸塩緩衝液，サイコ定量用 ……275
リン酸塩緩衝液，パンクレアチン用 ……275
リン酸塩緩衝液，ブシ用 ……275
リン酸塩緩衝液，マイクロプレート洗浄用 ……275
リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液，0.01mol/L，
　pH7.4 ……276
リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ……276
リン酸塩試液 ……276
リン酸クリンダマイシン ……583
リン酸クリンダマイシン注射液 ……584
リン酸コデイン ……640
リン酸コデイン，定量用 ……276
リン酸コデイン散1% ……641
リン酸コデイン散10% ……642
リン酸コデイン錠 ……642
リン酸三ナトリウム十二水和物 ……276
リン酸ジヒドロコデイン ……705
リン酸ジヒドロコデイン，定量用 ……276
リン酸ジヒドロコデイン散1% ……706
リン酸ジヒドロコデイン散10% ……706
リン酸ジメモルファン ……717
リン酸水素アンモニウムナトリウム ……276
リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 ……276
リン酸水素カルシウム ……1416
リン酸水素カルシウム水和物 ……1416
リン酸水素ナトリウム ……1416
リン酸水素ナトリウム水和物 ……1416
リン酸水素二アンモニウム ……276
リン酸水素二カリウム ……276
リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液，pH5.3 ……276
リン酸水素二カリウム試液，1mol/L，緩衝液用 ……276
リン酸水素二ナトリウム，pH測定用 ……276
リン酸水素二ナトリウム，無水 ……276
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH3.0 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH5.4 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，
　0.05mol/L，pH6.0 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH3.0 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH4.5 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH5.0 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH5.4 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.0 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH7.2 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH7.5 ……277
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，
　ペニシリウム由来β－ガラクトシダーゼ用，pH4.5 ……277
リン酸水素二ナトリウム試液 ……277
リン酸水素二ナトリウム試液，0.05mol/L ……277
リン酸水素二ナトリウム試液，0.5mol/L ……277
リン酸水素二ナトリウム十二水和物 ……277
リン酸テトラブチルアンモニウム ……277
リン酸トリクロルエチルナトリウム ……957
リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ ……958
リン酸トリス(4－*t*－ブチルフェニル) ……277
リン酸ナトリウム ……277, 1416
リン酸ナトリウム緩衝液，0.1mol/L，pH7.0 ……277
リン酸ナトリウム試液 ……277
リン酸二水素アンモニウム ……277
リン酸二水素アンモニウム試液，0.02mol/L ……277
リン酸二水素カリウム ……277
リン酸二水素カリウム，pH測定用 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.01mol/L，pH4.0 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.02mol/L ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.05mol/L ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.05mol/L，pH3.0 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.05mol/L，pH4.7 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.1mol/L ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.1mol/L，pH2.0 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.2mol/L ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.2mol/L，緩衝液用 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.25mol/L，pH3.5 ……277
リン酸二水素カリウム試液，0.33mol/L ……277
リン酸二水素カルシウム ……1417
リン酸二水素カルシウム水和物 ……1417
リン酸二水素ナトリウム ……277
リン酸二水素ナトリウム，無水 ……277

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05mol/L……277
リン酸二水素ナトリウム試液，0.05mol/L，pH2.6……278
リン酸二水素ナトリウム試液，0.05mol/L，pH3.0……278
リン酸二水素ナトリウム試液，0.1mol/L……278
リン酸二水素ナトリウム試液，0.1mol/L，pH3.0……278
リン酸二水素ナトリウム試液，2mol/L……278
リン酸二水素ナトリウム試液，pH2.2……278
リン酸二水素ナトリウム試液，pH2.5……278
リン酸二水素ナトリウム二水和物……277
リン酸ヒドロコデイン……705
リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム……1079
リン酸ピペラジン……1089
リン酸ピペラジン錠……1090
リン酸標準液……144
リン酸プレドニゾロンナトリウム……1188
リン酸ベタメタゾンナトリウム……1239
リン酸リボフラビン……1407
リン酸リボフラビン注射液……1408
リン酸リボフラビンナトリウム……278, 1407
リン酸リボフラビンナトリウム注射液……1408
リンタングステン酸……278
リンタングステン酸試液……278
リンタングステン酸*n*水和物……278
リンモリブデン酸……278
リンモリブデン酸*n*水和物……278

ル

ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用……278

レ

レイン，薄層クロマトグラフィー用……278
レーザー回折法による粒子径測定法……1984
レザズリン……278
レジブフォゲニン，成分含量測定用……278
レジブフォゲニン，定量用……278
レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用……278
レセルピン……1418
レセルピン散……1419
レセルピン散0.1%……1419
レセルピン錠……1419
レセルピン注射液……1420
レソルシノール……279
レソルシノール・硫酸試液……279
レソルシノール試液……279
レゾルシン……279
レゾルシン試液……279
レゾルシン硫酸試液……279
レチノール酢酸エステル……1420
レチノールパルミチン酸エステル……1421
レナンピシリン塩酸塩……1421
レバミピド……1423
レバミピド，定量用……279
レバミピド錠……1424
レバロルファン酒石酸塩……1425
レバロルファン酒石酸塩，定量用……279
レバロルファン酒石酸塩注射液……1426
レボチロキシンナトリウム……279, 1427
レボチロキシンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用……279
レボチロキシンナトリウム錠……1427
レボチロキシンナトリウム水和物……279, 1427
レボチロキシンナトリウム水和物，
薄層クロマトグラフィー用……279
レボドパ……1428
レボフロキサシン……1429
レボフロキサシン水和物……1429
レボメプロマジンマレイン酸塩……1430
レンギョウ……1598
連翹……1598
レンニク……1598
蓮肉……1598

ロ

ロイコボリンカルシウム……1286
ロイコマイシン……551
ロイコマイシン酢酸エステル……552
ロイコマイシン酒石酸塩……553
L－ロイシン……279, 1431
L－ロイシン，定量用……279
ロカイ……1447
ロカイ末……1448
ロガニン，成分含量測定用……279
ロガニン，定量用……279
ロガニン，薄層クロマトグラフィー用……279
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩……279, 1431
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル……1432
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放錠……1433
ロキシスロマイシン……1435
ロキソプロフェンナトリウム……1436
ロキソプロフェンナトリウム水和物……1436
ロキタマイシン……1437
ロキタマイシン錠……1438
ロサルタンカリウム……1439
ろ紙……283
ろ紙，定量分析用……283
ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，るつぼ等……283
ローション剤……18
ロジン……1599
ローズベンガル……279
ローズベンガル試液……279
ロスマリン酸，成分含量測定用……279
ロスマリン酸，定量用……279
ロスマリン酸，薄層クロマトグラフィー用……279
ロック・リンゲル試液……280
ロートエキス……1600
ロートエキス・アネスタミン散……1601

ロートエキス・カーボン散 …… 1602
ロートエキス・タンニン坐剤 …… 1602
ロートエキス・パパベリン・アネスタミン散 …… 1603
ロートエキス散 …… 1600
ロートコン …… 1599
ロバスタチン …… 280
ローヤルゼリー …… 1603
ロラゼパム …… 1440

ワ

ワイル病秋やみ混合ワクチン …… 1441
ワセリン …… 280
ワルファリンカリウム …… 1442
ワルファリンカリウム，定量用 …… 280
ワルファリンカリウム錠 …… 1443

INDEX

A

Absorptive Ointment ……578
Acacia ……1446
Acebutolol Hydrochloride ……314
Aceglutamide Aluminum ……308
Acemetacin ……315
　Capsules ……315
　Tablets ……316
Acetaminophen ……312
Acetazolamide ……310
Acetic Acid ……651
Acetohexamide ……313
Acetylcholine Chloride for Injection ……310
Acetylcysteine ……311
Achyranthes Root ……1492
Aciclovir ……296
　for Syrup ……298
　Injection ……298
　Syrup ……297
Aclarubicin Hydrochloride ……290
Acrinol and Zinc Oxide Oil ……292
　and Zinc Oxide Ointment ……292
　Hydrate ……291
Actinomycin D ……289
Adrenaline ……322
　Injection ……323
　Solution ……323
Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use ……711
　Diphtheria-Purified Pertussis-Tetanus
　　Combined Vaccine ……1095
　Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid ……712
　Habu-venom Toxoid ……1034
　Hepatitis B Vaccine ……1057
　Purified Pertussis Vaccine ……1095
　Tetanus Toxoid ……1030
Aerosols for Cutaneous Application ……18
Afloqualone ……328
Agar ……1477
Ajmaline ……300
　Tablets ……300
Akebia Stem ……1590
Alacepril ……355
　Tablets ……356
L-Alanine ……357
Albumin Tannate ……867
Aldioxa ……362
Alendronate Sodium Hydrate ……372
　Sodium Injection ……374
　Sodium Tablets ……373
Alimemazine Tartrate ……358
Alisma Rhizome ……1544
Allopurinol ……376
　Tablets ……376
Alminoprofen ……370
　Tablets ……371
Aloe ……1447
Alpinia Officinarum Rhizome ……1596
Alprazolam ……363
Alprenolol Hydrochloride ……364
Alprostadil ……364
　Alfadex ……367
　Injection ……365
Alum Solution ……1309
Aluminum Monostearate ……1356
　Potassium Sulfate Hydrate ……1410
　Silicate Hydrate with Silicon Dioxide ……1470
Amantadine Hydrochloride ……335
Ambenonium Chloride ……384
Amidotrizoic Acid ……340
Amikacin Sulfate ……338
　Sulfate for Injection ……339
　Sulfate Injection ……339
Aminophylline Hydrate ……343
　Injection ……344
Amiodarone Hydrochloride ……335
　Hydrochloride Tablets ……337
Amitriptyline Hydrochloride ……341
　Hydrochloride Tablets ……342
Amlexanox ……385
　Tablets ……386
Amlodipine Besilate ……347
　Besilate Tablets ……348
Ammonia Water ……385
Amobarbital ……353
　Sodium for Injection ……354
Amomum Seed ……1521
Amosulalol Hydrochloride ……351
　Hydrochloride Tablets ……352
Amoxapine ……349
Amoxicillin Capsules ……350
　Hydrate ……349
Amphotericin B ……345

B for Injection ……346
B Syrup ……346
B Tablets ……345
Ampicillin Hydrate ……381
Sodium ……383
Sodium for Injection ……384
Amyl Nitrite ……301
Anemarrhena Rhizome ……1545
Anesthetic Ether ……462
Angelica Dahurica Root ……1573
Anhydrous Ampicillin ……380
Caffeine ……520
Citric Acid ……564
Dibasic Calcium Phosphate ……1415
Ethanol ……449
Lactose ……1013
Antipyrine ……380
Apricot Kernel ……1480
Kernel Water ……1481
Aprindine Hydrochloride ……326
Hydrochloride Capsules ……327
Aralia Rhizome ……1557
Arbekacin Sulfate ……368
Sulfate Injection ……370
Areca ……1575
Argatroban Hydrate ……359
L-Arginine ……361
Hydrochloride ……361
Hydrochloride Injection ……362
Aromatic Castor Oil ……1092
Waters ……21
Arotinolol Hydrochloride ……375
Arsenic Trioxide ……669
Arsenical Paste ……325
Artemisia Capillaris Flower ……1450
Ascorbic Acid ……302
Acid Injection ……303
Acid Powder ……302
Asiasarum Root ……1501
Asparagus Tuber ……1551
L-Aspartic Acid ……305
Aspirin ……305
Aluminum ……306
Tablets ……306
Aspoxicillin Hydrate ……307
Astragalus Root ……1457
Atenolol ……319
Atorvastatin Calcium Hydrate ……320
Calcium Tablets ……321
Atractylodes Lancea Rhizome ……1537
Rhizome ……1573
Atropine Sulfate Hydrate ……324
Sulfate Injection ……325
Azathioprine ……293
Tablets ……294
Azelastine Hydrochloride ……317
Hydrochloride Granules ……318
Azithromycin Hydrate ……299
Aztreonam ……303
for Injection ……304

B

Bacampicillin Hydrochloride ……1024
Bacitracin ……1029
Baclofen ……1028
Tablets ……1028
Bakumondoto Extract ……1564
Bamethan Sulfate ……1035
Barbital ……1044
Barium Sulfate ……1412
Bear Bile ……1591
Bearberry Leaf ……1454
Beclometasone Dipropionate ……1226
Beef Tallow ……560
Bekanamycin Sulfate ……1225
Belladonna Extract ……1579
Root ……1578
Benidipine Hydrochloride ……1242
Hydrochloride Tablets ……1243
Benincasa Seed ……1551
Benserazide Hydrochloride ……1270
Bentonite ……1271
Benzalkonium Chloride ……1262
Chloride Concentrated Solution 50 ……1263
Chloride Solution ……1262
Benzbromarone ……1268
Benzethonium Chloride ……1269
Chloride Solution ……1269
Benzoic Acid ……377
Benzoin ……1449
Benzyl Alcohol ……1263
Benzoate ……379
Benzylpenicillin Benzathine Hydrate ……1266
Potassium ……1265
Potassium for Injection ……1266
Beraprost Sodium ……1255
Sodium Tablets ……1256
Berberine Chloride Hydrate ……1261
Tannate ……868
Betahistine Mesilate ……1230
Mesilate Tablets ……1231
Betamethasone ……1233
Dipropionate ……1238
Sodium Phosphate ……1239
Tablets ……1234
Valerate ……1235
Valerate and Gentamicin Sulfate Cream ……1236

Valerate and Gentamicin Sulfate Ointment ····· 1237
Betamipron ····· 1232
Betaxolol Hydrochloride ····· 1229
Bethanechol Chloride ····· 1230
Bezafibrate ····· 1227
Sustained Release Tablets ····· 1228
Bifonazole ····· 1091
Biotin ····· 1059
Biperiden Hydrochloride ····· 1090
Bisacodyl ····· 1061
Suppositories ····· 1061
Bismuth Subgallate ····· 720
Subnitrate ····· 688
Bisoprolol Fumarate ····· 1064
Fumarate Tablets ····· 1064
Bitter Cardamon ····· 1591
Orange Peel ····· 1556
Tincture ····· 1482
Bleomycin Hydrochloride ····· 1179
Sulfate ····· 1181
Boric Acid ····· 1274
Bromazepam ····· 1218
Bromhexine Hydrochloride ····· 1219
Bromocriptine Mesilate ····· 1222
Bromovalerylurea ····· 1223
Brown Rice ····· 1490
Buccal Tablets ····· 12
Bucillamine ····· 1131
Tablets ····· 1131
Bucumolol Hydrochloride ····· 1129
Bufetolol Hydrochloride ····· 1141
Buformin Hydrochloride ····· 1143
Hydrochloride Enteric-coated Tablets ····· 1144
Hydrochloride Tablets ····· 1144
Bumetanide ····· 1146
Bunazosin Hydrochloride ····· 1140
Bupleurum Root ····· 1498
Bupranolol Hydrochloride ····· 1141
Buprenorphine Hydrochloride ····· 1142
Burdock Fruit ····· 1496
Busulfan ····· 1132
Butenafine Hydrochloride ····· 1134
Hydrochloride Cream ····· 1135
Hydrochloride Solution ····· 1135
Hydrochloride Spray ····· 1136
Butropium Bromide ····· 1139
Butyl Parahydroxybenzoate ····· 1037

C

Cacao Butter ····· 515
Cadralazine ····· 517
Tablets ····· 518
Caffeine and Sodium Benzoate ····· 378
Hydrate ····· 521
Calcitonin (Salmon) ····· 529
Calcium Chloride Hydrate ····· 491
Chloride Injection ····· 492
Folinate ····· 1286
Gluconate Hydrate ····· 585
Hydroxide ····· 739
Lactate Hydrate ····· 1011
Oxide ····· 666
Pantothenate ····· 1055
Paraaminosalicylate Granules ····· 1036
Paraaminosalicylate Hydrate ····· 1035
Polystyrene Sulfonate ····· 1283
Stearate ····· 744
Calumba ····· 1497
Camellia Oil ····· 890
Camostat Mesilate ····· 524
d-Camphor ····· 547
dl-Camphor ····· 547
Candesartan Cilexetil ····· 544
Cilexetil Tablets ····· 545
Capsicum ····· 1552
and Salicylic Acid Spirit ····· 1554
Tincture ····· 1553
Capsules ····· 10, 522
Captopril ····· 522
Carbamazepine ····· 534
Carbazochrome Sodium Sulfonate Hydrate ····· 533
Carbidopa Hydrate ····· 534
L-Carbocisteine ····· 538
Carbon Dioxide ····· 1000
Cardamon ····· 1524
Carmellose ····· 538
Calcium ····· 539
Sodium ····· 539
Carmofur ····· 543
Carnauba Wax ····· 532
Carteolol Hydrochloride ····· 532
Carumonam Sodium ····· 541
Carvedilol ····· 535
Tablets ····· 536
Cassia Seed ····· 1486
Castor Oil ····· 1091
Catalpa Fruit ····· 1479
Cataplasms ····· 19
Cefaclor ····· 772
Capsules ····· 773
Compound Granules ····· 774
Fine Granules ····· 776
Cefadroxil ····· 782
Capsules ····· 783
for Syrup ····· 783
Cefalexin ····· 784
Capsules ····· 785

for Syrup ……786
Cefalotin Sodium ……787
Cefatrizine Propylene Glycolate ……780
Propylene Glycolate for Syrup ……781
Cefazolin Sodium ……777
Sodium for Injection ……779
Sodium Hydrate ……778
Cefbuperazone Sodium ……825
Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules ……805
Pivoxil Hydrochloride Hydrate ……803
Pivoxil Hydrochloride Tablets ……806
Cefdinir ……809
Capsules ……810
Fine Granules ……811
Cefditoren Pivoxil ……807
Pivoxil Fine Granules ……808
Pivoxil Tablets ……808
Cefepime Dihydrochloride for Injection ……792
Dihydrochloride Hydrate ……790
Cefixime Capsules ……789
Hydrate ……788
Cefmenoxime Hydrochloride ……830
Cefmetazole Sodium ……828
Sodium for Injection ……829
Cefminox Sodium Hydrate ……828
Cefodizime Sodium ……793
Cefoperazone Sodium ……802
Cefotaxime Sodium ……796
Cefotetan ……800
Cefotiam Hexetil Hydrochloride ……798
Hydrochloride ……797
Hydrochloride for Injection ……798
Cefozopran Hydrochloride ……794
Hydrochloride for Injection ……795
Cefpiramide Sodium ……823
Cefpirome Sulfate ……824
Cefpodoxime Proxetil ……826
Cefroxadine for Syrup ……832
Hydrate ……831
Cefsulodin Sodium ……812
Ceftazidime for Injection ……815
Hydrate ……813
Cefteram Pivoxil ……818
Pivoxil Fine Granules ……819
Pivoxil Tablets ……819
Ceftibuten Hydrate ……817
Ceftizoxime Sodium ……815
Ceftriaxone Sodium Hydrate ……821
Cefuroxime Axetil ……833
Cellacefate ……836
Cellulose, methyl ether ……1324
Celmoleukin (Genetical Recombination) ……841
Cetanol ……769
Cetirizine Hydrochloride ……769
Hydrochloride Tablets ……770
Cetraxate Hydrochloride ……771
Chenodeoxycholic Acid ……634
Chewable Tablets ……10
Chloral Hydrate ……1274
Chloramphenicol ……608
Palmitate ……609
Sodium Succinate ……609
Chlordiazepoxide ……611
Powder ……611
Tablets ……612
Chlorhexidine Gluconate Solution ……624
Hydrochloride ……624
Chlorinated Lime ……654
Chlormadinone Acetate ……625
Chlorobutanol ……626
Chlorphenesin Carbamate ……618
Carbamate Tablets ……619
Chlorpheniramine and Calcium Powder ……618
Maleate ……613
d-Chlorpheniramine Maleate ……617
Chlorpheniramine Maleate Injection ……616
Maleate Powder ……614
Maleate Tablets ……615
Chlorpromazine Hydrochloride ……622
Hydrochloride Injection ……623
Hydrochloride Tablets ……622
Chlorpropamide ……620
Tablets ……621
Cholecalciferol ……649
Cholera Vaccine ……650
Cholesterol ……650
Chotosan Extract ……1547
Chrysanthemum Flower ……1478
Cibenzoline Succinate ……715
Succinate Tablets ……715
Ciclacillin ……678
Ciclosporin ……679
Cilastatin Sodium ……730
Cilazapril Hydrate ……728
Tablets ……728
Cilostazol ……733
Tablets ……734
Cimetidine ……716
Cimicifuga Rhizome ……1526
Cinnamon Bark ……1484
Oil ……1485
Cinoxacin ……697
Capsules ……698
Cisplatin ……691
Citric Acid Hydrate ……565
Citrus Unshiu Peel ……1550
Clarithromycin ……569
Tablets ……570

Clebopride Malate ····· 591
Clemastine Fumarate ····· 592
Clematis Root ····· 1449
Clindamycin Hydrochloride ····· 582
Hydrochloride Capsules ····· 582
Phosphate ····· 583
Phosphate Injection ····· 584
Clinofibrate ····· 577
Clobetasol Propionate ····· 601
Clocapramine Hydrochloride Hydrate ····· 593
Clofedanol Hydrochloride ····· 600
Clofibrate ····· 599
Capsules ····· 600
Clomifene Citrate ····· 603
Citrate Tablets ····· 604
Clomipramine Hydrochloride ····· 605
Clonazepam ····· 597
Clonidine Hydrochloride ····· 598
Cloperastine Hydrochloride ····· 602
Clorazepate Dipotassium ····· 606
Dipotassium Capsules ····· 607
Clotiazepam ····· 596
Clotrimazole ····· 597
Clove ····· 1545
Oil ····· 1546
Cloxacillin Sodium Hydrate ····· 593
Cloxazolam ····· 594
Cnidium Monnieri Fruit ····· 1516
Rhizome ····· 1531
Cocaine Hydrochloride ····· 640
Coconut Oil ····· 1362
Cod Liver Oil ····· 548
Codeine Phosphate Hydrate ····· 640
Phosphate Powder, 1% ····· 641
Phosphate Powder, 10% ····· 642
Phosphate Tablets ····· 642
Coix Seed ····· 1592
Colchicine ····· 648
Colistin Sodium Methanesulfonate ····· 645
Sulfate ····· 646
Compound Acrinol and Zinc Oxide Oil ····· 293
Diastase and Sodium Bicarbonate Powder ····· 671
Iodine Glycerin ····· 1371
Methyl Salicylate Spirit ····· 659
Oxycodone and Atropine Injection ····· 500
Oxycodone Injection ····· 499
Phellodendron Powder for Cataplasm ····· 1461
Rhubarb and Senna Powder ····· 1541
Salicylic Acid Spirit ····· 657
Scopolia Extract and Diastase Powder ····· 1602
Thianthol and Salicylic Acid Solution ····· 877
Vitamin B Powder ····· 1066
Concentrated Glycerin ····· 576
Condurango ····· 1497
Fluidextract ····· 1498
Coptis Rhizome ····· 1462
Corn Oil ····· 928
Starch ····· 925
Cornus Fruit ····· 1509
Cortisone Acetate ····· 647
Corydalis Tuber ····· 1455
Crataegus Fruit ····· 1507
Creams ····· 19
Cresol ····· 590
Solution ····· 590
Croconazole Hydrochloride ····· 595
Croscarmellose Sodium ····· 540
Crude Glycyrrhiza Extract ····· 1476
Cyanamide ····· 673
Cyanocobalamin ····· 673
Injection ····· 674
Cyclopentolate Hydrochloride ····· 683
Cyclophosphamide Hydrate ····· 683
Cycloserine ····· 651
Cyperus Rhizome ····· 1490
Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate ····· 713
L-Cysteine ····· 689
Hydrochloride Hydrate ····· 690
Cytarabine ····· 693

D

Daiokanzoto Extract ····· 1541
Danazol ····· 854
Dantrolene Sodium Hydrate ····· 866
Daunorubicin Hydrochloride ····· 851
Deferoxamine Mesilate ····· 914
Dehydrocholic Acid ····· 912
Acid Injection ····· 913
Demethylchlortetracycline Hydrochloride ····· 916
Dental Antiformin ····· 380
Iodine Glycerin ····· 1370
Paraformaldehyde Paste ····· 1041
Phenol with Camphor ····· 1126
Triozinc Paste ····· 957
Deslanoside ····· 903
Injection ····· 904
Dexamethasone ····· 895
Dextran 40 ····· 896
40 Injection ····· 897
70 ····· 897
Sulfate Sodium Sulfur 5 ····· 898
Sulfate Sodium Sulfur 18 ····· 899
Dextrin ····· 900
Dextromethorphan Hydrobromide Hydrate ····· 900
Diagnostic Sodium Citrate Solution ····· 566
Dialysis Agents ····· 14
Diastase ····· 671

and Sodium Bicarbonate Powder ····· 671
Diazepam ····· 671
Tablets ····· 672
Dibasic Calcium Phosphate Hydrate ····· 1416
Sodium Phosphate Hydrate ····· 1416
Dibekacin Sulfate ····· 714
Sulfate Ophthalmic Solution ····· 714
Dibucaine Hydrochloride ····· 711
Diclofenac Sodium ····· 680
Diclofenamide ····· 681
Tablets ····· 682
Dicloxacillin Sodium Hydrate ····· 679
Diethylcarbamazine Citrate ····· 675
Citrate Tablets ····· 675
Difenidol Hydrochloride ····· 708
Diflucortolone Valerate ····· 712
Digenea ····· 1589
Digitoxin ····· 676
Tablets ····· 677
Digoxin ····· 684
Injection ····· 687
Tablets ····· 685
Dihydrocodeine Phosphate ····· 705
Phosphate Powder, 1% ····· 706
Phosphate Powder, 10% ····· 706
Dihydroergotamine Mesilate ····· 702
Dihydroergotoxine Mesilate ····· 704
Dilazep Hydrochloride Hydrate ····· 731
Diltiazem Hydrochloride ····· 732
Dilute Hydrochloric Acid ····· 494
Iodine Tincture ····· 1370
Diluted Opium Powder ····· 329
Dimemorfan Phosphate ····· 717
Dimenhydrinate ····· 718
Tablets ····· 719
Dimercaprol ····· 718
Injection ····· 718
Dimorpholamine ····· 720
Injection ····· 721
Dinoprost ····· 702
Dioscorea Rhizome ····· 1511
Diphenhydramine ····· 709
, Phenol and Zinc Oxide Liniment ····· 710
and Bromovalerylurea Powder ····· 710
Hydrochloride ····· 709
Tannate ····· 868
Diphtheria Toxoid ····· 711
Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid ····· 712
Dipyridamole ····· 707
Disodium Edetate Hydrate ····· 461
Disopyramide ····· 693
Dispersible Tablets ····· 10
Distigmine Bromide ····· 688
Bromide Tablets ····· 689
Disulfiram ····· 692
Dobutamine Hydrochloride ····· 948
Dolichos Seed ····· 1580
Domperidone ····· 982
Donepezil Hydrochloride ····· 943
Hydrochloride Fine Granules ····· 944
Hydrochloride Tablets ····· 945
Dopamine Hydrochloride ····· 946
Hydrochloride Injection ····· 947
Doxapram Hydrochloride Hydrate ····· 930
Doxazosin Mesilate ····· 929
Mesilate Tablets ····· 929
Doxifluridine ····· 933
Capsules ····· 933
Doxorubicin Hydrochloride ····· 934
Hydrochloride for Injection ····· 935
Doxycycline Hydrochloride Hydrate ····· 931
Dried Aluminum Hydroxide Gel ····· 738
Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules ····· 738
Aluminum Potassium Sulfate ····· 1410
Sodium Carbonate ····· 863
Sodium Sulfite ····· 359
Thyroid ····· 638
Yeast ····· 639
Droperidol ····· 980
Droxidopa ····· 975
Capsules ····· 976
Fine Granules ····· 976
Dry Powder Inhalers ····· 15
Dydrogesterone ····· 696
Tablets ····· 697

E

Ear Preparations ····· 16
Ebastine ····· 470
Orally Disintegrating Tablets ····· 472
Tablets ····· 471
Ecabet Sodium Granules ····· 441
Sodium Hydrate ····· 440
Ecothiopate Iodide ····· 442
Edrophonium Chloride ····· 466
Chloride Injection ····· 466
Effervescent Granules ····· 11
Tablets ····· 10
Elcatonin ····· 484
Eleutherococcus Senticosus Rhizome ····· 1512
Elixirs ····· 11
Emorfazone ····· 479
Tablets ····· 480
Emulsions ····· 11
Enalapril Maleate ····· 467
Maleate Tablets ····· 468
Enemas for Rectal Application ····· 17

Enflurane ····· 496
Enoxacin Hydrate ····· 469
Enviomycin Sulfate ····· 495
Eperisone Hydrochloride ····· 478
Ephedra Herb ····· 1589
Ephedrine Hydrochloride ····· 476
Hydrochloride Injection ····· 478
Hydrochloride Powder, 10% ····· 476
Hydrochloride Tablets ····· 477
Epimedium Herb ····· 1450
Epirizole ····· 473
Epirubici Hydrochloride ····· 474
Ergocalciferol ····· 487
Ergometrine Maleate ····· 488
Maleate Injection ····· 490
Maleate Tablets ····· 489
Ergotamine Tartrate ····· 488
Erythromycin ····· 481
Enteric-Coated Tablets ····· 482
Ethylsuccinate ····· 482
Lactobionate ····· 484
Stearate ····· 483
Estazolam ····· 443
Estradiol Benzoate ····· 443
Benzoate Injection ····· 444
Benzoate Injection (Aqueous Suspension) ····· 445
Estriol ····· 445
Injection (Aqueous Suspension) ····· 447
Tablets ····· 446
Etacrynic Acid ····· 447
Acid Tablets ····· 448
Ethambutol Hydrochloride ····· 451
Ethanol ····· 448
for Disinfection ····· 450
Ethenzamide ····· 463
Ether ····· 462
Ethinylestradiol ····· 456
Tablets ····· 457
Ethionamide ····· 451
Ethosuximide ····· 463
Ethyl Aminobenzoate ····· 343
L-Cysteine Hydrochloride ····· 458
Icosapentate ····· 394
Parahydroxybenzoate ····· 1037
Ethylenediamine ····· 461
Ethylmorphine Hydrochloride Hydrate ····· 459
Etidronate Disodium ····· 455
Disodium Tablets ····· 456
Etilefrine Hydrochloride ····· 459
Hydrochloride Tablets ····· 460
Etizolam ····· 452
Fine Granules ····· 453
Tablets ····· 454
Etodolac ····· 464
Etoposide ····· 465
Eucalyptus Oil ····· 1362
Eucommia Bark ····· 1560
Euodia Fruit ····· 1496
Exsiccated Gypsum ····· 1530
Extracts ····· 19

F

Famotidine ····· 1108
for Injection ····· 1111
Injection ····· 1110
Powder ····· 1108
Tablets ····· 1109
Faropenem Sodium for Syrup ····· 1114
Sodium Hydrate ····· 1112
Sodium Tablets ····· 1113
Felbinac ····· 1128
Fenbufen ····· 1129
Fennel ····· 1451
Oil ····· 1451
Fentanyl Citrate ····· 1128
Ferrous Sulfate Hydrate ····· 1411
Fexofenadine Hydrochloride ····· 1116
Flavin Adenine Dinucleotide Sodium ····· 1157
Flavoxate Hydrochloride ····· 1158
Flecainide Acetate ····· 1182
Acetate Tablets ····· 1183
Flomoxef Sodium ····· 1220
Sodium for Injection ····· 1222
Flopropione ····· 1215
Capsules ····· 1216
Fluconazole ····· 1165
Flucytosine ····· 1166
Fludiazepam ····· 1166
Fludrocortisone Acetate ····· 1171
Fluidextracts ····· 21
Flunitrazepam ····· 1172
Fluocinolone Acetonide ····· 1161
Fluocinonide ····· 1161
Fluorescein Sodium ····· 1163
Fluorometholone ····· 1164
Fluorouracil ····· 1163
Fluoxymesterone ····· 1160
Fluphenazine Enanthate ····· 1172
Flurazepam ····· 1175
Capsules ····· 1176
Hydrochloride ····· 1176
Flurbiprofen ····· 1178
Flutamide ····· 1168
Flutoprazepam ····· 1169
Tablets ····· 1170
Fluvoxamine Maleate ····· 1173
Maleate Tablets ····· 1174

Foeniculated Ammonia Spirit 1449
Folic Acid 1365
Acid Injection 1367
Acid Tablets 1366
Formalin 1288
Water 1288
Formoterol Fumarate Hydrate 1289
Forsythia Fruit 1598
Fosfomycin Calcium Hydrate 1277
Sodium 1278
Sodium for Injection 1279
Fradiomycin Sulfate 1147
Freeze-dried BCG Vaccine (for Percutaneous Use) 1062
Botulism Antitoxin, Equine 1279
Diphtheria Antitoxin, Equine 711
Habu Antivenom, Equine 1034
Inactivated Tissue Culture Rabies Vaccine 560
Japanese Encephalitis Vaccine 1009
Live Attenuated Measles Vaccine 1295
Live Attenuated Mumps Vaccine 510
Live Attenuated Rubella Vaccine 1116
Mamushi Antivenom, Equine 1298
Smallpox Vaccine 928
Smallpox Vaccine Prepared in Cell Culture 928
Tetanus Antitoxin, Equine 1030
Fritillaria Bulb 1564
Fructose 516
Injection 516
Furosemide 1198
Injection 1200
Tablets 1199
Fursultiamine Hydrochloride 1167

G

Gabexate Mesilate 523
β-Galactosidase (Aspergillus) 525
(Penicillium) 526
Gallium (^{67}Ga) Citrate Injection 565
Gambir 1445
Gardenia Fruit 1508
Gas Gangrene Antitoxin, Equine 515
Gastrodia Tuber 1551
Gefarnate 635
Gel Patches 19
Gelatin 837
Gels 19
Gentamicin Sulfate 636
Sulfate Ophthalmic Solution 638
Gentian 1486
and Sodium Bicarbonate Powder 1487
Geranium Herb 1487
Ginger 1521
Ginseng 1561
Glacial Acetic Acid 651
Glehnia Root and Rhizome 1570
Glibenclamide 578
Gliclazide 571
Glimepiride 579
Tablets 580
Glucose 1138
Injection 1139
L-Glutamic Acid 587
L-Glutamine 586
Glutathione 586
Glycerin 574
and Potash Solution 577
Glyceryl Monostearate 1357
Glycine 572
Glycyrrhiza 1474
Extract 1476
Gonadorelin Acetate 643
Goshajinkigan Extract 1492
Gramicidin 568
Granules 10
Griseofulvin 572
Tablets 574
Guaifenesin 561
Guanabenz Acetate 562
Guanethidine Sulfate 563
Gypsum 1529

H

Hachimijiogan Extract 1566
Haloperidol 1049
Fine Granules 1050
Tablets 1051
Halothane 1048
Haloxazolam 1047
Hangekobokuto Extract 1571
Hemodialysis Agents 15
Hemp Fruit 1590
Heparin Calcium 1244
Sodium 1247
Sodium Injection 1249
L-Histidine 1062
Hydrochloride Hydrate 1063
Hochuekkito Extract 1583
Homatropine Hydrobromide 1282
Homochlorcyclizine Hydrochloride 1282
Honey 1569
Houttuynia Herb 1520
Human Chorionic Gonadotrophin 766
Chorionic Gonadotrophin for Injection 768
Menopausal Gonadotrophin 765
Normal Immunoglobulin 1067
Hydralazine Hydrochloride 1067

Hydrochloride for Injection ····· 1068
Hydrochloride Powder ····· 1068
Hydrochloride Tablets ····· 1068
Hydrochloric Acid ····· 493
Acid Lemonade ····· 494
Hydrochlorothiazide ····· 1073
Hydrocortisone ····· 1075
Acetate ····· 1077
and Diphenhydramine Ointment ····· 1078
Butyrate ····· 1079
Sodium Phosphate ····· 1079
Sodium Succinate ····· 1076
Succinate ····· 1075
Hydrocotarnine Hydrochloride Hydrate ····· 1074
Hydrogenated Oil ····· 638
Hydrophilic Ointment ····· 579
Petrolatum ····· 1442
Hydrous Lanolin ····· 1380
Hydroxocobalamin Acetate ····· 1072
Hydroxypropylcellulose ····· 1070
Hydroxyzine Hydrochloride ····· 1069
Pamoate ····· 1069
Hymecromone ····· 1093
Hypromellose ····· 1082
Phthalate ····· 1084

I

Ibudilast ····· 411
Ibuprofen ····· 412
Ichthammol ····· 393
Idarubicin Hydrochloride ····· 406
Hydrochloride for Injection ····· 407
Idoxuridine ····· 408
Ophthalmic Solution ····· 408
Ifenprodil Tartrate ····· 410
Imidapril Hydrochloride ····· 415
Hydrochloride Tablets ····· 415
Imipenem and Cilastatin Sodium for Injection ····· 420
Hydrate ····· 419
Imipramine Hydrochloride ····· 417
Hydrochloride Tablets ····· 418
Immature Orange ····· 1479
Imperata Rhizome ····· 1580
Implants ····· 14
Indapamide ····· 426
Tablets ····· 427
Indenolol Hydrochloride ····· 428
Indigocarmine ····· 424
Injection ····· 424
Indium (^{111}In) Chloride Injection ····· 491
Indometacin ····· 429
Capsules ····· 430
Suppositories ····· 431
Influenza HA Vaccine ····· 432
Infusions and Decoctions ····· 20
Inhalation Solutions ····· 15
Inhalations ····· 15
Injections ····· 13
Insulin Human (Genetical Recombination) ····· 425
Iodamide ····· 1368
Iodinated (^{131}I) Human Serum Albumin Injection ····· 1365
Iodine ····· 1367
, Salicylic Acid and Phenol Spirit ····· 1372
Tincture ····· 1369
Iodoform ····· 1373
Iopamidol ····· 392
Iotalamic Acid ····· 388
Iotroxic Acid ····· 391
Ipecac ····· 1558
Syrup ····· 1559
Ipratropium Bromide Hydrate ····· 412
Ipriflavone ····· 413
Tablets ····· 414
Irsogladine Maleate ····· 421
Maleate Fine Granules ····· 421
Maleate Tablets ····· 422
Isepamicin Sulfate ····· 395
Sulfate Injection ····· 396
Isoflurane ····· 401
L-Isoleucine ····· 404
, L-Leucine and L-Valine Granules ····· 404
Isoniazid ····· 399
Injection ····· 400
Tablets ····· 400
l-Isoprenaline Hydrochloride ····· 402
Isopropanol ····· 403
Isopropylantipyrine ····· 403
Isosorbide ····· 398
Dinitrate ····· 724
Dinitrate Tablets ····· 724
Isotonic Sodium Chloride Solution ····· 768
Isoxsuprine Hydrochloride ····· 397
Hydrochloride Tablets ····· 397
Itraconazole ····· 409

J

Japanese Angelica Root ····· 1554
Encephalitis Vaccine ····· 1009
Gentian ····· 1595
Valerian ····· 1470
Jellies for Oral Administration ····· 12
Josamycin ····· 725
Propionate ····· 727
Tablets ····· 726
Jujube ····· 1543
Seed ····· 1511

Juzentaihoto Extract ····· 1517

K

Kainic Acid and Santonin Powder ····· 514
Acid Hydrate ····· 513
Kakkonto Extract ····· 1468
Kallidinogenase ····· 527
Kamishoyosan Extract ····· 1471
Kanamycin Monosulfate ····· 519
Sulfate ····· 520
Kaolin ····· 515
Keishibukuryogan Extract ····· 1483
Ketamine Hydrochloride ····· 630
Ketoconazole ····· 630
Cream ····· 632
Lotion ····· 632
Solution ····· 631
Ketoprofen ····· 633
Ketotifen Fumarate ····· 633
Kitasamycin ····· 551
Acetate ····· 552
Tartrate ····· 553
Koi ····· 1488

L

Labetalol Hydrochloride ····· 1381
Hydrochloride Tablets ····· 1382
Lactic Acid ····· 1010
L-Lactic Acid ····· 1010
Lactose Hydrate ····· 1014
Lactulose ····· 1375
Lanatoside C ····· 1377
C Tablets ····· 1378
Lard ····· 981
Latamoxef Sodium ····· 1375
Lauromacrogol ····· 1374
Lemonades ····· 11
Lenampicillin Hydrochloride ····· 1421
Leonurus Herb ····· 1591
L-Leucine ····· 1431
Levallorphan Tartrate ····· 1425
Tartrate Injection ····· 1426
Levodopa ····· 1428
Levofloxacin Hydrate ····· 1429
Levomepromazine Maleate ····· 1430
Levothyroxine Sodium Hydrate ····· 1427
Sodium Tablets ····· 1427
Lidocaine ····· 1398
Injection ····· 1398
Light Anhydrous Silicic Acid ····· 626
Liquid Paraffin ····· 1040
Lilium Bulb ····· 1572
Limaprost Alfadex ····· 1408
Lincomycin Hydrochloride Hydrate ····· 1414
Hydrochloride Injection ····· 1415
Lindera Root ····· 1453
Liniments ····· 18
Liothyronine Sodium ····· 1384
Sodium Tablets ····· 1385
Liquefied Phenol ····· 1125
Liquid Paraffin ····· 1039
Liquids and Solutions for Cutaneous Application ····· 18
and Solutions for Oral Administration ····· 11
Lisinopril Hydrate ····· 1386
Tablets ····· 1387
Lithium Carbonate ····· 864
Lithospermum Root ····· 1513
Live Oral Poliomyelitis Vaccine ····· 1283
Longan Aril ····· 1594
Longgu ····· 1594
Lonicera Leaf and Stem ····· 1563
Loquat Leaf ····· 1574
Lorazepam ····· 1440
Losartan Potassium ····· 1439
Lotions ····· 18
Low Substituted Hydroxypropylcellulose ····· 1071
Loxoprofen Sodium Hydrate ····· 1436
Lozenges ····· 12
Lycium Bark ····· 1513
Fruit ····· 1481
L-Lysine Acetate ····· 1389
Hydrochloride ····· 1388
Lysozyme Hydrochloride ····· 1397

M

Macrogol 400 ····· 1292
1500 ····· 1293
4000 ····· 1293
6000 ····· 1294
20000 ····· 1294
Ointment ····· 1295
Magnesium Carbonate ····· 864
Oxide ····· 668
Silicate ····· 629
Stearate ····· 745
Sulfate Hydrate ····· 1412
Sulfate Injection ····· 1413
Sulfate Mixture ····· 1413
Magnolia Bark ····· 1490
Flower ····· 1527
Mallotus Bark ····· 1445
Maltose Hydrate ····· 1298
Manidipine Hydrochloride ····· 1295
Hydrochloride Tablets ····· 1296
D-Mannitol ····· 1299

Injection 1300
Maprotiline Hydrochloride 1297
Meclofenoxate Hydrochloride 1314
Mecobalamin 1315
Medazepam 1316
Medicated Chewing Gums 12
Medicinal Carbon 1361
Soap 1361
Mefenamic Acid 1345
Mefloquine Hydrochloride 1347
Mefruside 1346
Tablets 1347
Meglumine 1313
Iotalamate Injection 390
Sodium Amidotrizoate Injection 340
Sodium Iodamide Injection 1368
Melphalan 1350
Menatetrenone 1342
Mentha Herb 1569
Oil 1570
Water 1570
dl-Menthol 1352
l-Menthol 1352
Mepenzolate Bromide 1348
Mepitiostane 1343
Mepivacaine Hydrochloride 1344
Hydrochloride Injection 1345
Mequitazine 1313
Mercaptopurine Hydrate 1349
Mercurochrome 1291
Solution 1292
Meropenem for Injection 1351
Hydrate 1350
Mestranol 1316
Metenolone Acetate 1333
Enanthate 1332
Enanthate Injection 1332
Metered-Dose Inhalers 15
Metformin Hydrochloride 1339
Hydrochloride Tablets 1340
Methamphetamine Hydrochloride 1317
L-Methionine 1318
Methotrexate 1336
Capsules 1336
Methoxsalen 1334
Methyl Parahydroxybenzoate 1038
Salicylate 659
Methylbenactyzium Bromide 1331
Methylcellulose 1324
Methyldopa Hydrate 1327
Tablets 1328
dl-Methylephedrine Hydrochloride 1320
Hydrochloride Powder, 10% 1321
Methylergometrine Maleate 1321
Maleate Tablets 1322
Methylprednisolone 1329
Succinate 1330
Methylrosanilinium Chloride 1331
Methyltestosterone 1326
Tablets 1326
Meticrane 1318
Metildigoxin 1323
Metoclopramide 1334
Tablets 1335
Metoprolol Tartrate 1337
Tartrate Tablets 1338
Metronidazole 1340
Tablets 1341
Metyrapone 1319
Mexiletine Hydrochloride 1312
Miconazole 1302
Nitrate 1302
Microcrystalline Cellulose 844
Micronomicin Sulfate 1301
Midecamycin 1306
Acetate 1306
Migrenin 1300
Minocycline Hydrochloride 1307
Hydrochloride for Injection 1309
Hydrochloride Tablets 1308
Mitomycin C 1289
C for Injection 1290
Mizoribine 1303
Tablets 1304
Monobasic Calcium Phosphate Hydrate 1417
Morphine and Atropine Injection 1360
Hydrochloride Hydrate 1357
Hydrochloride Injection 1359
Hydrochloride Tablets 1358
Mosapride Citrate Hydrate 1353
Citrate Powder 1354
Citrate Tablets 1355
Moutan Bark 1581
Mucoadhesive Tablets 12
Mukoi-Daikenchuto Extract 1542
Mulberry Bark 1538
Mupirocin Calcium Hydrate 1310
Calcium Ointment 1311

N

Nabumetone 989
Tablets 990
Nadolol 985
Nafamostat Mesilate 988
Nalidixic Acid 991
Naloxone Hydrochloride 992
Naphazoline and Chlorpheniramine Solution 987

Hydrochloride ……986
Nitrate ……987
Naproxen ……991
Nasal Dry Powder Inhalers ……17
Preparations ……16
Solutions ……17
Nateglinide ……983
Tablets ……984
Natural Aluminum Silicate ……628
Nelumbo Seed ……1598
Neostigmine Methylsulfate ……1017
Methylsulfate Injection ……1018
Nicardipine Hydrochloride ……993
Hydrochloride Injection ……994
Nicergoline ……1002
Powder ……1003
Tablets ……1004
Niceritrol ……1001
Nicomol ……997
Tablets ……997
Nicorandil ……998
Nicotinamide ……996
Nicotinic Acid ……995
Acid Injection ……995
Nifedipine ……1009
Nilvadipine ……1015
Tablets ……1016
Nitrazepam ……1005
Nitrendipine ……1006
Tablets ……1006
Nitrogen ……883
Nitroglycerin Tablets ……1008
Nitrous Oxide ……295
Nizatidine ……999
Capsules ……1000
Noradrenaline ……1019
Injection ……1020
Norethisterone ……1020
Norfloxacin ……1024
Norgestrel ……1021
and Ethinylestradiol Tablets ……1021
Nortriptyline Hydrochloride ……1023
Noscapine ……1018
Hydrochloride Hydrate ……1019
Notopterygium ……1479
Nuphar Rhizome ……1532
Nutmeg ……1561
Nux Vomica ……1586
Vomica Extract ……1586
Vomica Extract Powder ……1587
Vomica Tincture ……1587
Nystatin ……982

O

Ofloxacin ……510
Ointments ……18
Olive Oil ……512
Omeprazole ……511
Ophiopogon Tuber ……1564
Ophthalmic Ointments ……16
Preparations ……15
Opium Alkaloids and Atropine Injection ……331
Alkaloids and Scopolamine Injection ……332
Alkaloids Hydrochlorides ……330
Alkaloids Hydrochlorides Injection ……331
Ipecac Powder ……1445
Tincture ……329
Orally Disintegrating Tablets ……10
Orange Oil ……513
Peel Syrup ……1557
Peel Tincture ……1557
Orciprenaline Sulfate ……513
Orengedokuto Extract ……1463
Oriental Bezoar ……1492
Orodispersible Tablets ……10
Oxapium Iodide ……497
Oxaprozin ……498
Oxazolam ……496
Oxethazaine ……507
Oxprenolol Hydrochloride ……508
Oxybuprocaine Hydrochloride ……506
Oxycodone Hydrochloride Hydrate ……499
Oxydol ……505
Oxygen ……669
Oxymetholone ……507
Oxytetracycline Hydrochloride ……501
Oxytocin ……503
Injection ……505
Oyster Shell ……1588
Ozagrel Sodium ……509
Sodium for Injection ……510

P

Panax Japonicus Rhizome ……1544
Pancreatin ……1051
Pancuronium Bromide ……1052
Panipenem ……1032
Pantethine ……1055
Papaverine Hydrochloride ……1033
Hydrochloride Injection ……1034
Paraffin ……1039
Paraformaldehyde ……1041
Parenteral Infusions ……14
Parnaparin Sodium ……1042
Patches ……19

Peach Kernel ····· 1555
Peanut Oil ····· 1377
Pellets ····· 14
Pemirolast Potassium ····· 1252
Potassium for Syrup ····· 1253
Potassium Tablets ····· 1253
Penbutolol Sulfate ····· 1273
Pentazocine ····· 1270
Pentobarbital Calcium ····· 1272
Pentoxyverine Citrate ····· 1271
Peony Root ····· 1514
Peplomycin Sulfate ····· 1250
Sulfate for Injection ····· 1251
Perilla Herb ····· 1538
Peritoneal Dialysis Agents ····· 14
Perphenazine ····· 1257
Maleate ····· 1259
Maleate Tablets ····· 1260
Tablets ····· 1258
Pethidine Hydrochloride ····· 1241
Hydrochloride Injection ····· 1241
Petroleum Benzin ····· 768
Peucedanum Root ····· 1532
Pharbitis Seed ····· 1486
Phellodendron Bark ····· 1459
, Albumin Tannate and Bismuth Subnitrate
Powder ····· 1461
Phenethicillin Potassium ····· 1122
Phenobarbital ····· 1123
Powder, 10% ····· 1123
Phenol ····· 1124
and Zinc Oxide Liniment ····· 1126
for Disinfection ····· 1125
Phenolated Water ····· 1125
Water for Disinfection ····· 1126
Phenolsulfonphthalein ····· 1127
Injection ····· 1127
L-Phenylalanine ····· 1120
Phenylbutazone ····· 1120
Phenylephrine Hydrochloride ····· 1121
Phenytoin ····· 1117
Powder ····· 1118
Sodium for Injection ····· 1119
Tablets ····· 1118
Phytonadione ····· 1115
Picrasma Wood ····· 1560
Pills ····· 20
Pilocarpine Hydrochloride ····· 1102
Pimaricin ····· 1092
Pimozide ····· 1094
Pindolol ····· 1105
Pinellia Tuber ····· 1571
Pioglitazone Hydrochloride ····· 1057
Hydrochloride Tablets ····· 1058
Pipemidic Acid Hydrate ····· 1085
Piperacillin Hydrate ····· 1085
Sodium ····· 1087
Sodium for Injection ····· 1088
Piperazine Adipate ····· 1089
Phosphate Hydrate ····· 1089
Phosphate Tablets ····· 1090
Pirarubicin ····· 1095
Pirenoxine ····· 1099
Pirenzepine Hydrochloride Hydrate ····· 1100
Piroxicam ····· 1102
Pivmecillinam Hydrochloride ····· 1081
Hydrochloride Tablets ····· 1081
Plantago Herb ····· 1517
Seed ····· 1517
Plasters ····· 19
Platycodon Fluidextract ····· 1478
Root ····· 1478
Pogostemon Herb ····· 1467
Polygala Root ····· 1465
Polygonatum Rhizome ····· 1459
Polygonum Root ····· 1466
Polymixin B Sulfate ····· 1287
Polyoxyl 40 Stearate ····· 745
Polyporus Sclerotium ····· 1550
Polysorbate 80 ····· 1286
Poria Sclerotium ····· 1575
Potash Soap ····· 529
Potassium Bromide ····· 722
Canrenoate ····· 549
Carbonate ····· 860
Chloride ····· 491
Clavulanate ····· 567
Guaiacolsulfonate ····· 563
Hydroxide ····· 739
Iodide ····· 1363
Permanganate ····· 524
Sulfate ····· 1411
Potato Starch ····· 926
Povidone ····· 1280
Povidone-Iodine ····· 1281
Powdered Acacia ····· 1447
Agar ····· 1477
Alisma Rhizome ····· 1544
Aloe ····· 1448
Amomum Seed ····· 1521
Atractylodes Lancea Rhizome ····· 1537
Atractylodes Rhizome ····· 1574
Calumba ····· 1497
Capsicum ····· 1553
Cellulose ····· 846
Cinnamon Bark ····· 1485
Clove ····· 1546
Cnidium Rhizome ····· 1531

Coix Seed ····· 1592
Coptis Rhizome ····· 1462
Corydalis Tuber ····· 1456
Cyperus Rhizome ····· 1490
Dioscorea Rhizome ····· 1511
Fennel ····· 1451
Gambir ····· 1445
Gardenia Fruit ····· 1509
Gentian ····· 1486
Geranium Herb ····· 1487
Ginger ····· 1521
Ginseng ····· 1562
Glycyrrhiza ····· 1475
Ipecac ····· 1558
Japanese Angelica Root ····· 1555
Japanese Gentian ····· 1596
Japanese Valerian ····· 1471
Longgu ····· 1595
Magnolia Bark ····· 1491
Moutan Bark ····· 1582
Opium ····· 328
Oyster Shell ····· 1588
Panax Japonicus Rhizome ····· 1544
Peach Kernel ····· 1556
Peony Root ····· 1515
Phellodendron Bark ····· 1460
Picrasma Wood ····· 1561
Platycodon Root ····· 1478
Polygala Root ····· 1465
Polyporus Sclerotium ····· 1550
Poria Sclerotium ····· 1575
Processed Aconite Root ····· 1577
Rhubarb ····· 1540
Rose Fruit ····· 1455
Scutellaria Root ····· 1458
Senega ····· 1530
Senna Leaf ····· 1534
Smilax Rhizome ····· 1507
Sophora Root ····· 1482
Sweet Hydrangea Leaf ····· 1446
Swertia Herb ····· 1536
Tragacanth ····· 1560
Turmeric ····· 1452
Zanthoxylum Fruit ····· 1511
Powders ····· 11
for Cutaneous Application ····· 18
Pranoprofen ····· 1151
Pravastatin Sodium ····· 1152
Sodium Fine Granules ····· 1154
Sodium Solution ····· 1153
Sodium Tablets ····· 1155
Prazepam ····· 1148
Tablets ····· 1149
Prazosin Hydrochloride ····· 1150
Precipitated Calcium Carbonate ····· 860
Calcium Carbonate Fine Granules ····· 861
Calcium Carbonate Tablets ····· 861
Prednisolone ····· 1184
Acetate ····· 1188
Sodium Phosphate ····· 1188
Sodium Succinate for Injection ····· 1187
Succinate ····· 1186
Tablets ····· 1185
Preparations for Cutaneous Application ····· 18
for Dialysis ····· 14
for Gargles ····· 13
for Inhalation ····· 15
for Injection ····· 13
for Nasal Application ····· 16
for Ophthalmic Application ····· 15
for Oral Administration ····· 9
for Oro-mucosal Application ····· 12
for Otic Application ····· 16
for Rectal Application ····· 17
for Syrup ····· 11
for Vaginal Application ····· 17
Related to Crude Drugs ····· 19
Primidone ····· 1159
Probenecid ····· 1217
Tablets ····· 1217
Probucol ····· 1211
Fine Granules ····· 1212
Tablets ····· 1213
Procainamide Hydrochloride ····· 1191
Hydrochloride Injection ····· 1193
Hydrochloride Tablets ····· 1192
Procaine Hydrochloride ····· 1190
Hydrochloride Injection ····· 1190
Procarbazine Hydrochloride ····· 1194
Procaterol Hydrochloride Hydrate ····· 1193
Processed Aconite Root ····· 1576
Ginger ····· 1474
Prochlorperazine Maleate ····· 1195
Maleate Tablets ····· 1196
Progesterone ····· 1197
Injection ····· 1198
Proglumide ····· 1195
L-Proline ····· 1224
Prolonged Release Injections ····· 14
Promethazine Hydrochloride ····· 1220
Propafenone Hydrochloride ····· 1205
Hydrochloride Tablets ····· 1206
Propantheline Bromide ····· 1207
Propiverine Hydrochloride ····· 1207
Hydrochloride Tablets ····· 1208
Propranolol Hydrochloride ····· 1214
Hydrochloride Tablets ····· 1214
Propyl Parahydroxybenzoate ····· 1038

Propylene Glycol ····· 1211
Propylthiouracil ····· 1210
Tablets ····· 1210
Protamine Sulfate ····· 1201
Sulfate Injection ····· 1201
Prothionamide ····· 1202
Protirelin ····· 1203
Tartrate Hydrate ····· 1203
Prunella Spike ····· 1466
Pueraria Root ····· 1467
Pullulan ····· 1177
Pump Sprays for Cutaneous Application ····· 18
Purified Dehydrocholic Acid ····· 913
Gelatin ····· 838
Lanolin ····· 1381
Shellac ····· 838
Sodium Hyaluronate ····· 1056
Water ····· 737
Water in Containers ····· 737
Pyrantel Pamoate ····· 1096
Pyrazinamide ····· 1095
Pyridostigmine Bromide ····· 1099
Pyridoxine Hydrochloride ····· 1097
Hydrochloride Injection ····· 1098
Pyroxylin ····· 1103
Pyrrolnitrin ····· 1103

Q

Quercus Bark ····· 1581
Quinapril Hydrochloride ····· 554
Hydrochloride Tablets ····· 555
Quinidine Sulfate Hydrate ····· 556
Quinine Ethyl Carbonate ····· 557
Hydrochloride Hydrate ····· 558
Sulfate Hydrate ····· 559

R

Rabeprazole Sodium ····· 1383
Ranitidine Hydrochloride ····· 1379
Rape Seed Oil ····· 983
Rebamipide ····· 1423
Tablets ····· 1424
Red Ginseng ····· 1488
Rehmannia Root ····· 1512
Reserpine ····· 1418
Injection ····· 1420
Powder, 0.1% ····· 1419
Tablets ····· 1419
Retinol Acetate ····· 1420
Palmitate ····· 1421
Rhubarb ····· 1539
Riboflavin ····· 1405
Butyrate ····· 1406
Powder ····· 1405
Sodium Phosphate ····· 1407
Sodium Phosphate Injection ····· 1408
Ribostamycin Sulfate ····· 1404
Rice Starch ····· 924
Rifampicin ····· 1401
Capsules ····· 1402
Rikkunshito Extract ····· 1592
Ringer's Solution ····· 1413
Risperidone ····· 1390
Fine Granules ····· 1391
Oral Solution ····· 1393
Tablets ····· 1392
Ritodrine Hydrochloride ····· 1399
Hydrochloride Tablets ····· 1400
Rokitamycin ····· 1437
Tablets ····· 1438
Rose Fruit ····· 1455
Rosin ····· 1599
Roxatidine Acetate Hydrochloride ····· 1431
Acetate Hydrochloride Extended-release Capsules ····· 1432
Acetate Hydrochloride Extended-release Tablets ····· 1433
Acetate Hydrochloride for Injection ····· 1434
Roxithromycin ····· 1435
Royal Jelly ····· 1603
Ryokeijutsukanto Extract ····· 1596

S

Saccharated Pepsin ····· 546
Saccharin ····· 652
Sodium Hydrate ····· 653
Safflower ····· 1488
Saffron ····· 1507
Saibokuto Extract ····· 1502
Saikokeishito Extract ····· 1499
Saireito Extract ····· 1504
Salazosulfapyridine ····· 654
Salbutamol Sulfate ····· 661
Salicylated Alum Powder ····· 658
Salicylic Acid ····· 655
Acid Adhesive Plaster ····· 658
Acid Spirit ····· 656
Santonin ····· 670
Saponated Cresol Solution ····· 590
Saposhnikovia Root and Rhizome ····· 1581
Sappan Wood ····· 1538
Sarpogrelate Hydrochloride ····· 662
Hydrochloride Fine Granules ····· 663
Hydrochloride Tablets ····· 664
Saussurea Root ····· 1590
Schisandra Fruit ····· 1497

Schizonepeta Spike ····· 1482
Scopolamine Butylbromide ····· 1133
Hydrobromide Hydrate ····· 743
Scopolia Extract ····· 1600
Extract and Carbon Powder ····· 1602
Extract and Ethyl Aminobenzoate Powder ····· 1601
Extract and Tannic Acid Suppositories ····· 1602
Extract Powder ····· 1600
Extract, Papaverine and Ethyl Aminobenzoate Powder ····· 1603
Scopolia Rhizome ····· 1599
Scutellaria Root ····· 1457
Semi-solid Preparations for Oro-mucosal Application ····· 12
Preparations for Rectal Application ····· 17
Senega ····· 1530
Syrup ····· 1531
Senna Leaf ····· 1533
L-Serine ····· 841
Serrapeptase ····· 839
Serum Gonadotrophin ····· 763
Gonadotrophin for Injection ····· 764
Sesame ····· 1496
Oil ····· 645
Sevoflurane ····· 835
Shakuyakukanzoto Extract ····· 1515
Shimbuto Extract ····· 1527
Shosaikoto Extract ····· 1522
Shoseiryuto Extract ····· 1524
Siccanin ····· 694
Silver Nitrate ····· 723
Nitrate Ophthalmic Solution ····· 723
Protein ····· 1204
Protein Solution ····· 1204
Simple Ointment ····· 867
Syrup ····· 866
Simvastatin ····· 735
Sinomenium Stem and Rhizome ····· 1580
Smilax Rhizome ····· 1507
Sodium Acetate Hydrate ····· 652
Aurothiomalate ····· 560
Benzoate ····· 378
Bicarbonate ····· 862
Bicarbonate and Bitter Tincture Mixture ····· 1520
Bicarbonate Injection ····· 863
Bisulfite ····· 358
Borate ····· 1274
Bromide ····· 722
Carbonate Hydrate ····· 863
Chloride ····· 492
Chloride Injection, 10% ····· 493
Chromate (^{51}Cr) Injection ····· 605
Citrate Hydrate ····· 566
Citrate Injection for Transfusion ····· 566
Cromoglicate ····· 605
Fusidate ····· 1130
Hydroxide ····· 740
Iodide ····· 1364
Iodide (^{123}I) Capsules ····· 1365
Iodide (^{131}I) Capsules ····· 1365
Iodide (^{131}I) Solution ····· 1365
Iodohippurate (^{131}I) Injection ····· 1365
Iotalamate Injection ····· 389
L-Lactate Solution ····· 1012
Lauryl Sulfate ····· 1374
Pertechnetate (^{99m}Tc) Injection ····· 515
Picosulfate Hydrate ····· 1060
Polystyrene Sulfonate ····· 1285
Prasterone Sulfate Hydrate ····· 1148
Pyrosulfite ····· 1101
Risedronate Hydrate ····· 1394
Risedronate Tablets ····· 1396
Salicylate ····· 658
Starch Glycolate ····· 927
Thiosulfate Hydrate ····· 881
Thiosulfate Injection ····· 881
Valproate ····· 1045
Valproate Syrup ····· 1046
Valproate Tablets ····· 1045
Solid Dosage Forms for Cutaneous Application ····· 18
Soluble Tablets ····· 10
Sophora Root ····· 1481
Sorbitan Sesquioleate ····· 847
D-Sorbitol ····· 849
Solution ····· 850
Soybean Oil ····· 851
Spectinomycin Hydrochloride Hydrate ····· 750
Spiramycin Acetate ····· 748
Spirits ····· 20
Spironolactone ····· 749
Tablets ····· 749
Sprays for Cutaneous Application ····· 18
for Oro-mucosal Application ····· 12
Stearic Acid ····· 744
Stearyl Alcohol ····· 744
Sterile Purified Water in Containers ····· 737
Water for Injection in Containers ····· 737
Streptomycin Sulfate ····· 746
Sulfate for Injection ····· 747
Sublingual Tablets ····· 12
Sucralfate Hydrate ····· 742
Sucrose ····· 1026
Sulbactam Sodium ····· 754
Sulbenicillin Sodium ····· 761
Sulfadiazine Silver ····· 758
Sulfamethizole ····· 759
Sulfamethoxazole ····· 759
Sulfamonomethoxine Hydrate ····· 760
Sulfisoxazole ····· 760

Sulfobromophthalein Sodium ····· 762
Sodium Injection ····· 763
Sulfur ····· 387
, Salicylic Acid and Thianthol Ointment ····· 388
and Camphor Lotion ····· 388
Sulindac ····· 751
Sulpiride ····· 755
Capsules ····· 755
Tablets ····· 756
Sulpyrine Hydrate ····· 757
Injection ····· 757
Sultamicillin Tosilate Hydrate ····· 752
Sultiame ····· 753
Suppositories for Rectal Application ····· 17
for Vaginal Use ····· 17
Suspensions ····· 11
Suxamethonium Chloride for Injection ····· 741
Chloride Hydrate ····· 740
Chloride Injection ····· 741
Sweet Hydrangea Leaf ····· 1446
Swertia and Sodium Bicarbonate Powder ····· 1537
Herb ····· 1535
Synthetic Aluminum Silicate ····· 627
Syrups ····· 11

T

Tablets ····· 9
for Oro-mucosal Application ····· 12
for Vaginal Use ····· 17
Tacrolimus Hydrate ····· 852
Talampicillin Hydrochloride ····· 858
Talc ····· 859
Tamoxifen Citrate ····· 857
Tamsulosin Hydrochloride ····· 855
Hydrochloride Extended-release Tablets ····· 856
Tannic Acid ····· 867
Tapes ····· 19
Tartaric Acid ····· 723
Taurine ····· 852
Tazobactam ····· 853
Teabags ····· 20
Teceleukin (Genetical Recombination) ····· 905
for Injection (Genetical Recombination) ····· 910
Tegafur ····· 894
Teicoplanin ····· 891
Temocapril Hydrochloride ····· 917
Hydrochloride Tablets ····· 918
Teprenone ····· 915
Terbinafine Hydrochloride ····· 919
Hydrochloride Cream ····· 921
Hydrochloride Solution ····· 920
Hydrochloride Spray ····· 921
Terbutaline Sulfate ····· 922
Testosterone Enanthate ····· 901
Enanthate Injection ····· 901
Propionate ····· 902
Propionate Injection ····· 903
Tetracaine Hydrochloride ····· 911
Tetracycline Hydrochloride ····· 911
Thallium (^{201}Tl) Chloride Injection ····· 492
Theophylline ····· 894
Thiamazole ····· 870
Tablets ····· 871
Thiamine Chloride Hydrochloride ····· 873
Chloride Hydrochloride Injection ····· 874
Chloride Hydrochloride Powder ····· 874
Nitrate ····· 875
Thiamylal Sodium ····· 871
Sodium for Injection ····· 872
Thianthol ····· 877
Thiopental Sodium ····· 879
Sodium for Injection ····· 880
Thioridazine Hydrochloride ····· 880
Thiotepa ····· 878
L-Threonine ····· 972
Thrombin ····· 981
Thymol ····· 888
Tiapride Hydrochloride ····· 869
Hydrochloride Tablets ····· 870
Tiaramide Hydrochloride ····· 876
Hydrochloride Tablets ····· 876
Ticlopidine Hydrochloride ····· 882
Timepidium Bromide Hydrate ····· 887
Timolol Maleate ····· 888
Tinctures ····· 20
Tinidazole ····· 884
Tipepidine Hibenzate ····· 885
Hibenzate Tablets ····· 886
Titanium Oxide ····· 667
Tizanidine Hydrochloride ····· 883
Toad Venom ····· 1532
Tobramycin ····· 949
Injection ····· 950
Tocopherol ····· 936
Acetate ····· 938
Calcium Succinate ····· 937
Nicotinate ····· 939
Todralazine Hydrochloride Hydrate ····· 942
Tofisopam ····· 947
Tolazamide ····· 950
Tolbutamide ····· 971
Tablets ····· 971
Tolnaftate ····· 970
Solution ····· 970
Tolperisone Hydrochloride ····· 972
Tosufloxacin Tosilate Hydrate ····· 940
Tosilate Tablets ····· 941

Tragacanth ····· 1560
Tranexamic Acid ····· 951
Acid Capsules ····· 952
Acid Injection ····· 953
Acid Tablets ····· 953
Trapidil ····· 954
Trehalose Hydrate ····· 973
Trepibutone ····· 974
Triamcinolone ····· 954
Acetonide ····· 955
Triamterene ····· 956
Tribulus Fruit ····· 1513
Trichlormethiazide ····· 958
Tablets ····· 960
Trichomycin ····· 962
Trichosanthes Root ····· 1474
Triclofos Sodium ····· 957
Sodium Syrup ····· 958
Trihexyphenidyl Hydrochloride ····· 963
Hydrochloride Tablets ····· 964
Trimebutine Maleate ····· 969
Trimetazidine Hydrochloride ····· 966
Hydrochloride Tablets ····· 967
Trimethadione ····· 965
Tablets ····· 965
Trimetoquinol Hydrochloride Hydrate ····· 968
Troches ····· 12
Tropicamide ····· 979
Troxipide ····· 977
Fine Granules ····· 978
Tablets ····· 979
L-Tryptophan ····· 963
Tulobuterol Hydrochloride ····· 890
Turmeric ····· 1452
Turpentine Oil ····· 923
L-Tyrosine ····· 889

U

Ubenimex ····· 432
Capsules ····· 433
Ubidecarenone ····· 1363
Ulinastatin ····· 434
Uncaria Hook ····· 1546
Urapidil ····· 434
Urea ····· 1014
Urokinase ····· 439
Ursodeoxycholic Acid ····· 436
Acid Granules ····· 437
Acid Tablets ····· 438
Uva Ursi Fluidextract ····· 1454

V

L-Valine ····· 1042
Vancomycin Hydrochloride ····· 1053
Hydrochloride for Injection ····· 1054
Vasopressin Injection ····· 1030
Verapamil Hydrochloride ····· 1254
Hydrochloride Tablets ····· 1254
Vinblastine Sulfate ····· 1106
Sulfate for Injection ····· 1107
Vincristine Sulfate ····· 1104
Vitamin A Oil ····· 1065
A Oil Capsules ····· 1066
Voglibose ····· 1275
Tablets ····· 1276

W

Warfarin Potassium ····· 1442
Potassium Tablets ····· 1443
Water ····· 736
for Injection ····· 737
Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection ····· 333
Weil's Disease and Akiyami Combined Vaccine ····· 1441
Wheat Starch ····· 923
White Beeswax ····· 1305
Ointment ····· 993
Petrolatum ····· 1441
Shellac ····· 839
Soft Sugar ····· 1025
Whole Human Blood ····· 1067
Wine ····· 1136
Wood Creosote ····· 588

X

Xylitol ····· 549
Injection ····· 550

Y

Yellow Beeswax ····· 1305
Petrolatum ····· 1441

Z

Zaltoprofen ····· 660
Tablets ····· 660
Zanthoxylum Fruit ····· 1510
Zedoary ····· 1466
Zidovudine ····· 695
Zinc Chloride ····· 490
Oxide ····· 666

Oxide Oil ……890
Oxide Ointment ……289
Oxide Starch Powder ……289
Sulfate Hydrate ……1409
Sulfate Ophthalmic Solution ……1410
Zinostatin Stimalamer ……699
Zolpidem Tartrate ……847
Tartrate Tablets ……848

INDEX NOMINUM

A

Achyranthis Radix ……1492
Adeps Lanae Purificatus ……1381
　Lanae Suillus ……981
Agar ……1477
　Pulveratum ……1477
Akebiae Caulis ……1590
Alismatis Rhizoma ……1544
　Rhizoma Pulveratum ……1544
Aloe ……1447
　Pulverata ……1448
Alpiniae Fructus ……1591
　Officinari Rhizoma ……1596
Amomi Semen ……1521
　Semen Pulveratum ……1521
Amylum Maydis ……925
　Oryzae ……924
　Solani ……926
　Tritici ……923
Anemarrhenae Rhizoma ……1545
Angelicae Dahuricae Radix ……1573
　Radix ……1554
　Radix Pulverata ……1555
Apilac ……1603
Araliae Cordatae Rhizoma ……1557
Arctii Fructus ……1496
Arecae Semen ……1575
Armeniacae Semen ……1480
Artemisiae Capillaris Flos ……1450
Asiasari Radix ……1501
Asparagi Tuber ……1551
Astragali Radix ……1457
Atractylodis Lanceae Rhizoma ……1537
　Lanceae Rhizoma Pulveratum ……1537
　Rhizoma ……1573
　Rhizoma Pulveratum ……1574
Aurantii Fructus Immaturus ……1479
　Nobilis Pericarpium ……1550
　Pericarpium ……1556

B

Belladonnae Radix ……1578
Benincasae Semen ……1551
Benzoinum ……1449
Bezoar Bovis ……1492
Bufonis Venenum ……1532
Bupleuri Radix ……1498

C

Calumbae Radix ……1497
　Radix Pulverata ……1497
Cannabis Fructus ……1590
Capsici Fructus ……1552
　Fructus Pulveratus ……1553
Cardamomi Fructus ……1524
Carthami Flos ……1488
Caryophylli Flos ……1545
　Flos Pulveratus ……1546
Cassiae Semen ……1486
Catalpae Fructus ……1479
Cera Alba ……1305
　Carnauba ……532
　Flava ……1305
Chrysanthemi Flos ……1478
Cimicifugae Rhizoma ……1526
Cinnamomi Cortex ……1484
　Cortex Pulveratus ……1485
Clematidis Radix ……1449
Cnidii Monnieris Fructus ……1516
　Rhizoma ……1531
　Rhizoma Pulveratum ……1531
Coicis Semen ……1592
　Semen Pulveratum ……1592
Condurango Cortex ……1497
Coptidis Rhizoma ……1462
　Rhizoma Pulveratum ……1462
Corni Fructus ……1509
Corydalis Tuber ……1455
　Tuber Pulveratum ……1456
Crataegi Fructus ……1507
Crocus ……1507
Curcumae Rhizoma ……1452
　Rhizoma Pulveratum ……1452
Cyperi Rhizoma ……1490
　Rhizoma Pulveratum ……1490

D

Digenea ……1589
Dioscoreae Rhizoma ……1511

Rhizoma Pulveratum ····· 1511
Dolichi Semen ····· 1580

E

Eleutherococci Senticosi Rhizoma ····· 1512
Ephedrae Herba ····· 1589
Epimedii Herba ····· 1450
Eriobotryae Folium ····· 1574
Eucommiae Cortex ····· 1560
Euodiae Fructus ····· 1496

F

Fel Ursi ····· 1591
Foeniculi Fructus ····· 1451
Fructus Pulveratus ····· 1451
Forsythiae Fructus ····· 1598
Fossilia Ossis Mastodi ····· 1594
Ossis Mastodi Pulveratum ····· 1595
Fritillariae Bulbus ····· 1564

G

Gambir ····· 1445
Pulveratum ····· 1445
Gardeniae Fructus ····· 1508
Fructus Pulveratus ····· 1509
Gastrodiae Tuber ····· 1551
Gentianae Radix ····· 1486
Radix Pulverata ····· 1486
Scabrae Radix ····· 1595
Scabrae Radix Pulverata ····· 1596
Geranii Herba ····· 1487
Herba Pulverata ····· 1487
Ginseng Radix ····· 1561
Radix Pulverata ····· 1562
Radix Rubra ····· 1488
Glehniae Radix Cum Rhizoma ····· 1570
Glycyrrhizae Radix ····· 1474
Radix Pulverata ····· 1475
Gummi Arabicum ····· 1446
Arabicum Pulveratum ····· 1447
Gypsum Fibrosum ····· 1529

H

Houttuyniae Herba ····· 1520
Hydrangeae Dulcis Folium ····· 1446
Dulcis Folium Pulveratum ····· 1446

I

Imperatae Rhizoma ····· 1580
Ipecacuanhae Radix ····· 1558
Radix Pulverata ····· 1558

K

Kasseki ····· 1470
Koi ····· 1488

L

Leonuri Herba ····· 1591
Lilii Bulbus ····· 1572
Linderae Radix ····· 1453
Lithospermi Radix ····· 1513
Longan Arillus ····· 1594
Lonicerae Folium Cum Caulis ····· 1563
Lycii Cortex ····· 1513
Fructus ····· 1481

M

Magnoliae Cortex ····· 1490
Cortex Pulveratus ····· 1491
Flos ····· 1527
Malloti Cortex ····· 1445
Mel ····· 1569
Menthae Herba ····· 1569
Mori Cortex ····· 1538
Moutan Cortex ····· 1581
Cortex Pulveratus ····· 1582
Myristicae Semen ····· 1561

N

Nelumbis Semen ····· 1598
Notopterygii Rhizoma ····· 1479
Nupharis Rhizoma ····· 1532

O

Oleum Arachidis ····· 1377
Aurantii ····· 513
Cacao ····· 515
Camelliae ····· 890
Caryophylli ····· 1546
Cinnamomi ····· 1485
Cocois ····· 1362
Eucalypti ····· 1362
Foeniculi ····· 1451
Maydis ····· 928
Menthae Japonicae ····· 1570
Olivae ····· 512
Rapae ····· 983
Ricini ····· 1091

Sesami ……645
Sojae ……851
Terebinthinae ……923
Ophiopogonis Tuber ……1564
Opium Pulveratum ……328
Oryzae Fructus ……1490
Ostreae Testa ……1588
Testa Pulverata ……1588

P

Paeoniae Radix ……1514
Radix Pulverata ……1515
Panacis Japonici Rhizoma ……1544
Japonici Rhizoma Pulveratum ……1544
Perillae Herba ……1538
Persicae Semen ……1555
Semen Pulveratum ……1556
Peucedani Radix ……1532
Pharbitidis Semen ……1486
Phellodendri Cortex ……1459
Cortex Pulveratus ……1460
Picrasmae Lignum ……1560
Lignum Pulveratum ……1561
Pinelliae Tuber ……1571
Plantaginis Herba ……1517
Semen ……1517
Platycodi Radix ……1478
Radix Pulverata ……1478
Pogostemoni Herba ……1467
Polygalae Radix ……1465
Radix Pulverata ……1465
Polygonati Rhizoma ……1459
Polygoni Multiflori Radix ……1466
Polyporus ……1550
Pulveratus ……1550
Poria ……1575
Pulveratum ……1575
Processi Aconiti Radix ……1576
Aconiti Radix Pulverata ……1577
Prunellae Spica ……1466
Puerariae Radix ……1467

Q

Quercus Cortex ……1581

R

Rehmanniae Radix ……1512
Resina Pini ……1599
Rhei Rhizoma ……1539
Rhizoma Pulveratum ……1540
Rosae Fructus ……1455
Fructus Pulveratus ……1455

S

Saposhnikoviae Radix ……1581
Sappan Lignum ……1538
Saussureae Radix ……1590
Schisandrae Fructus ……1497
Schizonepetae Spica ……1482
Scopoliae Rhizoma ……1599
Scutellariae Radix ……1457
Radix Pulverata ……1458
Senegae Radix ……1530
Radix Pulverata ……1530
Sennae Folium ……1533
Folium Pulveratum ……1534
Sesami Semen ……1496
Sevum Bovinum ……560
Sinomeni Caulis et Rhizoma ……1580
Smilacis Rhizoma ……1507
Rhizoma Pulveratum ……1507
Sophorae Radix ……1481
Radix Pulverata ……1482
Strychni Semen ……1586
Swertiae Herba ……1535
Herba Pulverata ……1536

T

Tinctura Amara ……1482
Tragacantha ……1560
Pulverata ……1560
Tribuli Fructus ……1513
Trichosanthis Radix ……1474

U

Uncariae Uncis Cum Ramulus ……1546
Uvae Ursi Folium ……1454

V

Valerianae Radix ……1470
Radix Pulverata ……1471

Z

Zanthoxyli Fructus ……1510
Fructus Pulveratus ……1511
Zedoariae Rhizoma ……1466
Zingiberis Processum Rhizoma ……1474
Rhizoma ……1521
Rhizoma Pulveratum ……1521
Zizyphi Fructus ……1543

Semen …… *1511*